



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년07월28일

(11) 등록번호 10-2560797

(24) 등록일자 2023년07월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

A61K 8/04 (2006.01) A61K 8/25 (2006.01)

A61K 8/36 (2006.01) A61K 8/39 (2006.01)

A61K 8/895 (2006.01) A61Q 1/00 (2006.01)

A61Q 1/10 (2006.01) A61Q 19/00 (2006.01)

(52) CPC특허분류

A61K 8/04 (2013.01)

A61K 8/25 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-7024080

(22) 출원일자(국제) 2018년01월11일

심사청구일자 2021년01월05일

(85) 번역문제출일자 2019년08월16일

(65) 공개번호 10-2019-0107108

(43) 공개일자 2019년09월18일

(86) 국제출원번호 PCT/JP2018/000458

(87) 국제공개번호 WO 2018/135369

국제공개일자 2018년07월26일

(30) 우선권주장

JP-P-2017-008300 2017년01월20일 일본(JP)

(56) 선행기술조사문헌

W02008057155 A1*

W02016164296 A1*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤

일본 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 1초메 4반 1고

(72) 발명자

이노쿠치 요시노리

일본 3790224 군마켄 안나카시 마츠이다마치 히토

미 1반지 10 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤

실리콘-텐시 자이로 기증즈 겐큐쇼 내

(74) 대리인

특허법인와이에스장

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 홍승우

(54) 발명의 명칭 수정 실리콘 분산액, 피막 및 화장료

(57) 요약

상온 건조로 엘라스토머 피막을 형성하는 수정 실리콘 분산액으로서, (A) 1분자 중에 2개 이상의 알케닐기를 갖는 알케닐기 함유 오가노폴리실록산 (A-1)과, 1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노폴리실록산 (A-2) 및 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 갖는 직쇄상의 디오가노폴리실록산 (A-3)의 부가 반응 생성물인 실리콘 엘라스토머, (B) 음이온성 계면활성제 (C) 비이온성 계면활성제, (D) 콜로이드알실리카, 및 (E) 물을 포함하는 수정 실리콘 분산액.

(52) CPC특허분류

A61K 8/36 (2013.01)
A61K 8/39 (2013.01)
A61K 8/895 (2013.01)
A61Q 1/00 (2013.01)
A61Q 1/10 (2013.01)
A61Q 19/00 (2013.01)
A61K 2800/596 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

상온 건조로 엘라스토머 피막을 형성하는 수성 실리콘 분산액으로서,

(A) 1분자 중에 2개 이상의 알케닐기를 갖는 알케닐기 함유 오가노폴리실록산 (A-1)과,

1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산 (A-2) 및 분자쇄 양쪽 말단에만 히드로실릴기를 갖는 직쇄상의 디오가노하이드로젠폴리실록산 (A-3)과의 부가 반응 생성물인 실리콘 엘라스토머,

(B) 음이온성 계면활성제: (A) 성분 100질량부에 대하여 0.1~5질량부,

(C) 비이온성 계면활성제: (A) 성분 100질량부에 대하여 0~2질량부,

(D) 콜로이드알실리카: (A) 성분 100질량부에 대하여 0~35질량부, 및

(E) 물: (A) 성분과 (D) 성분의 합계 100질량부에 대하여 15~200질량부

를 포함하는, 상기 (A) 실리콘 엘라스토머가 분산된 수성 실리콘 분산액.

청구항 2

제1항에 있어서, 수성 실리콘 분산액의 25℃ 건조물인 두께 1mm의 엘라스토머 시트의 아스커 C 고무 경도(일본 고무협회 표준규격(SRIS)에 규정된 시험 방법)가 5 이상인 것을 특징으로 하는 수성 실리콘 분산액.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 수성 실리콘 분산액의 25℃ 건조물인 두께 1mm의 엘라스토머 시트의 덤벨 형상 3호형 시험편의 절단시 신율(JIS K 6251에 규정된 시험 방법)이 20% 이상이며, 절단시 인장강도(JIS K 6251에 규정된 시험 방법)가 0.05MPa 이상인 것을 특징으로 하는 수성 실리콘 분산액.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, (A) 성분이 (A-1) 성분과, (A-2) 성분과 (A-3) 성분의 질량비 (A-2):(A-3)이 5:95~90:10인 (A-2) 및 (A-3) 성분과의 부가 반응 생성물인 것을 특징으로 하는 수성 실리콘 분산액.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, (A-3) 성분이 분자쇄 양쪽 말단에 분자 중에 2개의 히드로실릴기를 갖는 직쇄상의 디오가노하이드로젠폴리실록산인 것을 특징으로 하는 수성 실리콘 분산액.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 기재된 수성 실리콘 분산액을 상온 건조시킨 엘라스토머 피막.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 기재된 수성 실리콘 분산액을 포함하는 화장료.

청구항 8

제7항에 있어서, 메이크업 화장료, 팩 화장료 및 속눈썹용 화장료로부터 선택되는 화장료인 것을 특징으로 하는 화장료.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 상온 건조로 엘라스토머 피막을 형성하는 수성 분산액, 피막 및 화장료에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 건조시에 엘라스토머 피막을 형성하는 수성 실리콘 분산액은 종래부터 다양한 조성으로 이루어지는 것이 있고, 미끄럼성, 발수성, 박리성을 부여할 목적으로 섬유 처리제, 고무의 코팅제, 건재의 코팅제, 종이나 플라스틱 필름의 코팅제 등 또는 그것들의 첨가제로서 사용되고 있다.

[0003] 엘라스토머 피막을 형성시키는 방법으로서, 건조시에, 동시에 실리콘의 축합 반응을 진행시키는 방법이 있다. 그 방법의 조성물로서는, 예를 들면, 미국 특허 제3,098,833호 공보(특허문헌 1)에는, 히드록실화디오가노폴리실록산, 규소에 결합한 수소 원자를 갖는 폴리실록산 및 경화 촉매로 이루어지는 에멀션 조성물, 일본 특공 소 38-860호 공보(특허문헌 2)에는, 분자쇄 양쪽 말단이 수산기로 봉쇄된 폴리디오가노실록산, 폴리오가노하이드로젠실록산, 폴리알킬실리케이트 및 지방산의 주석염으로 이루어지는 에멀션 조성물, 일본 특개 소53-130752호 공보(특허문헌 3)에는, 분자쇄 양쪽 말단이 수산기로 봉쇄된 폴리디오가노실록산, 가수분해 가능한 기를 적어도 3개 갖는 실란 및 경화 촉매로부터 에멀션 조성물, 미국 특허 제3,294,725호 공보(특허문헌 4)에는, 히드록실화디오가노폴리실록산, 트리알콕시실란 및 콜로이달 실리카로 이루어지는 에멀션 조성물, 일본 특개 소54-131661호 공보(특허문헌 5)에는, 환상 오가노실록산과 오가노트리알콕시실란을 유화 중합하여 이루어지는 오가노폴리실록산 라텍스 조성물 등을 들 수 있다. 그러나, 이들 조성에서의 건조와 동시에 실리콘의 축합 반응에 의해 엘라스토머 피막을 형성시키기 위해서는, 100~300℃의 가열에 의해 행하는 것이 일반적이며, 상온 건조에서는 반응 속도가 느리거나, 반응이 진행되지 않거나 한다. 또한 피부상에서 가열할 수는 없기 때문에, 화장료의 재료에는 적합하지 않는다.

[0004] 일본 특개 평7-196984호 공보(특허문헌 6)에는 아미노기를 함유하는 오가노폴리실록산의 에멀션과 에폭시기를 함유하는 가수분해성 실란을 혼합 분산하여 이루어지는 실리콘 에멀션 조성물, 또는 에폭시기를 함유하는 오가노폴리실록산의 에멀션과 아미노기를 함유하는 가수분해성 실란을 혼합 분산하여 이루어지는 실리콘 에멀션 조성물이 제안되어 있다. 아미노기와 에폭시기의 반응속도는 빠르지만, 아미노기나 에폭시기는 특히 메이크업 화장료, 팩 화장료 등의, 피부에 도포되어, 피부상에서 화장막을 장시간 유지하는 것과 같은 화장료에서는, 피부에 대한 안전성이 염려된다.

[0005] 건조시에, 동시에 알케닐실릴기와 히드로실릴기의 부가 반응에 의해, 실리콘 엘라스토머의 피막을 형성시키는 방법이 있다. 그 조성으로서, 예를 들면, 일본 특개 소50-94082호 공보(특허문헌 7)에는, 분자쇄 말단 비닐기 봉쇄 폴리디오가노실록산, 폴리오가노하이드로젠폴리실록산 및 백금 촉매로 이루어지는 에멀션, 일본 특개 소54-52160호 공보(특허문헌 8)에는, 분자쇄 말단 또는 측쇄상에 비닐기를 함유한 폴리디오가노실록산, 규소에 결합한 수소 원자를 갖는 폴리실록산, 콜로이드상 실리카 및 백금 촉매로 이루어지는 에멀션이 제안되어 있다. 그러나, 이들 조성에서는, 히드로실릴기를 함유하는 실록산과 백금 촉매를 공존시켜 두면, 시간 경과로 반응이 진행하거나, 수소 가스를 발생하거나 하기 때문에, 실리콘의 에멀션과 백금 촉매의 혼합은 사용 전에 행할 필요가 있다. 화장료를 사용하는 일반 소비자에게 있어서, 액을 혼합하고 나서 사용한다고 하는 것은 사용이 불편하다.

[0006] 일본 특개 소56-36546호 공보(특허문헌 9)에는, 분자쇄 양쪽 말단이 비닐기로 봉쇄된 폴리디오가노실록산 및 폴리오가노하이드로젠실록산으로 이루어지는 에멀션에 백금 촉매를 가하고, 가교한 실리콘 엘라스토머의 에멀션으로 한 방법, 또는 그 실리콘 엘라스토머의 에멀션에 콜로이달 실리카를 더 배합하는 방법이 제안되어 있다. 그러나, 이 조성물은 비닐실릴기와 히드로실릴기의 부가 반응은 완결되었지만, 건조에 의해 엘라스토머 피막을 형성한다. 그러나, 그 피막은 신율이 없고, 부서지기 쉽다고 하는 결점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0007] (특허문헌 0001) 미국 특허 제3,098,833호 공보
(특허문헌 0002) 일본 특공 소38-860호 공보
(특허문헌 0003) 일본 특개 소53-130752호 공보
(특허문헌 0004) 미국 특허 제3,294,725호 공보

(특허문헌 0005) 일본 특개 소54-131661호 공보

(특허문헌 0006) 일본 특개 평7-196984호 공보

(특허문헌 0007) 일본 특개 소50-94082호 공보

(특허문헌 0008) 일본 특개 소54-52160호 공보

(특허문헌 0009) 일본 특개 소56-36546호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 상기 사정을 감안하여 이루어진 것으로, 신율 및 강도가 있는 실리콘 엘라스토머의 피막을, 상온 건조로 신속하게 형성할 수 있는 수성 실리콘 분산액, 피막 및 화장료를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0009] 본 발명자는, 상기 목적을 달성하기 위해 예의 검토한 결과, 실리콘을 특정 알케닐기 함유 오가노폴리실록산과, 특정 히드로실릴기를 갖는 오가노폴리실록산과의 부가 반응에 의해 얻어지는 실리콘 엘라스토머로 하고, 이 히드로실릴기를 함유하는 오가노폴리실록산을, 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디오가노폴리실록산을 포함하는 것으로 하고, 또한 분산액 중의 유화제를 음이온성 계면활성제로 하고, 또한 그 양을 적게 함으로써, 상기 목적을 달성할 수 있는 것을 발견했다.

[0010] 따라서, 본 발명은 하기 수성 실리콘 분산액, 피막 및 화장료를 제공한다.

[0011] [1]. 상온 건조로 엘라스토머 피막을 형성하는 수성 실리콘 분산액으로서,

[0012] (A) 1분자 중에 2개 이상의 알케닐기를 갖는 알케닐기 함유 오가노폴리실록산 (A-1)과,

[0013] 1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산 (A-2) 및 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 갖는 직쇄상의 디오가노하이드로젠폴리실록산 (A-3)과의 부가 반응 생성물인 실리콘 엘라스토머,

[0014] (B) 음이온성 계면활성제: (A) 성분 100질량부에 대하여 0.1~5질량부,

[0015] (C) 비이온성 계면활성제: (A) 성분 100질량부에 대하여 0~2질량부,

[0016] (D) 콜로이드알실리카: (A) 성분 100질량부에 대하여 0~35질량부, 및

[0017] (E) 물: (A) 성분과 (D) 성분과의 합계 100질량부에 대하여 15~200질량부

[0018] 를 포함하는, 상기 (A) 실리콘 엘라스토머가 분산된 수성 실리콘 분산액.

[0019] [2]. 수성 실리콘 분산액의 25℃ 건조물인 두께 1mm의 엘라스토머 시트의 아스커 C 고무 경도(일본고무협회 표준규격(SRIS)에 규정된 시험 방법)가, 5 이상인 [1] 기재의 수성 실리콘 분산액.

[0020] [3]. 수성 실리콘 분산액의 25℃ 건조물인 두께 1mm의 엘라스토머 시트의 덤벨 형상 3호형 시험편의 절단시 신율(JIS K 6251에 규정된 시험 방법)이 20% 이상이며, 절단시 인장강도(JIS K 6251에 규정된 시험 방법)이 0.05MPa 이상인 [1] 또는 [2] 기재의 수성 실리콘 분산액.

[0021] [4]. (A) 성분이 (A-1) 성분과, (A-2) 성분과 (A-3) 성분의 질량비 (A-2):(A-3)가 5:95~90:10인 (A-2) 및 (A-3) 성분과의 부가 반응 생성물인 [1]~[3] 중 어느 하나에 기재된 수성 실리콘 분산액.

[0022] [5]. [1]~[4] 중 어느 하나에 기재된 수성 실리콘 분산액을 상온 건조시킨 엘라스토머 피막.

[0023] [6]. [1]~[4] 중 어느 하나에 기재된 수성 실리콘 분산액을 포함하는 화장료.

[0024] [7]. 메이크업 화장료, 팩 화장료 및 속눈썹용 화장료로부터 선택되는 화장료인 [6] 기재의 화장료.

발명의 효과

[0025] 본 발명에 의하면, 신율 및 강도가 있는 실리콘 엘라스토머의 피막을, 상온 건조로 신속하게 형성할 수 있는 수

성 실리콘 분산액이 얻어지고, 이 수성 실리콘 분산액은 메이크업 화장품, 팩 화장품, 속눈썹용 화장품 등의 화장품 등에 특히 유용하다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0026] (발명을 실시하기 위한 형태)

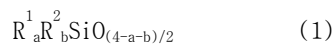
[0027] 이하, 본 발명에 대하여 상세하게 설명한다.

[0028] [(A) 성분]

[0029] (A) 성분의 실리콘 엘라스토머는 알케닐기 함유 오가노폴리실록산과 히드로실릴기를 갖는 오가노폴리실록산과의 부가 반응 생성물이다. 알케닐기 함유 오가노폴리실록산은 1분자 중에 2개 이상의 알케닐기를 갖는 알케닐기 함유 오가노폴리실록산 (A-1)이며, 히드로실릴기를 갖는 오가노폴리실록산은 1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노폴리실록산 (A-2) 및 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 갖는 직쇄상의 디오가노폴리실록산 (A-3)이다.

[0030] (A-1)

[0031] 1분자 중에 2개 이상의 알케닐기를 갖는 알케닐기 함유 오가노폴리실록산으로서는, 1종 단독으로 또는 2종 이상을 적당히 조합하여 사용할 수 있고, 예를 들면, 하기 평균 조성식 (1)



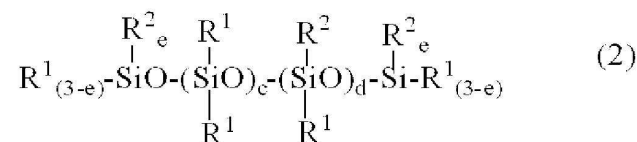
[0033] (식 중, 식 중의 R^1 은 독립적으로, 알케닐기를 제외한, 치환 또는 비치환의 탄소수 1~30의 1가 탄화수소기이며, R^2 는 독립적으로 탄소수 2~6의 알케닐기이다. a, b는 $0 < a < 3$, $0 < b \leq 3$, 및 $0.1 \leq a+b \leq 3$ 을 충족시키는 정수이며, 바람직하게는 $0 < a \leq 2.295$, $0.005 \leq b \leq 2.3$, 및 $0.5 \leq a+b \leq 2.3$ 을 충족시키는 정수이다.)

[0034] 로 표시되는 것을 들 수 있다.

[0035] R^1 로서는, 예를 들면, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 뷰틸기, 펜틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 데실기, 운데실기, 도데실기, 테트라데실기, 펜타데실기, 헥사데실기, 헵타데실기, 옥타데실기, 노나데실기, 이코실기, 헤니코실기, 도코실기, 트리코실기, 테트라실기, 트리아콘틸기 등의 알킬기; 페닐기, 톨릴기, 나프틸기 등의 아릴기; 벤질기, 페네틸기 등의 아르알킬기; 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 시클로헵틸기 등의 시클로알킬기; 및 이들 기의 탄소 원자에 결합한 수소 원자의 일부 또는 전부를 할로젠 원자(불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자) 등의 원자로 치환된 탄화수소기, 아크릴로일옥시기, 메타크릴로일옥시기, 에폭시기, 글리시독시기, 카르복실기 등의 치환기로 치환된 탄화수소기, 상기 원자 및 치환기로 치환한 탄화수소기 등을 들 수 있다. 그중에서도, 공업적으로는 전체 R^1 기 중의 50몰% 이상이 메틸기인 것이 바람직하다.

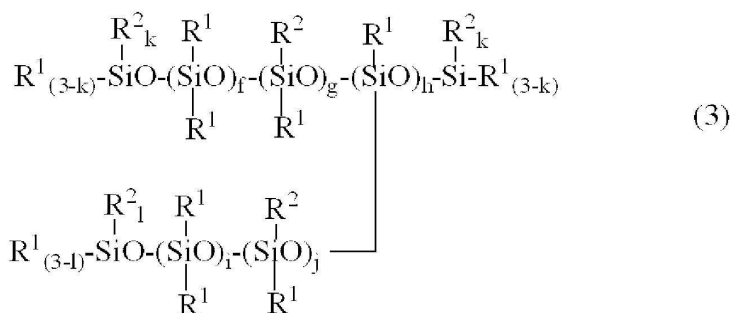
[0036] R^2 로서는 비닐기, 알릴기, 프로페닐기, 부테닐기, 펜테닐기, 헥세닐기 등을 들 수 있지만, 공업적으로는 비닐기인 것이 바람직하다.

[0037] (A-1) 성분의 구조는 직쇄상, 환상, 분지쇄상 어느 것이어도 된다. 직쇄상의 구조의 것으로서는, 예를 들면, 하기 일반식 (2)로 표시되는 것을 들 수 있다.



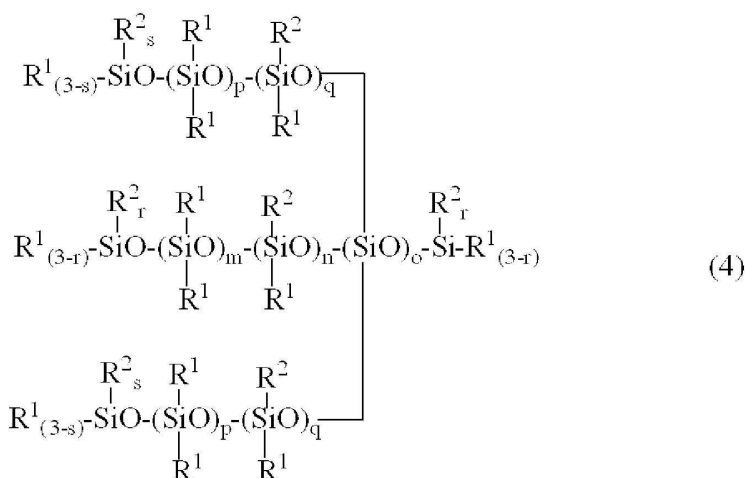
[0039] (식 중, R^1 , R^2 는 상기와 같으며, c는 정수, d는 0 또는 정수, e는 0 또는 1, 단 d 및 e는 $d+2 \times e \geq 2$ 를 충족시키는 수이다.)

[0040] 분지쇄 구조로서는, 예를 들면, $R^1SiO_{3/2}$ 의 단위에 의해 분지되어 있는 하기 일반식 (3)으로 표시되는 것을 들 수 있다.



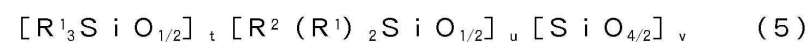
(식 중, R^1, R^2 는 상기와 동일하고, f 는 정수, g 는 0 또는 정수, h 는 정수, i 는 정수, j 는 0 또는 정수, k 는 0 또는 1, l 은 0 또는 1, 단 $g+h \times j+2 \times k+h \times l \geq 2$ 를 충족시키는 수이다.)

$\text{SiO}_{4/2}$ 의 단위에 의해 분지되어 있는 구조로서는, 예를 들면, 하기 일반식 (4)로 표시되는 것을 들 수 있다.



(식 중, R^1, R^2 는 상기와 같으며, m 은 정수, n 은 0 또는 정수, o 는 정수, p 는 정수, q 는 0 또는 정수, r 은 0 또는 1, s 는 0 또는 1, 단 n, q, R 및 s 는 $n+2 \times o \times q+2 \times r+2 \times o \times s \geq 2$ 를 충족시키는 수이다.)

또한, 하기의 단위 식 (5)로 표시되고, 1분자 중에 2개 이상의 알케닐기를 갖는 것을 들 수 있다.

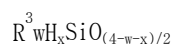


(식 중, R^1, R^2 는 상기와 같으며, t 는 0 또는 정수, u 는 정수, v 는 정수이다.)

(A-2)

1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산은 1종 단독으로 또는 2종 이상을 적당히 조합하여 사용할 수 있다.

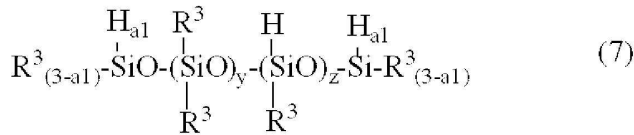
예를 들면, 하기 평균 조성식 (6)



(식 중, R^3 은 독립적으로, 알케닐기를 제외한, 치환 또는 비치환의 탄소수 1~30의 1가의 탄화수소기이다. w , x 는 $0 \leq w \leq 3$, $0 \leq x \leq 3$, 및 $0.1 \leq w+x \leq 3$ 을 충족시키는 정수이며, 바람직하게는 $0 \leq w \leq 2.295$, $0.005 \leq x \leq 2.3$, 및 $0.5 \leq w+x \leq 2.3$ 을 충족시키는 정수이다.)

으로 표시되는 것을 들 수 있다. R^3 으로는 상기 R^1 과 같은 것이 예시된다.

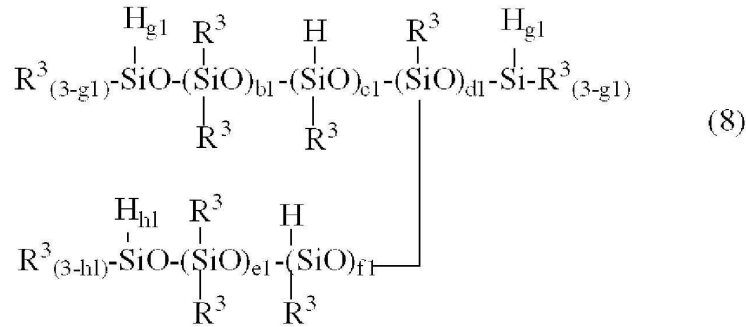
(A-2) 성분의 구조는 직쇄상, 환상, 분지쇄상 어느 것이어도 된다. 직쇄상의 구조의 것으로서는, 예를 들면, 하기 일반식 (7)로 표시되는 것을 들 수 있다.



[0056]

[0057] (식 중, R^3 은 상기와 같으며, y 는 정수, z 는 정수, $a1$ 은 0 또는 1, 단 z 및 $a1$ 은 $z+2 \times a1 \geq 3$ 을 충족시키는 수이다.)

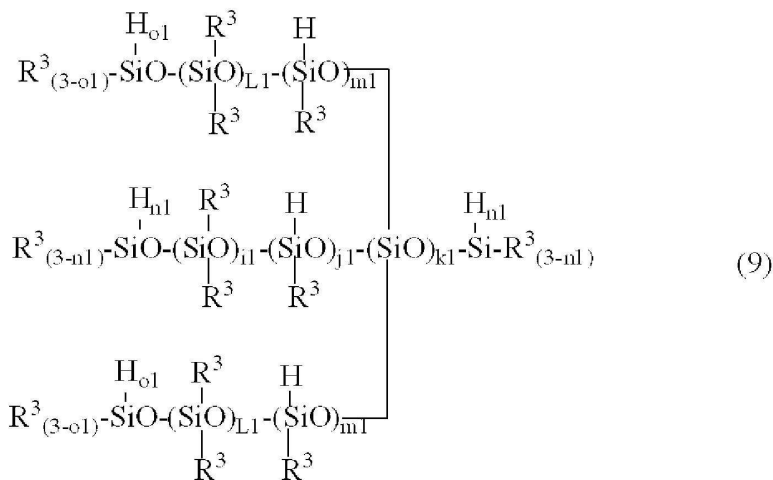
[0058] 분자 구조로서는, 예를 들면, $\text{R}^3\text{SiO}_{3/2}$ 의 단위에 의해 분지되어 있는 하기의 일반식으로 표시되는 것을 들 수 있다.



[0059]

[0060] (식 중, R^3 은 상기와 같으며, $b1$ 은 정수, $c1$ 은 0 또는 정수, $d1$ 은 정수, $e1$ 은 정수, $f1$ 은 0 또는 정수, $g1$ 은 0 또는 1, $h1$ 은 0 또는 1, 단 $c1, f1, g1$ 및 $h1$ 은 $c1+d1 \times f1+2 \times g1+d1 \times h1 \geq 3$ 을 충족시키는 수이다.)

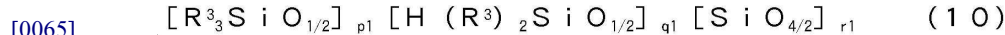
[0061] $\text{SiO}_{4/2}$ 의 단위에 의해 분지되어 있는 구조로서는, 예를 들면, 하기의 일반식으로 표시되는 것을 들 수 있다.



[0062]

[0063] (식 중, R^3 은 상기와 같으며, $i1$ 은 정수, $j1$ 은 0 또는 정수, $k1$ 은 정수, $L1$ 은 정수, $m1$ 은 0 또는 정수, $n1$ 은 0 또는 1, $o1$ 은 0 또는 1, 단 $j1, m1, n1$ 및 $o1$ 은 $j1+2 \times k1 \times m1+2 \times n1+2 \times k1 \times o1 \geq 3$ 을 충족시키는 수이다.)

[0064] 또한, 하기의 단위식 (10)으로 표시되고, 1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 것을 들 수 있다.

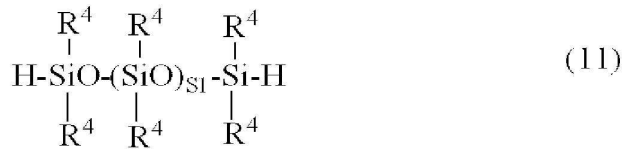


[0065]

[0066] (식 중, R^3 은 상기와 같으며, $p1$ 은 0 또는 정수, $q1$ 은 정수 $r1$ 은 정수이다.)

[0067] (A-3)

[0068] 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 갖는 직쇄상의 디오가노하이드로젠폴리실록산으로서 1종 단독으로 또는 2종 이상을 적당히 조합하여 사용할 수 있다. 예를 들면, 1분자 중의 히드로실릴기가 2개인 것, 구체적으로는 하기 일반식 (11)의 것을 들 수 있다.



[0069]

[0070]

(식 중의 R⁴는 독립적으로 알케닐기를 제외한, 치환 또는 비치환의 탄소수 1~30의 1가의 탄화수소기이다. sl은 5~1,000의 정수이며, 바람직하게는 10~500의 정수이다.)

[0071]

또한, R⁴로서는 R¹과 동일한 것이 예시된다.

[0072]

(A-1) 성분의 알케닐기 함유 오가노폴리실록산 및 (A-2) 성분의 1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산은 특히 점도는 한정되지 않고, 또한 고체상의 것도 포함하고 있어도 된다. (A-3) 성분의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디오가노하이드로젠폴리실록산은 25℃에서의 동점도가 10,000mm²/s 이하인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 1,000mm²/s 이하이다. 하한은 특별히 한정되지 않지만, 5mm²/s 이상으로 할 수 있다. (A-1) 성분, (A-2) 성분 및 (A-3) 성분의 혼합 용해액은 25℃에서의 동점도 10,000mm²/s 이하인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 1,000mm²/s 이하이다. 하한은 특별히 한정되지 않지만, 5mm²/s 이상으로 할 수 있다. 동점도가 10,000mm²/s를 초과하면, 후술하는 제조 방법에 있어서, 입경을 작게 하는 것이 어렵게 될 우려가 있다. 또한, 본 발명에 있어서, 동점도는 오스왈드 점도계에 의한 25℃의 측정값이다.

[0073]

(A-1) 성분의 알케닐기 함유 오가노폴리실록산과, (A-2) 성분의 1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산 및 (A-3) 성분의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디오가노하이드로젠폴리실록산과의 질량비는 (A-1) 성분의 알케닐기 1몰에 대한 (A-2) 성분 및 (A-3) 성분의 합계의 히드로실릴기의 몰수가 0.5~2.0이 되는 범위가 바람직하고, 보다 바람직하게는 0.8~1.5의 범위이다.

[0074]

(A-2) 성분의 1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산과 (A-3) 성분의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디오가노하이드로젠폴리실록산의 질량비에 대해서는, (A-3) 성분의 비율이 지나치게 낮아지면, 얻어지는 피막은 신율이 없고 부서지기 쉬운 것으로 될 우려가 있고, (A-3) 성분의 비율이 지나치게 높아지면 피막이 형성되지 않고, 겔상이나 액상체가 될 우려가 있다. 비율의 점에서는, (A-2) 성분과 (A-3) 성분의 질량비 (A-2):(A-3)은 일률적으로 말할 수 없지만, 5:95~90:10의 범위가 바람직하고, 10:90~80:20의 범위가 보다 바람직하다.

[0075]

[백금족 금속계 촉매]

[0076]

(A) 성분의 실리콘 엘라스토머는 알케닐기 함유 오가노폴리실록산과 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응 생성물이지만, 이 알케닐기와 히드로실릴기의 부가 반응에는, 주지되어 있는 백금족 금속계 촉매를 사용할 수 있다. 예를 들면, 백금(백금족을 포함함), 로듐, 팔라듐 등의 백금족 금속 단체; H₂PtCl₄·k'H₂O, H₂PtCl₆·k'H₂O, NaHPtCl₆·k'H₂O, KHPtCl₆·k'H₂O, Na₂PtCl₆·k'H₂O, K₂PtCl₄·k'H₂O, PtCl₄·k'H₂O, PtCl₂, Na₂HPtCl₄·k'H₂O(단, 식 중, k'은 0~6의 정수이며, 바람직하게는 0 또는 6임) 등의 염화백금, 염화백금산 및 염화백금산염; 알코올 변성 염화백금산(미국 특허 제3,220,972호 명세서 참조); 염화백금, 염화백금산과 올레핀의 복합물(미국 특허 제3,159,601호 명세서, 동 제3,159,662호 명세서, 동 제3,775,452호 명세서 참조), 염화백금산과 비닐기 함유 실록산의 복합물, 백금과 비닐기 함유 실록산의 복합물; 백금족, 팔라듐 등의 백금족 금속을 알루미늄, 실리카, 카본 등의 담체에 담지시킨 것; 로듐-올레핀 복합물; 클로로트리스(트리페닐포스핀)로듐(윌킨슨 촉매) 등을 들 수 있다.

[0077]

백금족 금속계 촉매의 배합량은 부가 반응을 진행하기 위한 유효량이면 된다. 예를 들면, 백금을 함유하는 촉매에서는, (A-1) 성분, (A-2) 성분 및 (A-3) 성분의 합계 질량에 대한 촉매 중의 백금의 질량 환산량이 0.1~100ppm(질량) 정도, 바람직하게는 0.5~50ppm 정도, 더욱 바람직하게는 1~30ppm 정도가 되는 양이다.

[0078]

(A) 성분의 실리콘 엘라스토머는 실리콘 오일, 실리콘 레진, 오가노실란, 무기계 분말, 유기계 분말, 산화방지제 등을 함유하고 있어도 된다.

[0079]

(A) 성분의 실리콘 엘라스토머는 특정 알케닐기 함유 오가노폴리실록산 (A-1)과, 특정 히드로실릴기를 갖는 오

가노폴리실록산 (A-2) 및 (A-3)의 부가 반응 생성물인 실리콘 엘라스토머이며, 사용하는 (A-1)~(A-3) 성분, 그 비율에 따라, 얻어지는 실리콘 엘라스토머의 구조가 복잡하게 결정된다.

[0080] (A) 성분의 알케닐기 함유 오가노폴리실록산과 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응 생성물이며, 물에 분산된 상태이기 때문에, 입자상이다. 그 체적평균 입경은 $10\mu\text{m}$ 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 $1\mu\text{m}$ 이하이다. 하한은 특별히 한정되지 않지만, $0.1\mu\text{m}$ 이상으로 할 수도 있다. 체적평균 입경이 $10\mu\text{m}$ 보다 크면, 형성되는 피막은 신율이 없고, 깨지기 쉬워진다. 또한, 본 발명에 있어서, 체적평균 입경은 레이저 회절/산란법 입경 측정법(장치)에 의한 측정이다.

[0081] [(B) 성분]

[0082] 본 발명에 있어서, (B) 성분의 음이온성 계면활성제는 수성 실리콘 분산액에서의 (A) 성분의 실리콘 엘라스토머의 분산제로서 기능하는 한편, 후술하는 (A) 성분의 원료인 알케닐기 함유 오가노폴리실록산과 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산의 유화에 있어서의 유화제이다. 음이온성 계면활성제는 1종 단독으로 또는 2종 이상을 적당히 조합하여 사용할 수 있다.

[0083] 음이온성 계면활성제로서는, 예를 들면, 라우릴황산나트륨 등의 알킬황산에스테르염, 폴리옥시에틸렌알킬에테르 황산에스테르염, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르황산에스테르염, 지방산 알킬올아미드의 황산 에스테르염, 알킬 벤젠술포산염, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르술포산염, α -올레핀술포산염, α -술폰지방산에스테르염, 알킬나프탈렌술포산염, 알킬디페닐에테르디술포산염, 알칸술포산염, N-아실타우린산염, 디알킬술폰숙신산염, 모노알킬술폰숙신산염, 폴리옥시에틸렌알킬에테르술폰숙신산염, 지방산염, 폴리옥시에틸렌알킬에테르카르복실산염, N-아실아미노산염, 모노알킬인산에스테르염, 디알킬인산에스테르염, 폴리옥시에틸렌알킬에테르인산에스테르염 등을 들 수 있다. 엘라스토머 피막의 신율이나 인장 강도의 점에서, 알킬황산에스테르염이 바람직하다.

[0084] (B) 성분의 배합량은, (A) 성분의 실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.1~5질량부이며, 바람직하게는 0.5~2질량부이다. 5질량부보다 많으면 얻어지는 피막은 신율이 없는 부서지기 쉬운 것이 되고, 0.1질량부보다 적으면 후기하는 (A) 성분의 원료의 유화로, 입경이 커지거나, 유화할 수 없게 된다.

[0085] [(C) 성분]

[0086] 본 발명에 있어서, (C) 성분의 비이온성 계면활성제는 수성 실리콘 분산액에 있어서의 (A) 성분의 실리콘 엘라스토머의 분산제로서 기능하는 한편, 후술하는 (A) 성분의 원료인 알케닐기 함유 오가노폴리실록산과 히드로실릴기를 갖는 오가노폴리실록산의 유화에 있어서의 유화제나 백금족 금속계 촉매의 분산제이다.

[0087] 비이온성 계면활성제로서는, 예를 들면, 폴리옥시에틸렌알킬에테르, 폴리옥시에틸렌폴리옥시프로필렌알킬에테르, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르, 폴리에틸렌글리콜 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌소르비탄지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌소르비톨 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌글리세린지방산 에스테르, 폴리글리세린지방산 에스테르, 프로필렌글리콜 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌피마자유, 폴리옥시에틸렌 경화 피마자유, 폴리옥시에틸렌 경화 피마자유 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌알킬아민, 폴리옥시에틸렌지방산 아미드, 폴리옥시에틸렌 변성 오가노폴리실록산, 폴리옥시에틸렌 폴리옥시프로필렌 변성 오가노폴리실록산 등을 들 수 있다. 비이온성 계면활성제는 1종을 단독으로 또는 2종 이상을 병용할 수 있다. 2종 이상을 병용하는 경우에는, 소르비탄 지방산 에스테르, 글리세린지방산 에스테르 등의 폴리에테르를 함유하지 않는 비이온성 계면활성제도 병용해도 된다.

[0088] 또한, 본 발명에 있어서 비이온성 계면활성제는 임의 성분이며, 조막성을 저하시키기 때문에, 적은 편이 바람직하다. (C) 성분의 배합량은, (A) 성분의 실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0~2질량부이며, 바람직하게는 0~1질량부, 보다 바람직하게는 0~0.5질량부이다.

[0089] [(D) 성분]

[0090] 본 발명에 있어서, (D) 성분의 콜로이드실리카는 얻어지는 실리콘 엘라스토머 피막의 신율이나 인장 강도를 향상시키는 기능이 있다. 콜로이드실리카는 나노 사이즈의 실리카이며, 그 입경은 10~300nm가 바람직하고, 보다 바람직하게는 10~50nm이다. 또한, 입경의 측정은 투과형 전자 현미경 관찰에 의한 것이다.

[0091] 본 발명에 있어서, 콜로이드실리카는 물에 분산된 타입의 소위 실리카졸을 사용한다. 그 수분산액 중의 콜로이드실리카의 농도는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 10~60질량%이다. 그 pH는 특별히 한정되지 않지만, 피부에 적용되는 경우 등을 고려하면, 4~10의 범위가 바람직하다.

- [0092] 또한, 본 발명에 있어서 (D) 성분은 임의 성분이며, (D) 성분의 배합량은, (A) 성분의 실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0~35질량부이며, 바람직하게는 0~25질량부이다. 35질량부보다 많으면, 얻어지는 피막은 신율이 없는 부서지기 쉬운 것이 된다. 배합하는 경우에는, (A) 성분의 실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여 5질량% 이상으로 해도 된다.
- [0093] [(E) 성분]
- [0094] 본 발명에 있어서, (E) 성분의 수는 (A) 성분의 실리콘 엘라스토머 및 (D) 성분의 콜로이드실리카의 분산매이다. (E) 성분의 배합량은 (A) 성분과 (D) 성분의 합계 100질량부에 대하여 15~200질량부이며, 25~150질량부가 바람직하다. 200질량부보다 많다고, 건조 속도가 느려져 피막 형성에 시간이 걸리고, 15질량부보다 적으면, 수성 실리콘 분산액의 점도가 높아져, 제조가 곤란하게 되거나 취급하기 어려워진다.
- [0095] [그 밖의 성분]
- [0096] 본 발명의 수성 실리콘 분산액에는, (A) 성분의 분산성을 향상시킬 목적 등에서, 수용성 고분자 화합물을 포함하고 있어도 된다. 수용성 고분자 화합물은 특별히 한정되지 않고, 비이온성 수용성 고분자 화합물, 음이온성 수용성 고분자 화합물, 양이온성 수용성 고분자 화합물, 및 양쪽 이온성 수용성 고분자 화합물을 들 수 있다.
- [0097] 비이온성 수용성 고분자 화합물로서는, 예를 들면, 비닐알코올과 아세트산 비닐의 공중합체, 아크릴아미드의 중합체, 비닐피롤리돈의 중합체, 비닐피롤리돈과 아세트산 비닐의 공중합체, 폴리에틸렌글리콜, 아이소프로필아크릴아미드의 중합체, 메틸비닐에테르의 중합체, 전분, 메틸셀룰로오스, 히드록시에틸셀룰로오스, 히드록시프로필셀룰로오스, 구아검, 크산탄검 등을 들 수 있다.
- [0098] 음이온성 수용성 고분자 화합물로서는, 예를 들면, 아크릴산 나트륨의 중합체, 아크릴산 나트륨과 말레산 나트륨의 공중합체, 아크릴산 나트륨과 아크릴아미드의 공중합체, 스티렌술폰산 나트륨의 중합체, 폴리이소프렌술폰산 나트륨과 스티렌의 공중합체, 나프탈렌술폰산 나트륨의 중합체, 카르복시메틸 전분, 인산 전분, 카르복시메틸셀룰로오스, 알긴산 나트륨, 아라비아검, 카라기난, 콘드로이틴황산 나트륨, 히알루론산 나트륨 등을 들 수 있다.
- [0099] 양이온성 수용성 고분자 화합물로서는, 예를 들면, 디메틸디알릴암모늄클로라이드의 중합체, 비닐이미다졸린의 중합체, 메틸비닐이미다졸륨클로라이드의 중합체, 아크릴산에틸트리메틸암모늄클로라이드의 중합체, 메타크릴산에틸트리메틸암모늄클로라이드의 중합체, 아크릴아미드프로필트리메틸암모늄클로라이드의 중합체, 메타크릴아미드프로필트리메틸암모늄클로라이드의 중합체, 에피클로로히드린/디메틸아민 중합체, 에틸렌이민의 중합체, 에틸렌이민의 중합체의 4차화물, 알릴아민염산염의 중합체, 폴리리신, 양이온 전분, 양이온화 셀룰로오스, 키토산, 및 이것들에 비이온성 기나 음이온성 기를 갖는 모노머를 공중합하는 등 한 이것들의 유도체 등을 들 수 있다.
- [0100] 양쪽 이온성 수용성 고분자 화합물로서는, 예를 들면, 아크릴산 에틸트리메틸암모늄클로라이드와 아크릴산과 아크릴아미드의 공중합체, 메타아크릴산 에틸트리메틸암모늄클로라이드와 아크릴산과 아크릴아미드의 공중합체, 아크릴아미드의 중합체의 호프만 분해물 등을 들 수 있다.
- [0101] 본 발명의 수성 실리콘 분산액에는, 방균방부제나 향균제를 포함하고 있어도 된다. 방균방부제로서는 파라옥시벤조산 알킬에스테르, 벤조산, 벤조산 나트륨, 소르브산, 소르브산 칼륨, 페녹시에탄올 등, 향균제로서는 벤조산, 살리실산, 석탄산, 소르브산, 파라옥시벤조산 알킬에스테르, 파라클로로메타크레졸, 헥사클로로펜, 염화벤잘코늄, 염화클로로헥시딘, 트리클로로카르바닐리드, 감광소, 페녹시에탄올 등을 들 수 있다.
- [0102] [제조 방법]
- [0103] 본 발명의 수성 실리콘 분산액은 (A) 성분의 원료인 알케닐기 함유 오가노폴리실록산((A-1))과 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산((A-2) 및 ((A-3)))을, (B) 성분의 음이온성 계면활성제를 사용하여 (E) 성분의 물에 유화한 후, 백금족 금속계 촉매를 첨가하고, 부가 반응을 행함으로써 제조할 수 있다. 유화시에, (C) 성분의 비이온성 계면활성제를 배합해도 된다.
- [0104] 유화는 일반적인 유화 분산기를 사용하여 행하면 된다. 이 유화 분산기로서는, 예를 들면, 호모디스퍼 등의 고속 회전 원심 방사형 교반기, 호모 믹서 등의 고속 회전 전단형 교반기, 압력식 호모지나이저 등의 고압 분사식 유화 분산기, 콜로이드 밀, 초음파 유화기 등을 들 수 있다.
- [0105] (A) 성분의 실리콘 엘라스토머 중에, 실리콘 오일, 실리콘 레진, 오가노실란, 무기계 분말, 유기계 분말이나 산화방지제를 함유시키는 경우에는, 미리 (A) 성분의 원료와 이것들을 혼합해 두면 된다.

- [0106] 백금족 금속계 촉매는 상기한 바와 같이 유화 공정 후에 첨가해도 되지만, 미리 (A) 성분의 원료에 용해시켜 두어도 된다. 백금족 금속계 촉매를 유화 공정 후에 첨가하는 경우에는, 용매에 용해하여 첨가해도 된다. 또한 물에 대한 분산성이 나쁜 경우에는, 백금족 금속계 촉매를 (C) 성분의 비이온성 계면활성제에 용해한 상태에서 첨가하는 것이 좋다. 백금족 금속계 촉매를 미리 (A) 성분의 원료에 용해시켜 두는 경우에는, 유화 공정이 종료할 때까지의 사이에 부가 반응이 일어나지 않도록, 예를 들면, 5℃ 이하의 저온으로 냉각해 두는 것이 좋다. 부가 반응은, 상온, 예를 들면, 20~25℃에서 행할 수 있다. 반응이 완결되지 않는 경우에는, 100℃ 미만의 가열하에서 행해도 된다. 반응을 위한 교반 시간은 특별히 제한되지 않지만, 통상, 1~24시간이다.
- [0107] (D) 성분의 콜로이드실리카를 배합하는 경우에는, 상기한 바와 같이, 물을 분산매로 한 콜로이드실리카 분산액을 사용한다. 유화 공정의 뒤 또는 부가 반응 공정의 뒤에 첨가하는 것이 바람직하다.
- [0108] [수성 실리콘 분산액]
- [0109] 본 발명의 수성 실리콘 분산액에는, (A) 1분자 중에 2개 이상의 알케닐기를 갖는 알케닐기 함유 오가노폴리실록산 (A-1)과, 1분자 중에 3개 이상의 히드로실릴기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산 (A-2) 및 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 갖는 직쇄상의 디오가노하이드로젠폴리실록산 (A-3)과의 부가 반응 생성물인 실리콘 엘라스토머가 분산되어 있다. 또한 분산액의 pH는 특별히 한정되지 않지만, 피부에 적용되는 점에서, 4~10의 범위가 바람직하다. 또한, 본 발명에 있어서, 「수성」이란 물로 용이하게 희석할 수 있는 것을 의미한다.
- [0110] [엘라스토머 피막]
- [0111] 본 발명의 수성 실리콘 분산액은 상온 건조에 의해 엘라스토머 피막을 형성한다. 엘라스토머 피막은 끈적거림이 있어도 되지만, 겔 상태는 아니다. 건조 온도는 1~250℃에서 적당히 선정되고, 25℃ 등의 실온에서도 피막을 형성할 수 있다. 건조 시간은 수 초~1주일이 바람직하다.
- [0112] 엘라스토머 피막의 고무 경도, 절단시 신율, 절단시 인장강도는 이하와 같다. 고무 경도가 지나치게 낮거나, 신율이 지나치게 낮거나, 인장강도가 지나치게 낮거나 하면, 예를 들면, 수성 실리콘 분산액을 팩 화장료에 사용한 경우, 피부로부터 막 상태로 박리하는 것이 곤란해질 것으로 생각되고, 또한 속눈썹용 화장료에 사용한 경우, 문지름에 의해 용이하게 탈락해 버릴 것으로 생각된다.
- [0113] [엘라스토머 시트의 제작 방법]
- [0114] 폴리프로필렌제 트레이에, 건조 후의 두께가 약 1mm가 되는 양의 수성 실리콘 분산액을 부어 넣고, 25℃에서 48시간 건조하여, 엘라스토머 시트를 제작한다.
- [0115] [고무 경도]
- [0116] 상기 방법으로 제작한 엘라스토머 시트에 대하여, JIS K 6251에 규정되는 방법으로, 타입 A의 듀로미터 시험기의 고무 경도를 측정한다. 타입 A의 듀로미터 시험기의 고무 경도가 10 미만인 경우에는, 일본고무협회 표준규격(SRIS)에 규정되는 방법으로, 아스커 C 시험기의 고무 경도를 측정한다. 엘라스토머 시트의 아스커 C 시험기의 고무 경도는 5 이상이 바람직하고, 30 이상이 보다 바람직하다. 상한은 특별히 한정되지 않지만, 타입 A의 듀로미터 시험기의 고무 경도 60 이하로 할 수도 있다.
- [0117] [절단시 신율, 절단시 인장강도]
- [0118] 엘라스토머 시트의 덤벨 형상 3호형 시험편의 절단시 신율(JIS K 6251에 규정된 시험 방법)은 20% 이상이 바람직하고, 50% 이상이 보다 바람직하다. 상한은 특별히 한정되지 않지만, 1,000% 이하로 할 수도 있다. 엘라스토머 시트의 절단시 인장강도(JIS K 6251에 규정된 시험 방법)는 0.05MPa 이상이 바람직하고, 0.10MPa 이상이 보다 바람직하다. 상한은 특별히 한정되지 않지만, 5.0MPa 이하로 할 수도 있다.
- [0119] [용도]
- [0120] 본 발명의 수성 실리콘 분산액은 신율 및 강도가 있는 실리콘 엘라스토머의 피막을 상온 건조로 신속하게 형성할 수 있고, 특히 아미노기나 에폭시기를 함유하지 않고 피부에의 안전성이 염려되지 않으므로, 파운데이션(고형, 액상 모두를 포함함), 세도우, 립스틱, 립크림, 치크, 아이브로우, 아이라인 등의 메이크업 화장료, 팩 화장료, 마스크라 등의 속눈썹용 화장료 등에 배합할 수 있다. 또한, 메이크업 화장료의 내옴김성제, 피막 형성성의 팩 화장료의 피막 형성제, 속눈썹용 화장료의 미끄럼성이나 볼륨 부여제 등으로서 유용하다. 수성 실리콘 분산액의 화장료 중의 배합량은 특별히 한정되지 않지만, 10~95질량%의 범위에서 적당하게 배합된다. 화장료에 사용하는 경우에는, 피막이 형성되는 대상으로서는 피부, 모발, 손톱, 속눈썹 등을 들 수 있다. 또한 종이

의 발수제, 방수제, 박리제, 섬유 제품의 발수제, 촉감 개량제, 콘크리트, 모르타르, 목재의 발수제, 방수제, 산화티탄 입자 등의 무기 입자를 함유한 코팅제 바인더 등의 용도를 들 수 있다.

[0121] 실시예

[0122] 이하, 실시예 및 비교예를 제시하여, 본 발명을 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 하기의 실시예에 제한되는 것은 아니다. 또한, 하기 실시예 중, 동점도는 오스왈드 점도계에 의해 25℃에서 측정된 값이며, 농도 및 함유율을 의미하는 「%」는 「질량%」를 나타낸다.

[0123] 또한, 「엘라스토머 시트의 제작 방법, 고무 경도, 절단시 신율, 절단시 인장강도의 측정 방법」은 이하와 같다.

[0124] [엘라스토머 시트의 제작 방법]

[0125] 폴리프로필렌제 트레이에, 건조 후의 두께가 약 1mm가 되는 양의 수성 실리콘 분산액을 부어 넣고, 25℃에서 48시간 건조하여, 엘라스토머 시트를 제작했다.

[0126] [고무 경도의 측정 방법]

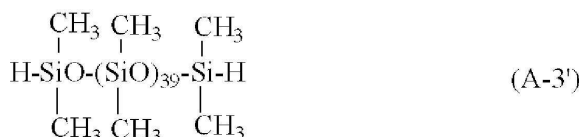
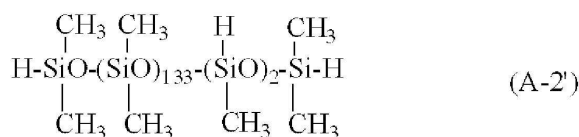
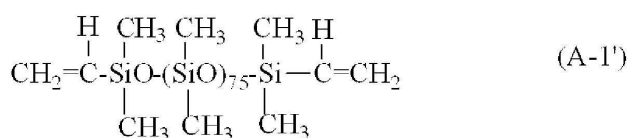
[0127] 트레이로부터 엘라스토머 시트를 벗기고, JIS K 6251에 규정되는 방법으로, 타입 A의 듀로미터 시험기의 고무 경도를 측정했다. 타입 A의 듀로미터 시험기의 고무 경도가 10 미만인 경우에는, 일본고무협회 표준규격(SRIS)에 규정되는 방법으로, 아스커 C 시험기의 고무 경도를 측정했다.

[0128] [절단시 신율, 절단시 인장강도의 측정 방법]

[0129] JIS K 6251에 규정되는 방법으로, 덤벨 형상 3호형 시험편의 절단시 신율 및 절단시 인장강도를 시험했다.

[0130] [실시예 1]

[0131] 하기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 130mm²/s, 비닐기량이 0.035mol/100g의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 271g, 하기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 430mm²/s, 히드로실릴기량이 0.040mol/100g의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 137g, 및 하기 식 (A-3')으로 표시되는, 동점도가 35mm²/s, 히드로실릴기량이 0.066mol/100g의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산 92g을, 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 하기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 하기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 하기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기의 합계는 1.22개이다. 또한 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 질량비((A-2'):(A-3'))는 60:40이다.



[0132]

- [0133] 이어서, 라우틸황산나트륨 5g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 1.0질량부가 되는 양)과 물 130g을 가하고, 호모 믹서를 사용하여 8,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 증점이 확인되었고, 15분간 교반을 더 계속했다. 2,000rpm으로 교반하면서, 물 353g을 가하여 희석했다. 100MPa의 압력의 조건에서 호모지나이저에 통과시켜, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.
- [0134] 얻어진 에멀션 790g을 닛형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g과 폴리옥시에틸렌라우릴에터(에틸렌옥사이드 부가 물수=9물) 1.1g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.28질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동 온도에서 12시간 교반하여, 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 및 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행했다. 이어서, 향균제인 페녹시에탄올 8g을 첨가하고, 동 온도에서 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분의 합계 100질량부에 대하여, 96.6질량부이었다.
- [0135] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적 평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 900nm이었다.
- [0136] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 있는 시트가 얻어졌다. 아스커 C 고무 경도는 8, 절단시 신율은 65%, 절단시 인장강도는 0.08MPa이었다.
- [0137] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약 2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀려서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.
- [0138] [실시예 2]
- [0139] 실시예 1과 동일하게 하여 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이드실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠바이카세이(주)제) 53g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이드실리카 5.3질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에 있어서의 물의 양은, 상기 (A) 성분과 콜로이드실리카와의 합계 100질량부에 대하여, 96.9질량부이었다.
- [0140] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 시트는 점착성이 있는 것이었다. 아스커 C 고무 경도는 26, 절단시 신율은 130%, 절단시 인장강도는 0.15MPa이었다.
- [0141] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약 2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀려서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.
- [0142] [실시예 3]
- [0143] 실시예 1과 동일하게 하여 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이드실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠바이카세이(주)제) 111g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이드실리카 11.1질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분과 콜로이드실리카와의 합계 100질량부에 대하여, 100.8질량부이었다.
- [0144] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 있는 시트가 얻어졌다. 타입 A 듀로미터 고무 경도는 16, 절단시 신율은 230%, 절단시 인장강도는 0.36MPa이었다.
- [0145] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약 2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 바람에 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀려서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.
- [0146] [실시예 4]
- [0147] 실시예 1과 동일하게 하여 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이드실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠바이카세이(주)제) 177g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이드실리카 17.7질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분과 콜로이드실리카와의 합계 100질량부에 대하여, 103.6질량부이었다.

- [0148] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 시트가 얻어졌다. 타입 A 듀로미터 고무 경도는 32, 절단시 신율은 270%, 절단시 인장강도는 0.81MPa이었다.
- [0149] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀려서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.
- [0150] [실시에 5]
- [0151] 상기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 $130\text{mm}^2/\text{s}$, 비닐기량이 $0.035\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 235g, 하기 단위식
- [0152] $[(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}]_t[\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{1/2}]_u[\text{SiO}_{4/2}]_v$
- [0153] (식 중, $t:u:v=36:6:58$)
- [0154] 으로 표시되는 고체상이며 비닐기량이 $0.086\text{mol}/100\text{g}$ 의 비닐기를 함유하는 폴리실록산 레진 25g, 상기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 $430\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.040\text{mol}/100\text{g}$ 의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 119g, 및 상기 식 (A-3')으로 표시되는, 동점도가 $35\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.066\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산 121g을, 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기의 합계는 1.22개이다. 또한, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 질량비((A-2'):(A-3'))는 50:50이다.
- [0155] 이어서, 라우릴황산나트륨 5g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 1.0질량부가 되는 양)과 물 130g을 가하고, 호모 믹서를 사용하여 8,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 증점이 확인되었고, 15분간 교반을 더 계속했다. 2,000rpm으로 교반하면서, 물 353g을 가하여 희석했다. 100MPa의 압력의 조건에서 호모지나이저에 통과시켜, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.
- [0156] 얻어진 에멀션 790g을 닷형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g과 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 1.1g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.28질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동 온도에서 12시간 교반하고, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 및 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행했다. 이어서, 항균제인 페녹시에탄올 8g을 첨가하고, 동 온도에서 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은 상기 (A) 성분 100질량부에 대하여, 96.6질량부이었다.
- [0157] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)를 사용하여 측정한 바, 780nm이었다.
- [0158] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 있는 시트가 얻어졌다. 아스커 C 고무 경도는 12, 절단시 신율은 130%, 절단시 인장강도는 0.14MPa이었다.
- [0159] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀려서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.
- [0160] [실시에 6]
- [0161] 실시예 5와 동일하게 하여 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이달실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠바이카세이(주)제) 177g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이달실리카 17.7질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에 있어서의 물의 양은, 상기 (A) 성분과 콜로이달실리카와의 합계 100질량부에 대하여, 103.6질량부이었다.

- [0162] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 있는 시트가 얻어졌다. 타입 A 듀로미터 고무 경도는 22, 절단시 신율은 540%, 절단시 인장강도는 0.80MPa이었다.
- [0163] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀러서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.
- [0164] [실시에 7]
- [0165] 상기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 $130\text{mm}^2/\text{s}$, 비닐기량이 0.035mol/100g의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 266g, 상기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 $430\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 0.040mol/100g의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 162g, 및 상기 식 (A-3')으로 표시되는, 동점도가 $35\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 0.066mol/100g의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산 72g을 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기의 합계는 1.21개이다. 또한, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 질량비((A-2'):(A-3'))는 69:31이다.
- [0166] 이어서, 라우릴황산나트륨 5g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 1.0질량부가 되는 양)과 물 130g을 가하고, 호모 믹서를 사용하여 8,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 증점이 확인되었고, 15분간 교반을 더 계속했다. 2,000rpm으로 교반하면서, 물 353g을 가하여 희석했다. 100MPa의 압력의 조건에서 호모지나이저에 통과시켜, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.
- [0167] 얻어진 에멀션 790g을 닛형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g과 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 1.1g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.28질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동 온도에서 12시간 교반하여, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 및 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행했다. 이어서, 향균제인 페녹시에탄올 8g을 첨가하고, 동온도에서 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다.
- [0168] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 850nm이었다.
- [0169] 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이드달실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠바이카세이(주)제) 53g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이드달실리카 5.3질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은 상기 (A) 성분과 콜로이드달실리카와의 합계 100질량부에 대하여, 96.9질량부이었다.
- [0170] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 시트가 얻어졌다. 타입 A 듀로미터 경도는 13, 절단시 신율은 25%, 절단시 인장강도는 0.11MPa이었다.
- [0171] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀러서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.
- [0172] [실시에 8]
- [0173] 상기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 $130\text{mm}^2/\text{s}$, 비닐기량이 0.035mol/100g의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 275g, 상기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 $430\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 0.040mol/100g의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 112g, 및 상기 식 (A-3')으로 표시되는, 동점도가 $35\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 0.066mol/100g의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의

디메틸하이드로젠폴리실록산 113g을, 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 상기 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 상기 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기의 합계는 1.24개이다. 또한 상기 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 질량비((A-2'):(A-3'))는 50:50이다.

[0174] 이어서, 라우릴황산나트륨 5g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 1.0질량부가 되는 양)과 물 130g을 가하고, 호모 믹서를 사용하여 8,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 증점이 확인되었고, 또한, 15분간 교반을 계속했다. 2,000rpm으로 교반하면서, 물 353g을 가하여 희석했다. 100MPa의 압력의 조건에서 호모지나이저에 통과시켜, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.

[0175] 얻어진 에멀션 790g을 닛형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g과 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 1.1g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.28질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동 온도에서 12시간 교반하여, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 및 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행했다. 이어서, 항균제인 페녹시에탄올 8g을 첨가하고, 동 온도에서 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다.

[0176] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 830nm이었다.

[0177] 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이달실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠바이카세이(주)제) 177g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이달실리카 17.7질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은 상기 (A) 성분과 콜로이달실리카의 합계 100질량부에 대하여, 103.6질량부이었다.

[0178] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 시트가 얻어졌다. 타입 A 듀로미터 경도는 32, 절단시 신율은 270%, 절단시 인장강도는 0.81MPa이었다.

[0179] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀러서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.

[0180] [실시예 9]

[0181] 상기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 $130\text{mm}^2/\text{s}$, 비닐기량이 $0.035\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 325g, 상기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 $430\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.040\text{mol}/100\text{g}$ 의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 172g, 및 상기 식 (A-3')으로 표시되는, 동점도가 $35\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.066\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산 103g을, 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 상기 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 상기 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기의 합계는 1.20개이다. 또한 상기 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기의 질량비((A-2'):(A-3'))는 63:37이다.

[0182] 이어서, 라우릴황산나트륨 6g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 1.0질량부가 되는 양), 항균제인 페녹시에탄올 10g, 및 물 160g을 가하고, 호모 믹서를 사용하여 8,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 증점이 확인되었고, 15분간 교반을 더 계속했다. 2,000rpm으로 교반하면서, 물 222g을 가하여 희석했다. 100MPa의 압력의 조건에서 호모지나이저에 통과시켜, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.

[0183] 얻어진 에멀션 798g을 닛형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g

과 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 0.6g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.13질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동 온도에서 12시간 교반하여, 상기 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 상기 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 및 상기 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다.

[0184] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 630nm이었다.

[0185] 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이달실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠바이카세이(주)제) 212g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이달실리카 17.7질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분 간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분과 콜로이달실리카의 합계 100질량부에 대하여, 76.6질량부이었다.

[0186] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 시트가 얻어졌다. 타입 A 듀로미터 경도는 42, 절단시 신율은 200%, 절단시 인장강도는 1.1MPa이었다.

[0187] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약 2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀러서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.

[0188] [실시에 10]

[0189] 상기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 $130\text{mm}^2/\text{s}$, 비닐기량이 $0.035\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 275g, 상기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 $430\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.040\text{mol}/100\text{g}$ 의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 112g, 및 상기 식 (A-3')으로 표시되는, 동점도가 $35\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.066\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산 113g을, 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 상기 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 상기 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기의 합계는 1.24개이다. 또한 상기 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 질량비((A-2'):(A-3'))는 50:50이다.

[0190] 이어서, 라우릴황산나트륨 10g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 2.0질량부가 되는 양)과 물 130g을 가하고, 호모 믹서를 사용하여 8,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 증점이 확인되었고, 또한, 15분간 교반을 계속했다. 2,000rpm으로 교반하면서, 물 348g을 가하여 희석했다. 100MPa의 압력의 조건에서 호모지나이저에 통과시켜, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.

[0191] 얻어진 에멀션 790g을 닛형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g과 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 1.1g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.28질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동 온도에서 12시간 교반하여, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 및 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행했다. 이어서, 항균제인 페녹시에탄올 8g을 첨가하고, 동 온도에서 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다.

[0192] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 670nm이었다.

[0193] 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이달실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠바이카세이(주)제) 177g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이달실리카 17.7질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분 간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에 있어서의 물의 양은, 상기 (A) 성분과 콜로이달실리카와의 합계 100질량부에 대하여, 103.8질량부이었다.

- [0194] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 시트가 얻어졌다. 타입 A 듀로미터 경도는 32, 절단시 신율은 120%, 절단시 인장강도는 0.67MPa이었다.
- [0195] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약 2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물이 비틀려서 탈락하였고, 부드러운 피막이 형성되어 있었다고 판단되었다.
- [0196] [비교예 1]
- [0197] 상기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 $130\text{mm}^2/\text{s}$, 비닐기량이 $0.035\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 244g, 및 상기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 $430\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.040\text{mol}/100\text{g}$ 의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 256g을 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 상기 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 상기 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기는 1.20개이다. 이 예는, 히드로실릴기를 함유하는 메틸폴리실록산에 있어서, 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸폴리실록산을 함유하지 않는 조성이다.
- [0198] 이어서, 라우릴 황산나트륨 5g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 1.0질량부가 되는 양)과 물 130g을 가하고, 호모 믹서를 사용하여 8,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 증점이 확인되었고, 15분간 교반을 더 계속했다. 2,000rpm으로 교반하면서, 물 353g을 가하여 희석했다. 100MPa의 압력의 조건에서 호모지나이저에 통과시켜, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.
- [0199] 얻어진 에멀션 790g을 닳형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g과 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 1.1g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.28질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동 온도에서 12시간 교반하여, 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행했다. 이어서, 항균제인 페녹시에탄올 10g을 첨가하고, 동 온도에서 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분 100질량부에 대하여, 96.6질량부이었다.
- [0200] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 850nm이었다.
- [0201] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 건조물이 얻어졌지만, 지나치게 부서지기 쉬워 시트로서 트레이로부터 벗길 수 없었다.
- [0202] [비교예 2]
- [0203] 상기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 $130\text{mm}^2/\text{s}$, 비닐기량이 $0.035\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 271g, 상기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 $430\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.040\text{mol}/100\text{g}$ 의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 137g, 및 상기 식 (A-3')으로 표시되는, 동점도가 $35\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실릴기량이 $0.066\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산 92g을, 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실릴기의 합계는 1.22개이다. 또한 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 질량비((A-2'):(A-3'))는 60:40이다.
- [0204] 이어서, 라우릴황산나트륨 45g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 9.0질량부가 되는 양)과 물 60g을 가하고, 호모디스퍼를 사용하여 4,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 그리스 상태로 되었고, 10분간 교반을 더 계속했다. 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반하면서, 물 383g을 가하여, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.
- [0205] 얻어진 에멀션 790g을 닳형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~

25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g과 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 1.1g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 0.28질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동 온도에서 12시간 교반하여, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 상기 식 (A-2')의 히드로실틸기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 및 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실틸기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행했다. 이어서, 항균제인 페녹시에탄올 10g을 첨가하고, 동 온도에서 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분 100질량부에 대하여, 88.6질량부이었다.

[0206] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 470nm이었다.

[0207] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 건조물이 얻어졌지만, 지나치게 부서지기 쉬워 시트로서 트레이로부터 벗길 수 없었다.

[0208] [비교예 3]

[0209] 비교예 1과 동일하게 하여 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이드실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛트쇼쿠바이카세이(주)제) 53g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이드실리카 5.3질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분과 콜로이드실리카의 합계 100질량부에 대하여, 91.7질량부이었다.

[0210] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 건조물이 얻어졌지만, 지나치게 부서지기 쉬워 시트로서 트레이로부터 벗길 수 없었다.

[0211] [비교예 4]

[0212] 실시예 1에서 사용한 라우릴황산나트륨 5g 대신에 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 5g을 사용한 것 외는 실시예 1과 동일한 방법으로, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분 100질량부에 대하여, 96.6질량부이었다.

[0213] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 720nm이었다.

[0214] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 건조물이 얻어졌지만, 지나치게 부서지기 쉬워 시트로서 트레이로부터 벗길 수 없었다.

[0215] [비교예 5]

[0216] 상기 식 (A-1')으로 표시되는, 동점도가 $130\text{mm}^2/\text{s}$, 비닐기량이 $0.035\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산 271g, 상기 식 (A-2')으로 표시되는, 동점도가 $430\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실틸기량이 $0.040\text{mol}/100\text{g}$ 의 히드로실틸기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 137g, 및 상기 식 (A-3')으로 표시되는, 동점도가 $35\text{mm}^2/\text{s}$, 히드로실틸기량이 $0.066\text{mol}/100\text{g}$ 의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실틸기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산 92g을, 용량 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반 용해시켰다. 여기에서, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 비닐기 1개에 대하여, 상기 식 (A-2')의 히드로실틸기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실틸기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 히드로실틸기의 합계는 1.22개이다. 또한 식 (2)의 히드로실틸기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산과 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실틸기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산의 질량비((A-2'):(A-3'))는 60:40이다.

[0217] 이어서, 라우릴황산나트륨 5g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 1.0질량부가 되는 양), 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 25g 및 물 40g을 가하고, 호모디스퍼를 사용하여 4,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 그리스 상태로 되었고, 10분간 교반을 더 계속했다. 호모 믹서를 사용하여 2,000rpm으로 교반하면서, 물 418g을 가하여, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.

[0218] 얻어진 에멀션 790g을 닛형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 20~25℃로 온도 조절한 후, 교반하에 백금-비닐기 함유 실록산 복합물의 이소도데칸 용액(백금 함유량 0.5%) 0.6g과 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(에틸렌옥사이드 부가 몰수=9몰) 1.1g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여,

0.28질량부가 되는 양)의 혼합 용해물을 첨가하고, 동일 온도에서 12시간 교반하여, 상기 식 (A-1')의 비닐기를 함유하는 디메틸폴리실록산과, 상기 식 (A-2')의 히드로실릴기를 함유하는 메틸하이드로젠폴리실록산 및 상기 식 (A-3')의 분자쇄 양쪽 말단에 히드로실릴기를 함유하는 직쇄상의 디메틸하이드로젠폴리실록산과의 부가 반응을 행했다. 이어서, 항균제인 페녹시에탄올 10g을 첨가하고, 동 온도에서 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분 100질량부에 대하여, 91.6질량부이었다.

[0219] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 660nm이었다.

[0220] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 건조물이 얻어졌지만, 지나치게 부서지기 쉬워 시트로서 트레이로부터 벗길 수 없었다.

[0221] [비교예 6]

[0222] 실시예 1과 동일하게 하여 얻어진 수성 실리콘 분산액에, 농도 40%의 콜로이드실리카 수분산액(상품명: COSMO S-40, 닛키쇼쿠마리카세이(주)제) 360g(실리콘 엘라스토머 100질량부에 대하여, 콜로이드실리카 36.0질량부가 되는 양)을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 (A) 성분과 콜로이드실리카의 합계 100질량부에 대하여, 109.8질량부이었다.

[0223] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 건조물이 얻어졌지만, 지나치게 부서지기 쉬워 시트로서 트레이로부터 벗길 수 없었다.

[0224] [비교예 7]

[0225] 옥타메틸시클로테트라실록산 500g, 유화제겸 중합 촉매로서 도데실벤젠술포산 30g, 및 물 170g을 1리터의 유리 비이커에 장입하고, 호모 믹서를 사용하여 8,000rpm으로 교반한 바, 수중유적형이 되어, 증점이 확인되었고, 15분간 교반을 더 계속했다. 2,000rpm으로 교반하면서, 물 300g을 가하여 희석했다. 30MPa의 압력의 조건에서 호모지나이저에 통과시켜, 균일한 백색 에멀션을 얻었다.

[0226] 얻어진 에멀션 800g을 닛형 교반 날개에 의한 교반 장치가 부착된 용량 2리터의 유리 플라스크에 옮기고, 70℃에서 6시간 반응시키고, 또한 15℃에서 12시간 숙성한 후, 10질량% 탄산나트륨 수용액 44g을 첨가하여, pH=6.2로 중화했다. 얻어진 에멀션의 폴리실록산분은 분자쇄 양쪽 말단에 수산기를 함유하는 디메틸폴리실록산이다. 이 에멀션에 이소프로필알코올을 가하여 에멀션을 파괴시켜, 분리한 폴리실록산의 복소 점성물을 측정한 바 $2.3 \times 10^6 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 이었다.

[0227] 얻어진 분자쇄 양쪽 말단에 수산기를 함유하는 디메틸폴리실록산의 에멀션 787g에, 교반하에 페닐트리에톡시실란 8g을 첨가하고, 1시간 교반한 후, 또한 촉합 촉매인 디옥틸주석디버사테이트의 에멀션(디옥틸주석디버사테이트 농도 42%) 4.8g, 및 항균제인 페녹시에탄올 8g을 첨가하고, 10분간 교반하여, 수성 실리콘 분산액을 얻었다. 수성 실리콘 분산액 중에서의 물의 양은, 상기 폴리실록산분과 페닐트리에톡시실란의 합계 100질량부에 대하여, 103.2질량부이었다.

[0228] 얻어진 수성 실리콘 분산액 중에 포함되는 실리콘 엘라스토머의 체적평균 입경을 레이저 회절/산란식 입자직경 분포 측정 장치 「LA-960」((주)호리바세사쿠쇼제)을 사용하여 측정한 바, 220nm이었다.

[0229] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 상기의 방법으로 건조한 바, 점착성이 없는 시트가 얻어졌다. 타입 A 듀로미터 고무 경도는 12, 절단시 신율은 860%, 절단시 인장강도는 0.60MPa이었다.

[0230] 얻어진 수성 실리콘 분산액을 손등에 스포이트를 사용하여 약 0.02g 떨어뜨리고, 손가락으로 직경 약 2cm의 크기로 펼쳤다. 3분간 풍건한 후, 손가락으로 강하게 문지르자, 고형물의 탈락은 없었고, 단시간의 건조에서는 경화 피막은 형성되지 않는 것이었다.