

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4880588号
(P4880588)

(45) 発行日 平成24年2月22日(2012.2.22)

(24) 登録日 平成23年12月9日(2011.12.9)

(51) Int. Cl. F I
A 6 1 K 8/89 (2006.01) A 6 1 K 8/89
A 6 1 Q 19/00 (2006.01) A 6 1 Q 19/00
A 6 1 K 8/898 (2006.01) A 6 1 K 8/898

請求項の数 4 (全 35 頁)

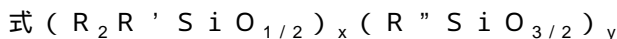
(21) 出願番号	特願2007-508391 (P2007-508391)	(73) 特許権者	596012272 ダウ・コーニング・コーポレーション
(86) (22) 出願日	平成17年4月5日(2005.4.5)		アメリカ合衆国48686ミシガン州ミド ランド、ウェスト・サルツバーグ・ロード 2200
(65) 公表番号	特表2007-532754 (P2007-532754A)	(74) 代理人	100110423 弁理士 曾我 道治
(43) 公表日	平成19年11月15日(2007.11.15)	(74) 代理人	100084010 弁理士 古川 秀利
(86) 国際出願番号	PCT/US2005/011705	(74) 代理人	100094695 弁理士 鈴木 憲七
(87) 国際公開番号	W02005/100444	(74) 代理人	100111648 弁理士 梶並 順
(87) 国際公開日	平成17年10月27日(2005.10.27)	(74) 代理人	100122437 弁理士 大宅 一宏
審査請求日	平成19年11月27日(2007.11.27)		
(31) 優先権主張番号	60/561, 623		
(32) 優先日	平成16年4月12日(2004.4.12)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 パーソナルケア製品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】



(式中、xおよびyが、0.05~0.95の値を有し、Rが、1~8個の炭素原子を有するアルキル基、アリール基、カルピノール基、もしくはアミノ基であり、R'が、9~40個の炭素原子を有する1価の炭化水素であり、R''が、1~8個の炭素原子を有する1価の炭化水素基、もしくは、アリール基である)を有するシロキシ単位を少なくとも40モル%含むシルセスキオキサン樹脂ワックスを含むパーソナルケア製品。

【請求項2】

前記シルセスキオキサン樹脂ワックスが、単位：

- (i) $(R^1_3SiO_{1/2})_a$
- (ii) $(R^2_2SiO_{2/2})_b$
- (iii) $(R^3SiO_{3/2})_c$
- (iv) $(SiO_{4/2})_d$
- (v) $(R_2R'SiO_{1/2})_x$
- (vi) $(R''SiO_{3/2})_y$

(式中、R、R¹、R²、およびR³が独立に、1~8個の炭素原子を有するアルキル基、アリール基、カルピノール基、もしくはアミノ基であり、R'が、9~40個の炭素原子を有する1価の炭化水素であり、R''が、1~8個の炭素原子を有する1価の炭化水素基

、もしくは、アリアル基であり、a、b、cおよびdが、0～0.4の値を有し、xおよびyが、0.05～0.95の値を有し、但し、x+yの値が、0.40以上であり、a+b+c+d+x+yの値=1である）を含む請求項1に記載のパーソナルケア製品。

【請求項3】

前記シルセスキオキサン樹脂ワックスのための担体を更に含み、該担体が、揮発性シロキサンもしくは有機溶媒から選択される請求項1に記載のパーソナルケア製品。

【請求項4】

前記パーソナルケア製品が、保湿クリームもしくはローションである請求項1～3のいずれか一項に記載のパーソナルケア製品。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シルセスキオキサン樹脂ワックス組成物、これの調製方法、ならびに、パーソナル、家庭、自動車、および医療ケア組成物における使用に関する。本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、粗精製油ワックス制御用のような、油（オイル）およびガス分野での種々の適用においても、使用され得る。

【背景技術】

【0002】

一般式 $R_n SiO_{(4-n)/2}$ のシロキサン樹脂（式中、Rがアルキル基であり、nが一般的に1.8未満）は、シリコンポリマーの重要なファミリーであり、これは、接着組成物やコーティングへの応用のような多くの商業的適用における、それらの有用性のためである。シロキサン樹脂の特に1つのサブクラスがMQ樹脂として知られ（一般式 $R_3 SiO_{1/2}$ の <<M>> 単位および一般式 SiO_2 の <<Q>> 単位から主に構成されるので）、化粧品において有用性を見出している。特に、MQ樹脂は、<<延長した保持>> もしくは <<耐移り性>> 化粧品において、汎用される。これらの化粧品において、MQ樹脂は適用後、皮膚に対する色素もしくは他の活性成分の直接に染まる能力（直接性）を増強させ、より長い持続性、これゆえ、延長した保持製品を創出している。

20

【0003】

MQ樹脂を使用している耐移り性化粧品組成物の代表例は、米国特許第6,071,503号明細書、米国特許第6,074,654号明細書、米国特許第6,139,823号明細書、米国特許第6,340,466号明細書、国際公開(WO)第97/17058号パンフレット、および国際公開(WO)第97/17059号パンフレットにおいて見出され、有機シロキサン樹脂および流動二有機基シロキサン樹脂の、揮発性担体との組み合わせを含んでいる組成物を開示する。

30

【0004】

一般式 $RSiO_{3/2}$ のシルセスキオキサン樹脂は、種々の機能目的のパーソナルケア製剤における添加剤としても、使用されてきた。例えば、Halloranによる米国特許第5,733,537号明細書は、非極性シルセスキオキサン樹脂の、毛髪固定化剤としての使用を教示する。Legrowによる米国特許出願公開第20030086888号明細書は、パーソナルケア用リーヴ・オン組成物におけるトリメチルシリルアルキルシルセスキオキサンを開示する。より最近では、本願と同一出願人により出願された米国仮出願第60/514,001および60/541,002号明細書が、MQ-プロピル樹脂組成物、および、種々のパーソナルケア製剤における使用を開示する。また、本願と同一出願人により出願された米国仮出願第60/553,450号明細書が、種々のパーソナルケアでの適用におけるアルキル-フェニルシルセスキオキサン樹脂を開示する。

40

【0005】

これらの文献は、当業界における進捗を代表する一方、スキンケア製剤における使用のための、改良されたシロキサン樹脂を求める必要性が尚あり、化粧品に延長した耐久性を与えるが、保湿、緻密さ、および向上した感触のような、他の機能面での有益性も提供す

50

るものである。更に、ワックス状の特徴を持っているが、尚、揮発性シリコンを包含している汎用パーソナルケア用溶媒中での溶解性を保有するシロキサン樹脂を求める必要性がある。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明者らは、2つの区別される炭化水素基をシルセスキオキサン樹脂中に取り込むことによる、改良シロキサン樹脂を発見した。第1の炭化水素基は、1～8個の炭素原子を有し、第2の炭化水素基は、9～40個の炭素原子を有する。結果的に得られるシロキサン樹脂は、本明細書においてはシルセスキオキサン樹脂ワックスとして言及されるが、皮膚に対する局所的適用後に、化粧料の耐久性および直接性を向上させ、蓖麻子油ベースのリップスティックのような着色化粧料の色移りの無さを向上させ、化粧成分および香料中の他のシリコンワックスに対する相容性を向上させつつ、保湿、緻密さ、および向上した感触のような他の機能面での有益性も提供している。これらのシルセスキオキサン樹脂ワックスは、油中水型および水中油型エマルジョンにおいて、きめおよびレオロジー修飾剤としても、振る舞うことができる。本シルセスキオキサン樹脂の融点および全体での炭化水素含量は調整され得、様々な触覚面での有益性を、パーソナルケア製剤から引き出す。本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、パーソナルケア製剤において使用されて、香り保持および活性成分供給を向上させることもできる。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、シルセスキオキサン樹脂ワックスを含むパーソナルケア製品に関し、このシルセスキオキサン樹脂ワックスは、式 $(R_2R'SiO_{1/2})_x(R''SiO_{3/2})_y$ (式中、xおよびyが、0.05～0.95の値を有し、Rが、1～8個の炭素原子を有するアルキル基、アリール基、カルピノール基、もしくはアミノ基であり、R'が、9～40個の炭素原子を有する1個の炭化水素であり、R''が、1～8個の炭素原子を有する1個の炭化水素基、もしくは、アリール基である)を有するシロキシ単位を少なくとも40モル%含む。

【0008】

本発明の組成物は、種々のパーソナル、家庭用、自動車用、もしくは医療用ケア組成物中に、取り込まれ得る。本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、本発明の組成物を含んでいる製剤からの局所的適用後、皮膚上での化粧料の耐久性および直接性を増強させる。本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、オイルおよびガスの操作における粗精製ワックス制御用にも、使用され得る。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明は、シルセスキオキサン樹脂ワックスを含むパーソナルケア製品に関し、このシルセスキオキサン樹脂ワックスは、式 $(R_2R'SiO_{1/2})_x(R''SiO_{3/2})_y$ (式中、xおよびyが、0.05～0.95の値を有し、Rが、1～8個の炭素原子を有するアルキル基、アリール基、カルピノール基、もしくはアミノ基であり、R'が、9～40個の炭素原子を有する1個の炭化水素であり、R''が、1～8個の炭素原子を有する1個の炭化水素基、もしくは、アリール基である)シロキシ単位を少なくとも40モル%含む。本明細書において使用される場合、xおよびyが、 $(R_2R'SiO_{1/2})$ および $(R''SiO_{3/2})$ シロキシ単位のマール分率を表示し、互いに相対的に、本シルセスキオキサン樹脂ワックス中に存在している。これゆえ、 $(R_2R'SiO_{1/2})$ および $(R''SiO_{3/2})$ シロキシ単位のマール分率は各々独立に、0.05から0.95まで変動し得る。典型的には、xの値が0.05～0.95もしくは0.2～0.8であり、yの値が0.05～0.95もしくは0.2～0.8である。しかしながら、存在している $(R_2R'SiO_{1/2})$ および $(R''SiO_{3/2})$ シロキシ単位の組み合わせは、合計して、本シルセスキオキサン樹脂ワックス中に存在している全シロキシ単位の少なくとも40モル%もしくは

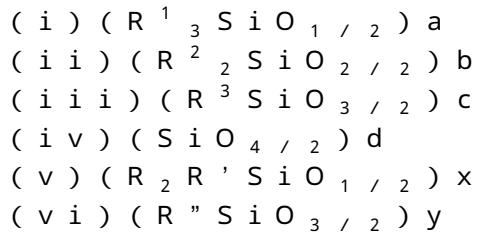
60モル%もしくは90モル%でなければならない。本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、室温において、液体、柔らかい固体、もしくは固体材料であってよい。

【0010】

本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、(i) $(R^1_3 SiO_{1/2})_a$ 、(ii) $(R^2_2 SiO_{2/2})_b$ 、(iii) $(R^3_3 SiO_{3/2})_c$ 、もしくは(iv) $(SiO_{4/2})_d$ 単位のような、更なるシロキシ単位を含有し得、これらは、当業界においてよく知られ、本明細書においてもそれぞれ、M、D、T、およびQ単位として使用される。本シルセスキオキサン樹脂ワックス中に存在する各単位の量は、本シルセスキオキサン樹脂ワックス中に存在する全シロキシ単位の合計モル数のモル分率として表現され得る。

10

これゆえ、本発明のシルセスキオキサン樹脂ワックスは、単位：



を含み、式中：

R、 R^1 、 R^2 、および R^3 が独立に、1～8炭素原子を持っているアルキル基、アリール基、カルビノール基、もしくはアミノ基

20

R' が、9～40炭素原子を持っている1価の炭化水素

R'' が、1～8炭素原子を持っている1価の炭化水素基

a、b、c、およびdが、0～0.6の値

xおよびyが、0.05～0.95の値

但し、 $x + y$ の値が0.40以上、 $a + b + c + d + x + y$ の値 = 1である。

【0011】

R' は、9～40炭素を持っている、1価の如何なる直鎖もしくは分岐炭化水素たり得る。あるいは、 R' は、 $C_{18} \sim C_{40}$ の炭化水素基である。 R'' は、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、もしくはアリール基であり得る。あるいは、 R'' は、プロピルである。

30

【0012】

本発明の1実施形態において、 R' および y/x 比の選択は、本シルセスキオキサン樹脂ワックスが30より高い融点を持つよう選択される。

【0013】

本シルセスキオキサン樹脂ワックスのこれら単位中のR、 R^1 、 R^2 、および R^3 は独立に、1～8炭素原子を持っているアルキル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、もしくは4級アンモニウム基である。該アルキル基は、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、およびオクチルにより例示される。該アリール基は、フェニル、ナフチル、ベンジル、トリル、キシリル、キセニル、メチルフェニル、2-フェニルエチル、2-フェニルプロピル(-メチルスチレン)、2-フェニル-2-メチルエチル、クロロフェニル、プロモフェニル、およびフルオロフェニルにより例示され、該アリール基は、典型的にはフェニルである。

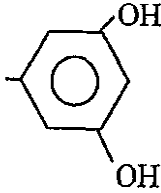
40

【0014】

本発明の目的では、「カルビノール基」が、少なくとも1つの炭素結合水酸基(ヒドロキシルラジカル、COH)を含有している如何なる基としても、定義される。これゆえ、該カルビノール基が、例えば：

【0015】

【化1】



【0016】

のような1つより多いC O H基を含有してもよい。

【0017】

該カルビノール基は、もしアリアル基がなければ、少なくとも3炭素原子を持ち、または、少なくとも6炭素原子を持っているアリアル含有カルビノール基である。アリアル基のない少なくとも3炭素原子を持っているカルビノール基は、式 $R^4 OH$ を持っている基により例示され、式中、 R^4 が、少なくとも3炭素原子を持っている2価の炭化水素基、または、少なくとも3炭素原子を持っている2価の炭化水素オキシ基である。基 R^4 は、 $-(CH_2)_x-$ （式中、 x が、3~10の値を持つ）、 $-CH_2CH(CH_3)-$ 、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH(CH_2CH_3)CH_2CH_2CH_2-$ 、および $-OCH(CH_3)(CH_2)_x-$ （式中、 x が、1~10の値を持つ）のようなアルキレン基により例示される。

【0018】

該アリアル含有カルビノール基は、少なくとも6炭素原子を持っており、式 $R^5 OH$ を持っている基により例示され、式中、 R^5 が、 $-(CH_2)_xC_6H_4-$ （式中、 x が、0~10の値を持つ）、 $-CH_2CH(CH_3)(CH_2)_xC_6H_4-$ （式中、 x が、0~10の値を持つ）、 $-(CH_2)_xC_6H_4(CH_2)_x-$ （式中、 x が、1~10の値を持つ）のようなアリーレン基である。該アリアル含有カルビノール基は典型的に、6~14原子を持つ。

【0019】

該アミノ基は、式 $-R^6NH_2$ もしくは $-R^6NHR^7NH_2$ を持っている基により例示され、式中、 R^6 が、少なくとも2炭素原子を持っている2価の炭化水素基であり、 R^7 が、少なくとも2炭素原子を持っている2価の炭化水素基である。基 R^6 は典型的に、2~20炭素原子を持っているアルキレン基である。 R^6 は、エチレン、プロピレン、 $-CH_2CHCH_3-$ 、ブチレン、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$ 、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、3-エチルヘキサメチレン、オクタメチレン、およびデカメチレンにより例示される。

【0020】

R^7 は典型的に、2~20炭素原子を持っているアルキレン基である。 R^7 は、エチレン、プロピレン、 $-CH_2CHCH_3-$ 、ブチレン、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$ 、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、3-エチルヘキサメチレン、オクタメチレン、およびデカメチレンにより例示される。

【0021】

典型的なアミノ基は、 $-CH_2CH_2CH_2NH_2$ 、 $-CH_2(CH_3)CHCH_2(H)NCH_3$ 、 $-CH_2CH_2NHCH_2CH_2NH_2$ 、 $-CH_2CH_2NH_2$ 、 $-CH_2CH_2NHCH_3$ 、 $-CH_2CH_2CH_2CH_2NH_2$ 、 $-(CH_2CH_2NH)_3H$ 、および $-CH_2CH_2NHCH_2CH_2NHC_4H_9$ である。

【0022】

典型的には、 R がメチル基であり、 R^1 がメチル基であり、 R^2 がメチルもしくはフェニル基であり、 R^3 がメチル基である。

【0023】

本シルセスキオキサン樹脂ワックスの如何なる個々のD、T、もしくはQシロキサン単位も、水酸基（ヒドロキシ基）および/またはアルコキシ基をも含有し得る。ヒドロキシ

10

20

30

40

50

基および/またはアルコキシ基を含有しているこのようなシロキサン単位は、一般式 $R_n SiO_{(4-n)/2}$ を持っているシロキサン樹脂中によく見出される。これらシロキサン樹脂中のヒドロキシ基は典型的に、そのシロキサン単位上の加水分解可能な基の、水との反応から、結果的に得られる。該アルコキシ基は、アルコキシシラン前駆体を使用される場合、部分加水分解から、または、加水分解可能な基でのアルコール交換から、結果的に得られる。典型的に、本シルセスキオキサン樹脂ワックス中に存在するヒドロキシ基の合計重量%は、10%までである。典型的に、本シルセスキオキサン樹脂ワックス中に存在するアルコキシ基の合計重量%は、20%までである。

【0024】

本シルセスキオキサン樹脂ワックスの分子量は拘束されないが、典型的に、その数平均分子量 (M_N) が 750 ~ 10,000 もしくは 1,000 ~ 5,000 の範囲である。

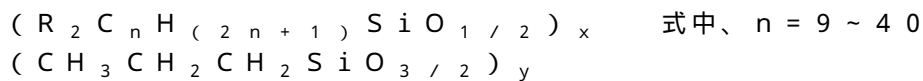
10

【0025】

本発明のシルセスキオキサン樹脂ワックスは、当業界において既知の方法のいずれによっても調製され得、一般式 $R_n SiO_{(4-n)/2}$ を持っているシロキサン樹脂を調製し、式中、Rが、アルキルもしくはアリール基であり、nが一般的に、1.8未満である。あるいは、本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、下記のような本発明の方法により、調製され得る。

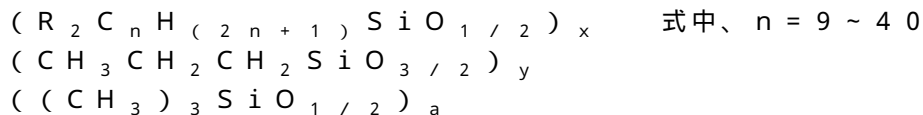
【0026】

本発明のシルセスキオキサン樹脂ワックスは：

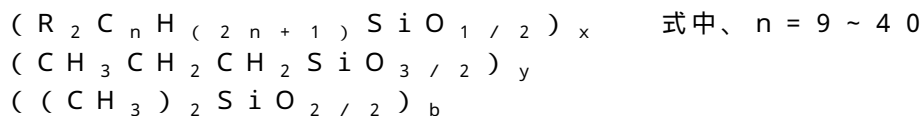


20

単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス

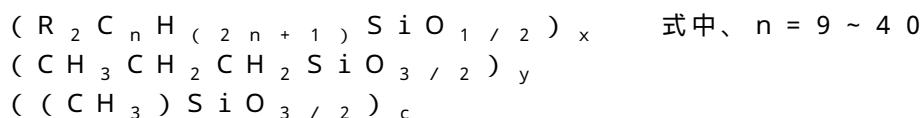


単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス

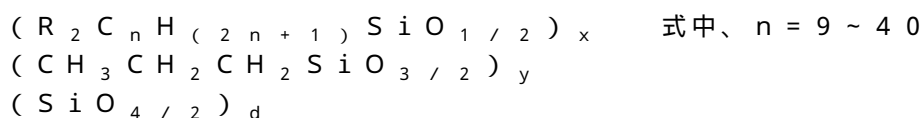


単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス

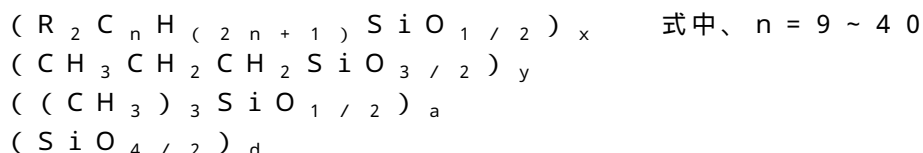
30



単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス

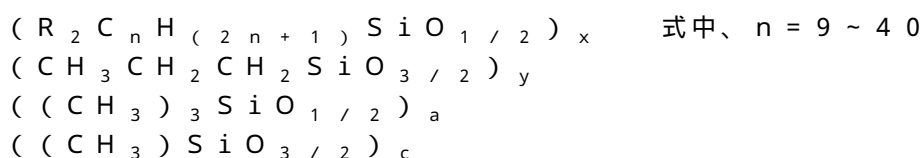


単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス

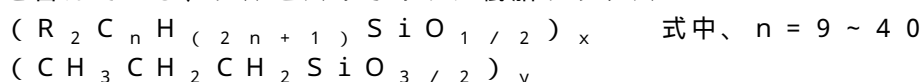


40

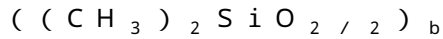
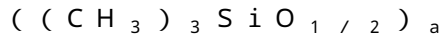
単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス



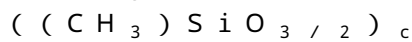
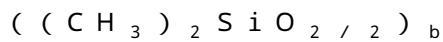
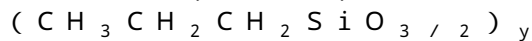
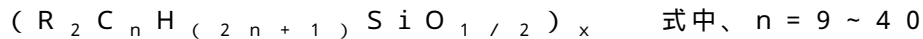
単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス



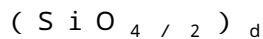
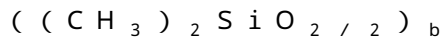
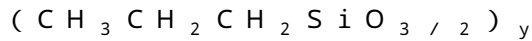
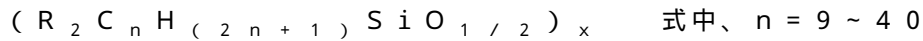
50



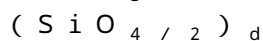
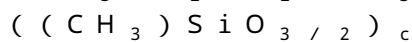
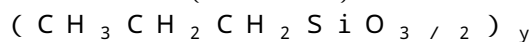
単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス



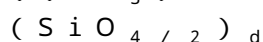
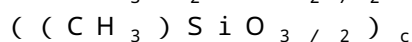
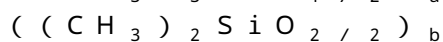
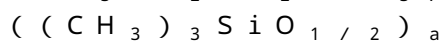
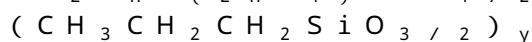
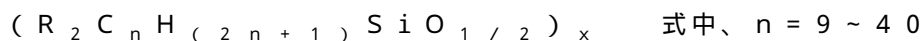
単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス



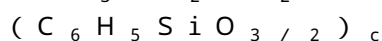
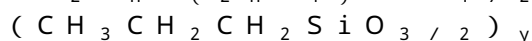
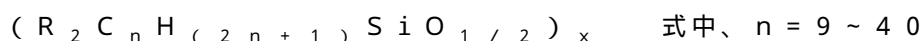
単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス



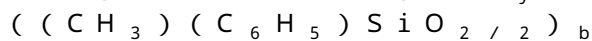
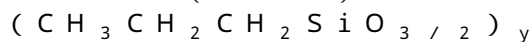
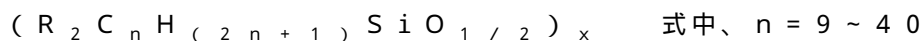
単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス



単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス



単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス



単位を含んでいる、シルセスキオキサン樹脂ワックス

により例示され、式中、a、b、c、およびdが、0～0.4の値を持ち、xおよびyが、0.05～0.95の値を持ち、但し、x+yの値が0.40以上であり、a+b+c+d+x+yの値=1であり、Rが、1～8炭素原子を持っているアルキル基、アリール基、カルビノール基、もしくはアミノ基に等しい。

【0027】

上に例示した全ての式において、R'基は、Mシロキシ単位上に存在しているようデザインされる。本発明のもう1つ別の実施形態において、R'基は、DもしくはTシロキシ単位上に存在し得る。

【0028】

本発明は、シルセスキオキサン樹脂ワックスを調製する方法をも提供する。本方法は：

- A) SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂
- B) C₉～C₄₀ ビニル末端化炭化水素
- C) ヒドロシリル化触媒

および任意に

- D) 溶媒

を反応させることを含む。

【0029】

10

20

30

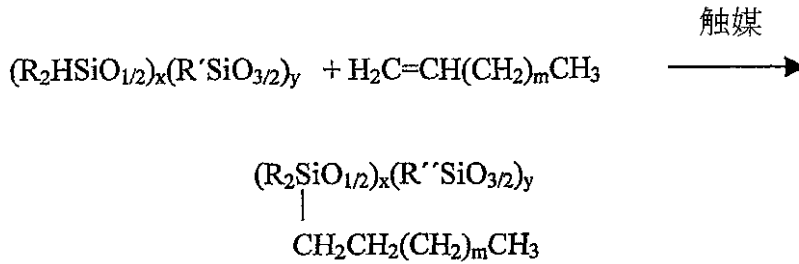
40

50

この反応は、以降の一般スキームにより例示される。

【0030】

【化2】



10

【0031】

ここで、 $m = 6 \sim 37$ 、 a 、 x 、 y 、 R 、および R' は、上で定義したとおりである。

【0032】

成分A)は、SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂であり、このような樹脂を調製する、当業界において既知の方法のいずれによっても調製され得るが、典型的に、2つの手法のうちの一つにより、調製される。第1の手法において、当該アルキルシラン分子中に存在しているハロゲンもしくはアルコキシ基のような3つの加水分解可能な基を持っているアルキルシランが、水素含有シランもしくはシロキサンと共に加水分解される。例えば、該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂は、プロピルトリメトキシシランの
20
ようなアルキルトリアルコキシシランの、テトラメチルジシロキサンとの、酸触媒反応により得られる。第2の手法において、SiH含有シランもしくはシロキサンが、予め形成されたアルキルシルセスキオキサン樹脂と平衡化される。例えば、テトラメチルジシロキサンが、プロピルシルセスキオキサン樹脂と反応させられ得、SiH含有プロピルシルセスキオキサン樹脂を与える。

【0033】

上記したような、更なるM、D、T、およびQ単位が、本シルセスキオキサン樹脂ワックス中に導入され得、これは、このような単位を、該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂前駆体中に取り込むことにより、これは、更なる有機シラン(単数もしくは複数)を反応させることにより、これ(ら)は、プロピルシランとSiHシランもしくはシロ
30
キサンとの加水分解の間に、結果的に得られてくる樹脂において望まれるシロキシ単位を生成させるよう選択される。例えば、メトキシトリメチルシラン、ジメトキシジメチルシラン、トリメトキシメチルシラン、テトラメトキシシラン(または、各々に対応しているエトキシもしくはクロロシラン)を反応させることがそれぞれ、M、D、T、もしくはQ単位を、該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂中に導入することになる。該加水分解反応中に存在しているこれら更なるシランの量は、上記のようなモル分率の定義に合うよう選択される。

【0034】

あるいは、該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂は、予め形成されたアルキル
40
シルセスキオキサン、SiH含有シランもしくはシロキサン、および、種々のM、D、T、およびQ単位を含有している他のシロキサンを反応させることにより調製され得、M、D、T、およびQシロキサン単位の反応を有効にすると当業界において知られた如何なる方法をも使用する。

【0035】

該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂は、成分B)、ビニル末端化炭化水素と、ヒドロシリル化触媒存在下に反応させられる。典型的に、該ビニル末端化炭化水素は式
50
 $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}(\text{CH}_2)_m\text{CH}_3$ を持ち、式中、 m が $6 \sim 37$ である。該ビニル末端化炭化水素はオレフィンとして知られ、 $6 \sim 40$ 炭素原子を持っており、または、これらのブレンドが、使用され得る。該ビニル末端化炭化水素は、Amoco Chemical Companyのオレフィン製品、Chevron Phillips Chemi

cal Companyのオレフィン C_{20-24} 、 C_{24-28} 、 C_{26-28} 、 C_{30+} 、 C_{30+HA} 、ならびに、米国三井化学Inc.のTafmer(登録商標)等々により例示される。

【0036】

ビニル末端炭化水素およびSiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂の量は変動し得るが、典型的には、ヒドロシリル化反応において、過剰モルの該ビニル末端炭化水素が、該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂量に対して使用され、該反応中の全SiHの完全な反応を確実にする。あるいは、該ビニル末端炭化水素は、該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂量に対して、30%、または、10モル%過剰に使用される。

10

【0037】

該ヒドロシリル化触媒は、該ビニル末端炭化水素の末端ビニル基との、該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂のシリコン結合水素原子の反応を容易にする如何なる金属含有触媒によっても例示される。これら金属は、ルテニウム、ロジウム、パラジウム、オスミウム、イリジウム、もしくは白金により例示される。

【0038】

該金属含有触媒は典型的に、白金含有触媒であり、これは、最も広く使用され、入手可能であるからであり、本発明の組成物に関しては、反応速度の向上において、より好ましい効果を与えるからである。白金含有触媒は、金属白金の化合物もしくは錯体であり得る。

20

【0039】

本発明の組成物における典型的な白金含有触媒の1タイプは、塩化白金酸が、ジビニルテトラメチルジシロキサンのような、脂肪族不飽和有機シリコン化合物と反応させられる場合に得られる組成物であり、有機シリコン系中での容易な分散性のためである。

【0040】

好ましくは、該ヒドロシリル化触媒は、塩化白金酸、アルコール修飾塩化白金酸、塩化白金酸オレフィン錯体、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体、カーボンに担持吸着させた白金微粒子、 $Pt(Al_2O_3)$ のような金属酸化物に担持させた白金、白金黒、白金アセチルアセトナート、白金(ジビニルテトラメチルジシロキサン)、 $PtCl_2$ 、 $PtCl_4$ により例示されるハロゲン化白金、 $Pt(CN)_2$ 、ハロゲン化白金と、エチレン、プロピレン、および有機ビニルシロキサンにより例示される不飽和化合物との錯体、スチレンヘキサメチル二白金、ならびに、 $RhCl_3(Bu_2S)_3$ から選択される。

30

【0041】

使用されるヒドロシリル化触媒の量は、該ビニル末端炭化水素と該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂との間の反応を、室温もしくは室温を上回る温度において加速させるに充分な量がある限り、狭くは限定されない。この触媒の精確な必要量は、利用される特定の触媒に依ることになり、容易に予見できない。しかしながら、白金含有触媒に関しては、その量は、100万重量部の成分、該ビニル末端炭化水素および該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂につき、1重量部の白金程度の少なさにできる。該触媒は、100万部の成分、該ビニル末端炭化水素および該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂につき、1~120重量部の量で加えられ得るが、典型的には、100万部の該ビニル末端炭化水素および該SiH含有アルキルシルセスキオキサン樹脂につき、2~60重量部の量で加えられる。

40

【0042】

該ヒドロシリル化反応は、ニート(原液)でもD)溶媒存在下でも、実施され得る。該溶媒は、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ブタノール、もしくはn-プロパノールのようなアルコール、アセトン、メチルエチルケトン、もしくはメチルイソブチルケトンのようなケトン、ベンゼン、トルエン、もしくはキシレンのような芳香族炭化水素、ヘプタン、ヘキサン、もしくはオクタンのような脂肪族炭化水素、プロピレングリコー

50

ルメチルエーテル、ジプロピレングリコールメチルエーテル、プロピレングリコール n - ブチルエーテル、プロピレングリコール n - プロピルエーテル、もしくはエチレングリコール n - ブチルエーテルのようなグリコールエーテル、ジクロロメタン、1, 1, 1 - トリクロロエタン、塩化メチレン、もしくはクロロホルムのようなハロゲン化炭化水素、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、アセトニトリル、テトラヒドロフラン、ホワイトスピリット、ミネラルスピリット、またはナフサであり得る。

【0043】

溶媒量は、50重量%までであり得るが、典型的には、20～50重量%であり、該重量%は、該ヒドロシリル化反応中の成分の全重量に基づいている。該ヒドロシリル化反応の間に使用される溶媒は引き続いて、結果的に得られてくるシルセスキオキサン樹脂ワックスから除去され得、これは、種々の既知の方法による。

10

【0044】

該シルセスキオキサン樹脂ワックスは、種々のパーソナル（個人的）、家庭用、自動車用、医療用ケア組成物において、有用である。該シルセスキオキサン樹脂ワックスは、ニート（原液）でもしくは担体に分散させて、使用され得る。典型的には、該担体は、揮発性シロキサンもしくは有機溶媒から選択される。該揮発性シロキサン溶媒は、環状ポリシロキサン、直鎖ポリシロキサン、低分子量シルセスキオキサン、または、 TM_3 もしくは M_4Q のようなQシロキサン構造、あるいは、これら上記のいずれの混合物でもあり得る。ある幾つかの代表的な揮発性直鎖ポリシロキサンは、ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、テトラデカメチルヘキサシロキサン、およびヘキサデカメチルヘプタシロキサンである。ある幾つかの代表的な揮発性環状ポリシロキサンは、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、およびドデカメチルシクロヘキサシロキサンである。該有機溶媒は、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ブタノール、もしくは n - プロパノールのようなアルコール、アセトン、メチルエチルケトン、もしくはメチルイソブチルケトンのようなケトン、ベンゼン、トルエン、もしくはキシレンのような芳香族炭化水素、ヘプタン、ヘキサン、もしくはオクタンのような脂肪族炭化水素、プロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコールメチルエーテル、プロピレングリコール n - ブチルエーテル、プロピレングリコール n - プロピルエーテル、もしくはエチレングリコール n - ブチルエーテルのようなグリコールエーテル、酢酸エチルもしくは酢酸ブチルのような酢酸エステル（アセテート）、ジクロロメタン、1, 1, 1 - トリクロロエタン、塩化メチレン、もしくはクロロホルムのようなハロゲン化炭化水素、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、アセトニトリル、テトラヒドロフラン、あるいは、ホワイトスピリット、ミネラルスピリット、イソドデカン、ヘプタン、ヘキサン、もしくはナフサのような脂肪族炭化水素であり得る。典型的には、該担体は、デカメチルシクロペンタシロキサンもしくはイソドデカンである。本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、担体中でも、ペースト、柔らかい固体、もしくは分散固体であり得る。

20

30

【0045】

本アルキルシルセスキオキサン樹脂ワックスは、抗汗剤、脱臭剤、皮膚用クリーム、スキンケアローション、保湿剤、面皰もしくは染みソバカス除去剤のようなフェイシャル処理剤、パーソナルおよびフェイシャルクレンザー、日焼け止め、メイキャップ、着色化粧品、ファンデーション、ブラシ、リップスティック、リップバーム（香膏）、アイライナー、マスカラ、およびパウダーにおいて、使用され得る。更に、本発明の組成物が、種々の他の成分と組み合わせられ、下記のパーソナルケアもしくは医療用ケア製品を調製し得ることが、予期される。これらの成分は、シリコーン材料、香料、保存料、グリセリンおよびプロピレングリコールのようなポリオール、更なる界面活性剤、保湿剤、色素およびパウダー（粉末）、日焼け止め、香料、皮膚軟化剤、構成成分、増粘剤、弾性化剤、pH制御剤、フィルム（皮膜）形成剤、コンディショニング剤、植物抽出物、ビタミンおよびこれらの誘導体のような活性分、抗酸化剤および同様なもの、アミノ酸誘導体、リポゾーム、抗汗剤および脱臭剤、皮膚漂白剤、皮膚保護剤、自己収斂剤、4級ポリマーもしくはア

40

50

ミノ官能基化シリコーンのような毛髪および皮膚用コンディショニング剤を包含し、これらは、このようなパーソナルケアおよび医療用製品を製剤するのに汎用される。このシルセスキオキサン樹脂ワックスは、0.1~20重量部、好ましくは0.5~10重量部、最も好ましくは1~5重量部の量で、使用される。

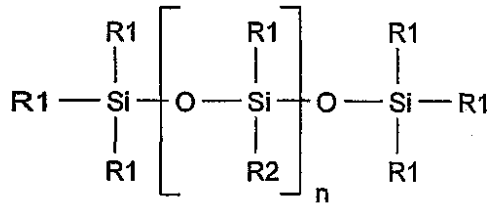
【0046】

本発明による組成物は、数多くの任意成分とも組み合わせられてもよい。

非揮発性ポリシロキサン：

【0047】

【化3】



10

【0048】

構造を持っており、式中、nは、100~10,000mm²/秒の範囲中の粘度を持っているポリシロキサンポリマーを与えるに充分の値を持つ。R1およびR2は、1~20炭素原子を含有しているアルキル基、もしくは、アール基であり得、好ましくは1~6炭素原子を含有しているアルキル基、より好ましくはメチル基もしくはフェニル基である。典型的には、nの値は、20~500であり、より好ましくは80~375である。ある幾つかの例示的なポリシロキサンポリマーは、ポリジメチルシロキサン、ポリジエチルシロキサン、ポリメチルエチルシロキサン、ポリメチルフェニルシロキサン、およびポリジフェニルシロキサンを包含する。

20

アルキルメチルシロキサン：

これらのシロキサンポリマーは一般的に、式Me₃SiO[Me₂SiO]_y[MeRSiO]_zSiMe₃を持つものであり、式中、Rは、6~30炭素原子を含有している炭化水素基であり、Meは、メチルを表し、重合度(DP)つまりyおよびzの和が、3~50である。揮発性および液体両方の種類のアルキルメチルシロキサンが、本組成物において使用され得る。

30

シリコーンゴム：

ポリジ有機基シロキサンゴムは、当業界において知られており、市販されている。一般的に、不溶性ポリジ有機基シロキサンからなり、25において1,000,000センチストーク(mm²/秒)を超える、好ましくは25において5,000,000センチストーク(mm²/秒)より大きな粘度を持っている。これらのシリコーンゴムは典型的に、これらの取り扱いを容易にするために、適切な溶媒中に既に分散された組成物として、販売される。超高粘度シリコーンも、任意成分として包含され得る。これら超高粘度シリコーンは典型的に、25において5,000,000センチストーク(mm²/秒)より大~25において約20,000,000センチストーク(mm²/秒)までの動粘度を持つ。このタイプの組成物は懸濁の形であり、最も好ましく、例えば、米国特許第6,013,682号明細書(2000年1月11日)に記載される。

40

シリコーンポリアミド：

適切なシリコーンポリアミドコポリマーの代表的な組成物が詳細に、米国特許第5,981,680号明細書(1999年11月9日)において説明される。

シリコーン樹脂：

これらの樹脂組成物は一般的に、高度に架橋されたポリマーシロキサンである。架橋は、3官能基および/または4官能基を有するシランを、製造の間に使用される1官能基を有するシランおよび/または2官能基を有するシランのモノマーと共に取り込むことにより得られる。適切なシリコーン樹脂を得るのに必要とされる架橋度は、該シリコーン樹脂の製造の間に取り込まれるこれらシランのモノマーの単位の比により、変動することにな

50

る。一般的に、十分なレベルの3官能基および4官能基を有するシロキサンのモノマーの単位を持っていて、これゆえ、十分なレベルの架橋を保有し、乾ききって剛直もしくは硬いフィルム（皮膜）にまで至る如何なるシリコンも、該シリコン樹脂としての使用に適していると考えられ得る。本明細書における適用に適切な市販のシリコン樹脂は一般的に、低粘度揮発性もしくは非揮発性シリコン流動体中において、非硬化の形で供給される。該シリコン樹脂は、硬化された樹脂状構造としてよりもむしろ、非硬化の形で、本発明の組成物中に取り込まれるべきである。

シリコンエラストマー：

このようなエラストマーは一般的に、末端シリコン原子に結合した不飽和基を持っている有機ポリシロキサンと有機水素シロキサンとを組み合わせ、次いで少なくとも、部分硬化に付すことにより得られる、反応生成物である。適切なエラストマーの1例は、化粧品業界において、ジメチコーン/ビニルジメチコーン架橋ポリマーもしくはジメチコーン架橋ポリマーのINCI名の下に知られる組成物である。これらのポリシロキサンエラストマーのエマルジョンおよび懸濁も、該組成物の成分として使用され得る。マイカおよびシリカのような異なる有機および無機材料でコーティングされた粉末の形でのポリシロキサンエラストマーも、使用され得る。

カルビノール流動体：

これらの材料は、国際公開(WO)第03/101412A2号パンフレットに記載され、置換炭化水素官能基を有するシロキサン流動体もしくは樹脂として、よく記述される。

水溶性もしくは水分散性シリコンポリエーテル組成物：

これらは、ポリアルキレンオキシドシリコンコポリマー、シリコンポリ(オキシアルキレン)コポリマー、シリコングリコールコポリマー、もしくはシリコン界面活性剤としても知られる。これらは、直鎖型もしくはグラフト型の材料であり得、または、ABA型であり得、式中、Bがシロキサンポリマーブロックであり、Aがポリ(オキシアルキレン)基である。該ポリ(オキシアルキレン)基は、ポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド、もしくは混合ポリエチレンオキシド/ポリプロピレンオキシド基からなり得る。ブチレンオキシドもしくはフェニレンオキシドのような他のオキシドも、可能である。

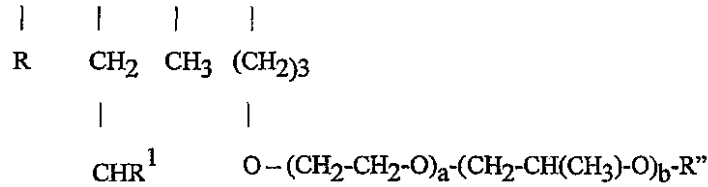
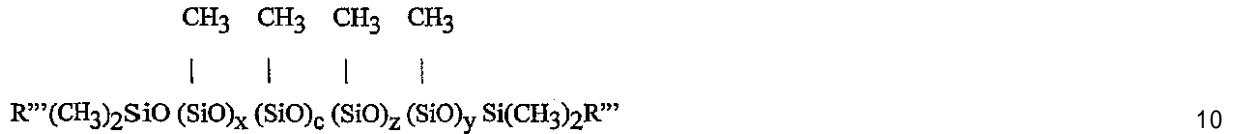
【0049】

本発明による組成物は、油中水型もしくはシリコン中水型のエマルジョンの形で与えられ得、シリコン乳化剤を使用する。典型的には、該シリコン中水型の乳化剤は非イオン性であり、ポリオキシアルキレン置換シリコン、シリコンアルカノールアミド、シリコンエステル、およびシリコングリコシドを含んでいる群から選択される。適切なシリコン主体の界面活性剤は、当業界においてよく知られ、例えば、米国特許第4,122,029号明細書(Geer)、米国特許第5,387,417号明細書(Rentsch)、および米国特許第5,811,487号明細書(Schulz)に記載されており、本質的に $R_bSiO_{(4-b)/2}$ シロキサン単位からなる少なくとも1つのポリジ有機基シロキサンセグメントを含有しているポリジ有機基シロキサンポリオキシアルキレンコポリマーを包含し、式中、bが、0~3の値を持ち、該コポリマー中の全シロキサン単位に関して、1つのシリコンにつき平均値およそ2つのR基を包含しており、Rは、メチル、エチル、ビニル、フェニル、および、該ポリジ有機基シロキサンセグメントにポリオキシアルキレンセグメントを結合させる2価の基からなる群から選択される基を言い、全Rの少なくとも95%がメチルであり、少なくとも1つのポリオキシアルキレンセグメントが、少なくとも1000の平均分子量を持っており、0~50モル%のポリオキシプロピレン単位および50~100モル%のポリオキシエチレン単位からなり、該ポリオキシアルキレンセグメントの少なくとも1つの末端部分が、該ポリジ有機基シロキサンセグメントに結合して、該ポリオキシアルキレンセグメントのいずれの末端部分も、該ポリジ有機基シロキサンセグメントに結合しておらず、末端基により満たされている。該コポリマーにおいて、ポリオキシアルキレンセグメントに対するポリジ有機基シロキ

サンセグメントの重量比は、2～8の値を持っている。あるいは、該シリコン主体の界面活性剤は、架橋された乳化剤であり得、ここで、少なくとも2分子の有機ポリシロキサン-ポリオキシアルキレン分子が、架橋基により架橋され、この架橋された有機ポリシロキサン-ポリオキシアルキレン乳化剤は、式：

【0050】

【化4】



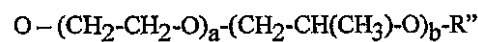
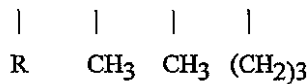
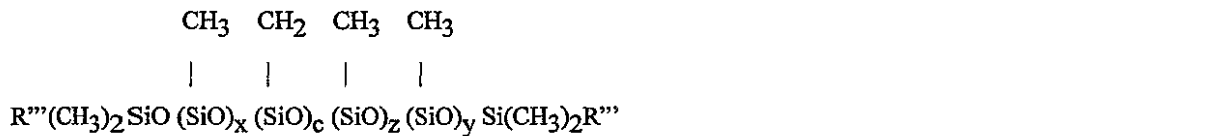
|

R'

|

CHR¹

|



【0051】

を持っており、この架橋された有機ポリシロキサン-ポリオキシアルキレン乳化剤式において、Rが、2～25炭素原子を持っている脂肪族基であり、R'が、有機もしくは有機シロキサン基であり、加水分解可能な結合を含有せず、R''が、末端基であり、R'''が独立に、1～25炭素原子を持っている脂肪族基であり、R¹が独立に、水素、および、1～3炭素原子を含有している脂肪族基からなる群から選択され、xが、0～100の整数であり、cが、1～5の整数であり、zが、0～600の整数であり、yが、1～10の整数であり、x+y+z>40、aが、4～40の整数であり、bが、0～40の整数であり、a/b>1である。最終的な組成物中での該シリコン乳化剤の量は、広く変動してよいが、典型的であれば、0.05%～1.5%、好ましくは0.1～1%、より好ましくは0.15～0.8重量%、最も好ましくは0.2～0.6重量%である。

【0052】

本発明による組成物は、日焼け止めを、任意もしくは主要成分として包含し得る。日焼け止めは、メトキシ桂皮酸エチルヘキシルのような、p-アミノ安息香酸誘導体および桂皮酸誘導体(シンナメート)のような、290～320nm、つまりUV-B領域の紫外光(紫外線)を吸収する成分；ならびに、ベンゾフェノン誘導体およびブチルメトキシジベンゾイルメタン誘導体のような、320～400nmの範囲中の、つまりUV-A領域の紫外光(紫外線)を吸収する組成物、および、ベンジリデン-2-カンファースルホン酸誘導体のような親水性組成物を包含するが、これらに限定されない。本発明による化粧品組成物は、コーティングされているかもしくはコーティングされていない金属酸化物の

、例えば、二酸化チタン（アモルファス、あるいは、ルチル形および／またはアナターズ形に結晶化）、酸化鉄、酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、もしくは酸化セリウムのナノ色素のような、色素またはナノ色素（平均の第1義的な粒子サイズ：一般的に5 nm～100 nm、好ましくは10 nm～50 nm）をも含有し得、これらは全て光からの保護剤であり、これら自体がよく知られ、UV照射を物理的にブロックすること（反射および／または散乱）により、作用する。標準的なコーティング剤は更に、アルミナおよび／またはアルミニウムである。

【0053】

本発明による組成物が水中油型エマルジョンである場合、水中油型エマルジョンを調製すると当業界においてよく知られている非イオン性界面活性剤のような、しかしこれらに限定されない、エマルジョンを調製するのに一般的に汎用される成分を包含することになる。非イオン性界面活性剤の例は、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン、ポリオキシエチレンアルキルエステル、ポリオキシエチレンソルビタンアルキルエステル、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ジエチレングリコール、エトキシ化トリメチルノナール、およびポリオキシアルキレングリコール修飾ポリシロキサン界面活性剤を包含する。

【0054】

本発明による組成物は、キサンタンゴム、カルボキシビニルポリマーのような懸濁剤を包含し得る。これらのポリマーの例は、Carbopol 934、940、941、および956を包含し、B.F. Goodrich Companyから入手できる。尚他の適切な懸濁剤は、ジ（水素化獣脂）フタル酸アミド、架橋されたマレイン酸無水物 - メチルビニルエーテルコポリマー、セルロースエーテル誘導体、グアーゴム、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ヒドロキシプロピルグアーゴム、スターチ（澱粉）およびスターチ誘導体を包含する。適切な増粘剤は、アルギン酸ナトリウム、アラビアゴム、ポリオキシエチレン、グアーゴム、ヒドロキシプロピルグアーゴム、ラウレス - 4もしくはポリエチレングリコール400のような、エトキシ化アルコールにより例示される。

【0055】

本発明による組成物は更に、油もしくは油状成分を含有し得る。この用語「油」は、本明細書において使用される場合、水に実質的に不溶な如何なる材料をも言い、一般的に、本組成物中に存在する如何なる種類の低分子量シリコーンとも相容れる。本組成物が、化粧品もしくはパーソナルケア製品において使用されるものである場合、その製品の成分も、化粧品として許容可能でなくてはならず、さもなくば、当該製品の末端使用条件に合わなくてはならない。適切な油成分のある幾つかの例は、ココナッツオイル（椰子油）のような天然オイル（油）；鉱油および水素化ポリイソブテンのような炭化水素；オクチルドデカノールのような脂肪アルコール；安息香酸C12～C15アルキルのようなエステル；ニペラルゴン酸プロピレンのようなジエステル；ならびに、三オクタン酸グリセリルのようなトリエステルを包含する。低粘度油も使用され得、25℃において、粘度5～100 mPa・sを持っている油のようなものであり、一般的に、RCO-OR'のような構造を持っているエステルからなっており、式中、RCOは、カルボン酸基を表し、OR'は、アルコール残基である。低粘度油のある幾つかの例は、イソノナン酸イソトリデシル、二ヘプタン酸PEG-4、ネオペンタン酸イソステアリル、ネオペンタン酸トリデシル、オクタン酸セチル、パルミチン酸セチル、リシノレン酸セチル、ステアリン酸セチル、ミリスチン酸セチル、二カプリル酸／カプリン酸椰子油、イソステアリン酸デシル、オレイン酸イソデシル、ネオペンタン酸イソデシル、ネオペンタン酸イソヘキシル、パルミチン酸オクチル、リンゴ酸ジオクチル、オクタン酸トリデシル、ミリスチン酸ミリスチル、オクタドデカノールおよびオクチルドデカノール混合物、カプリル酸／カプリン酸トリグリセリド、イソドデカノール、大豆油、向日葵油、小麦および／または穀類の発芽油、アーモンド油、ホババ（jojoba）油、アボカド油、オリーブ油、パーム油、calophyllum、および蓖麻子油を包含する。

10

20

30

40

50

【0056】

他の添加剤は、パウダー（粉末）および色素を包含し得、特に、本発明による組成物が、メーキャップ用に使用されるものと意図される場合である。本発明の粉末成分は一般的に、乾燥した、粒子状物質として定義され得、粒子サイズ0.02～50ミクロンを持っている。該粒子状物質は、着色されていてもよく、または、着色されていなくてもよい（例えば、白）。適切な粉末は、オキシ塩化ビスマス、チタン酸マイカ、発煙シリカ、球状シリカビーズ、ポリメチルメタクリレートビーズ、窒化硼素、珪酸アルミニウム、澱粉オクテニルコハク酸アルミニウム、ベントナイト、カオリン、珪酸マグネシウムアルミニウム、シリカ、タルク、マイカ、二酸化チタン、カオリン、ナイロン、シルク（絹）粉末を包含するが、これらに限定されない。上記粉末は、表面処理されて、その粒子の性質を疎水性にしてもよい。

10

【0057】

該粉末成分は、種々の有機および無機色素をも含む。該有機色素は一般的に、種々のタイプの芳香族であり、アゾ、インディゴイド、トリフェニルメタン、アントラキノン、およびキサンチン染料を包含しており、D & CおよびFD & C青、褐、緑、橙、赤、黄等と命名される。無機色素は一般的に、証明された着色添加剤の不溶性金属塩からなり、レーキもしくは酸化鉄として言及される。粉状の着色料は、カーボンブラック（黒鉛）、酸化クロムもしくは酸化鉄、ウルトラマリン、ピロ燐酸マンガン、鉄青、および二酸化チタンのようなものであり、真珠状光沢剤は一般的に、着色色素との混合物として使用され、あるいは、ある幾つかの有機染料は一般的に、着色色素との混合物として使用され、化粧品業界において汎用され、これらは、本組成物に加えられ得る。一般的に、これら着色料は、最終組成物重量に関して0～20重量%の量で存在し得る。

20

【0058】

粉状の無機もしくは有機充填剤も加えられ得、一般的に、最終組成物重量に関して0～40重量%の量である。これら粉状の充填剤は、タルク、マイカ、カオリン、酸化亜鉛もしくは酸化チタン、炭酸カルシウムもしくは炭酸マグネシウム、シリカ、球状二酸化チタン、ガラスもしくはセラミックのビーズ、8～22炭素原子を持っているカルボン酸由来の金属石鹸、非膨張性合成ポリマー粉末、膨張性粉末、ならびに、穀類の澱粉のような天然有機化合物からの粉末から選ばれ得、これらは架橋されていてもいなくてもよいコポリマー微小球であり、EXPANCEL (Nobel Industrie)、ポリトラップ、ならびに、シリコーン樹脂粉末およびマイクロビーズ（例えば、東芝からのTOSPEARL）のようなものである。

30

【0059】

本発明による組成物において有用なワックスもしくはワックス状材料は一般的に、大気圧において35～120の融点範囲を持つ。このカテゴリー中のワックスは、合成ワックス、セレシン、パラフィン、オゾケライト（地蠟）、蜜蠟、カルナウバ、微結晶のもの、ラノリン、ラノリン誘導体、カンデリラ、ココアバター、セラックワックス、鯨蠟（*permaceti*）、糠ワックス、カポック（*capok*）ワックス、砂糖黍ワックス、モンタンワックス、鯨蠟（*whale wax*）、ベベリ蠟、もしくはこれらの混合物を包含する。非シリコーン脂肪物質として使用できるワックスの中で、蜜蠟のような動物ワックス；カルナウバ、カンデリラワックスのような植物ワックス；例えば、パラフィンもしくは亜炭ワックスもしくは微結晶ワックスもしくはオゾケライトのような鉱物ワックス；ポリエチレンワックスを包含して合成ワックス；ならびに、Fischer-Tropsch合成により得られるワックスについて、述べられてもよい。シリコーンワックスの中で、ポリメチルシロキサンの、アルキル体、アルコキシ体、および/またはエステル体について、述べられてもよい。

40

【0060】

シリコーンシルセスキオキサン樹脂ワックスは、抗汗および脱臭組成物においても、スティック、柔らかい固体、ロールオン、エアロゾル、ポンプスプレーの形で使用され得るが、これらに限定されない。抗汗剤および脱臭剤のある幾つかの例は、塩化アルミニウム

50

、テトラクロロヒドレックス(hydr ex)GLYアルミニウムジルコニウム、テトラクロロヒドレックス(hydr ex)PEGアルミニウムジルコニウム、クロロヒドレックス(hydr ex)アルミニウム、テトラクロロヒドレックス(hydr ex)PGアルミニウムジルコニウム、クロロヒドレックス(hydr ex)PEGアルミニウム、トリクロロ水和アルミニウムジルコニウム、クロロヒドレックス(hydr ex)PGアルミニウム、トリクロロヒドレックス(hydr ex)GLYアルミニウムジルコニウム、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、セスキクロロ水和アルミニウム、重炭酸ナトリウム、セスキクロロヒドレックス(hydr ex)PEGアルミニウム、クロロフィリン銅錯体、トリクロサン、オクタクロロ水和アルミニウムジルコニウム、リシノレン酸亜鉛である。

10

【0061】

本発明による組成物は、これをヒトの体、例えば、皮膚もしくは毛髪に適用していくような標準的な方法により、適用器械、ブラシを使用して、手で適用して、それを注いだり、および/または、可能であれば本組成物を体の上もしくは中へと擦り込んだりもしくはマッサージしたりして、使用され得る。除去方法も、例えば着色化粧品に関しては、洗ったり、拭き取ったり、はがしたり、および同様な標準的なよく知られた方法である。

【0062】

皮膚上での使用に関し、本発明による組成物は、例えば皮膚をコンディショニングするための従来の様式で使用されてよい。有効量の本組成物はこの目的で、皮膚に対して適用される。このような有効量は一般的に、約 1 mg/cm^2 ～約 3 mg/cm^2 の範囲である。皮膚に対する適用は典型的に、本組成物を皮膚中へと作用させることを包含する。皮膚に対する適用のためのこの方法は、皮膚を有効量の本組成物と接触させ、次いで、本組成物を皮膚中へと擦り込むステップを含む。これらのステップは、望まれるだけ多くの回数繰り返され得、望まれる有益性を達成させる。

20

【0063】

本発明による組成物の、毛髪上における使用は、毛髪をコンディショニングするための従来の様式を使用してよい。毛髪をコンディショニングするのに有効量の本組成物が、毛髪に適用される。このような有効量は一般的に、約 1 g ～約 50 g 、好ましくは約 1 g ～約 20 g の範囲である。毛髪に対する適用は典型的に、本組成物を毛髪を通して作用させることを包含し、大部分もしくは全ての毛髪が、本組成物と接触されるようにする。毛髪をコンディショニングするためのこの方法は、有効量のこのヘアケア組成物を毛髪に対して適用し、次いで、本組成物を毛髪を通して作用させるステップを含む。これらのステップは、望まれるだけ多くの回数繰り返され得、望まれるコンディショニング面での有益性を達成させる。高シリコン含量が、本発明によるヘアケア組成物中に取り込まれる場合、これは、分けられた末端ヘア製品に有用な材料であることがある。

30

【0064】

本発明による組成物は、ヒトもしくは動物の皮膚上において使用され得、例えば、その外観を、保湿したり、着色したり、もしくは一般的に向上させたり、または、日焼け止め、脱臭剤、昆虫忌避剤等のような活性分を適用したりする。

【0065】

本シルセスキオキサン樹脂ワックスは特に、局所用製剤における化粧料の耐久性および直接性を増強させるのに有用であり、化粧料における構成成分として使用され得る。これらは、研磨剤、ワックス、ビニルおよび皮革処理剤のような家庭用ケア品において、ならびに、粗精製油回収におけるワックス制御においても、使用され得る。これらは、研磨剤、ワックス、ビニル、皮革、およびタイヤ処理剤、ならびに、保護剤のような、自動車ケア品においても、使用され得る。

40

【実施例】

【0066】

以降の実施例が著され、更に本発明の組成物および方法を例示するが、本発明を限定しているものとして解釈されるべきでない。反対に指し示されなければ、これら実施例にお

50

ける全ての部および%は重量基準であり、全ての測定値は約23において得られた。

【0067】

これら実施例の代表的なシルセスキオキサン樹脂ワックス(これらを調製する中間体)が、該樹脂中に存在しているシロキシ単位に関して、M、D、T、およびQ命名法を使用して、記載される。上付き文字は更に、該シロキシ単位上に存在しているアルキル置換基を記述する。本明細書において使用される上付き文字は、以降を命名する。

Prは、 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2-$

Hは、水素(SiH として)

下付き文字は、該樹脂における該シロキシ単位のリモル分率を記述する。

【0068】

材料

T^{Pr}樹脂 = プロピルシルセスキオキサン樹脂、トルエン中、71.0重量%。該プロピルシルセスキオキサン樹脂(本明細書において、T^{Pr}と略記)は、式 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiO}_{3/2}$ を持ち、M_N3500を有し、7重量%のOH基が、プロピルトリクロロシランの加水分解から調製された。

C18オレフィンは、 $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$ 、1-オクチルデセンを表し、Chevron Phillips Chemical Company、10001 Six Pines Drive、The Woodlands、TX77380から受け取った状態で使用された。

C20-C24オレフィンは、 $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{20-24}\text{CH}_3$ を表し、Chevron Phillips Chemical Company、10001 Six Pines Drive、The Woodlands、TX77380から受け取った状態で使用された。

C26-C28オレフィンは、 $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{26-28}\text{CH}_3$ を表し、Chevron Phillips Chemical Company、10001 Six Pines Drive、The Woodlands、TX77380から受け取った状態で使用された。

C30+オレフィンは、CAS#260255-62-7を表し、Chevron Phillips Chemical Company、10001 Six Pines Drive、The Woodlands、TX77380から受け取った状態で使用された。

【0069】

実施例1(参考)

T^{Pr}シルセスキオキサン樹脂からのMM^HT^{Pr}樹脂の調製

3頸反応フラスコに、攪拌棒(攪拌器)、温度計(温度プローブ)、Dean Starkトラップ、およびジムロート(濃縮管、濃縮器)を備え付け、Tプロピル樹脂、ヘキサメチルジシロキサン、テトラメチル二水素ジシロキサン、および水を、表1中に示された比でチャージした。該Dean Starkトラップを、トルエンと共に予め載せ、確実に固形分濃度を維持した。トリフルオロメタンスルホン酸を触媒として、該フラスコ中、反応混合物に対して0.01重量%にて加えた。該反応混合物の温度を、50以下に維持したが、水浴を当初必要に応じて用いた。該温度が安定化されたら、該温度を50に3時間維持した。次いで、該反応混合物を加熱還流させ(100~140)、必要に応じて該Dean Starkトラップを介して、水を除去した。該反応において形成された全ての水を除去した後、樹脂混合物を放冷し、10モル倍過剰の炭酸カルシウム(700マイクロリットルのFC-24に対して9.31g)を加え、酸触媒を中和させた。該樹脂混合物を次いで、圧フィルターを通して濾過し、揮発分を、ロータリーエバポレーターを介して除去した。

【0070】

10

20

30

40

【表 1】

表 1

実施例 #	T ^{Pr} 樹脂 の重量%	ヘキサメチル ジシロキサン の重量%	テトラメチル 二水素 ジシロキサンの 重量%	Me ₃ Siの Me ₂ H Si ジシロキサン に対する 比	水 の 重量%
1-1	77.4	16.5	1.5	90:10	4.6
1-2	78.3	9.3	7.7	50:50	4.7
1-3	79.6	0	15.6	0:100	4.8
1-4	77.6	14.7	3.1	80:20	4.6

10

【0071】

実施例 2 (参考)

プロピルトリメトキシシランからのMM^HT^{Pr}樹脂の調製

3頸反応フラスコに、攪拌器、温度プローブ、滴下漏斗、および濃縮器を備え付け、プロピルトリメトキシシラン、ヘキサメチルジシロキサン、テトラメチル二水素ジシロキサン、およびFC-24触媒を、表1中の比でチャージした。水を次いで、該滴下漏斗を介して加えた。水の添加の制御およびもし必要とされれば水浴の使用により、温度を50より低く維持した。水の添加後、温度を50に3時間維持した。結果的に得られてくる2相の反応混合物を次いで、分液漏斗に入れ、水相を、樹脂相から分離させた。ヘプタンを、過剰な水を樹脂相から分離させるのを補助するに充分な量加えた。集めた樹脂相を次いで、3頸フラスコ中に戻し、10モル倍過剰のCaCO₃を加え、残っている如何なる酸触媒をも中和させた。水も加えられ、存在している如何なるメトキシをも除去し、混合物は熱せられて、痕跡量の水およびヘプタンを除去する代わりに、Dean Starkトラップを用いて還流させた(100~140)。冷却後、MgSO₄を加え、存在している如何なる水をも除去した。仕上げに、樹脂を、圧フィルターを通過させた。

20

【0072】

【表 2】

表 2

実施例 #	プロピル トリ メトキシ シランの 重量%	ヘキサ メチル ジシロキサン の 重量%	テトラメチル 二水素 ジシロキサンの 重量%	FC-24 の 重量%	水 の 重量%
2-1(0:100)	47.3	0	21.6	0.01	31.1
2-2(50:50)	46.2	12.7	10.6	0.01	30.5

40

【0073】

実施例 3

MM^HT^{Pr}樹脂からのT^{Pr}樹脂ワックス

この実施例は、本発明の代表的なシルセスキオキサン樹脂ワックスを調製するのに使用された手順を記載する。使用された製剤およびオレフィン性ワックスの記述を、下の表3中に示す。

【0074】

3頸反応フラスコに、攪拌器、温度プローブ、および濃縮器を備え付け、シロキサン樹脂(参考例1もしくは2により調製されたとおり)および粘度を抑えるに充分なヘプタンをチャージした。内容物を次いで60~70まで加熱した。オレフィン性ワックスを次

50

いで、該反応フラスコに加え、以降、白金触媒を加えた。初期の発熱後、温度を120に3～4時間維持し、その後、該ワックスのSi-Hをチェックした。結果的に得られてくるワックスの融点を、DSCにより特徴化し、下の表4中に示す。

比較例C-1

3頸反応フラスコに、攪拌器、温度プローブ、および濃縮器を備え付け、オレフィン性ワックスをチャージした。内容物を次いで75～85まで加熱し、白金触媒を加えた。メチル水素直鎖シロキサン流動体を次いで、滴下漏斗を通じて反応に加えた。初期の発熱後、温度を120に3～4時間維持し、ワックスのSi-Hをチェックした。使用された製剤を、表3中に示す。

【0075】

【表3】

10

表3

実施例# 使用樹脂 使用ワックス	T ^{Pr} Si-H 樹脂 の重量%	Si-H流動体 の 重量%	ワックス の 重量%	白金触媒 の 重量%
C-1		6.5	94.3	0.02
1-1、C30+	91.72		8.28	0.02
1-1、C18	95.79		4.21	0.02
1-2、C30+	65.84		34.16	0.02
1-2、C18	79.85		20.15	0.02
1-3、C30+	46.84		53.16	0.02
1-3、C18	64.42		35.58	0.02
2-1、C20-24	31.67		68.53	0.02
2-1、C26-28	24.73		75.27	0.02
2-1、C30+	21.33		78.67	0.02

20

【0076】

【表4】

表4

30

実施例#	融点、℃
C-1	70
1-1、C30+	6、44
1-1、C18	-63
1-2、C30+	34、45
1-2、C18	-46、-11
1-3、C30+	NA
1-3、C18	56
2-1、C20-24	34
2-1、C26-28	56
2-1、C30+	66

40

【0077】

実施例4

シルセスキオキサン樹脂ワックスは、C-1に比較して、揮発性シリコンとの相容性が向上しており、同時に、他の化粧品成分との相容性を維持しており、表5に示されたとおりである。

【0078】

【表5】

表5：化粧品成分との相容性

材料	ワックス/ 材料	C-1	2-1, C20-24	2-1, C26-28	2-1, C30+
蜂蜜蝋	1/9	C			C
	5/5	C			C
	9/1	C			C
Ozokerite (地蝋)	1/9	C			C
	5/5	C			C
	9/1	C			C
キャンドリラ蝋	1/9	C			C
	5/5	C			C
	9/1	C			C
蓖麻子油	1/9	C	C	C	C
	5/5	~C	~C	~C	~C
	9/1	C	C	C	C
シクロメチコーン	1/9	NC			C
	5/5	C			C
	9/1	C			C
イソドデカン	1/9	C			C
	5/5	C			C
	9/1	C			C
パルミチン酸ビタミンA	1/9	C			C
	5/5	C			C
	9/1	C			C

C=相容れる、NC=相容れない

【0079】

実施例5

本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、アルキルメチルシリコーンワックスC-1よりも、シクロメチコーン、ベンズアルデヒド、酢酸ベンジル、およびフェノキシエタノールのような溶媒および香料成分と相容れる。これゆえ、本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、C-1よりも、シリコーン主体の系を増粘させていくのに適している。また、特定の香料成分との相容性の向上は、香りの保持への潜在的なインパクト(効果)を与える。表6は、試験された代表例をまとめる。

【0080】

10

20

30

【表 6】

表 6 : 香料との相容性

	C-1		2-1、C30+			
	80°C	RT	80°C		RT	
			2 Perf/ 8 wax	5 Perf/ 5 wax	2 Perf/ 8 wax	5 Perf/ 5 wax
リモネン	M		M	M	M	M
ベンズアルデヒド	NM		M	M	M	M
酢酸ベンジル	NM		M	M	M	M
デシルアルデヒド	M		M	M	M	M
I s o E s u p e r	M		M	M	M	M
フェノキシエタノール	NM		M	NM	M	NM

M=混和、NM=非混和

【 0 0 8 1 】

本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、アルキルメチルシリコーンワックス C - 1 よりも、シクロメチコーン、ベンズアルデヒド、酢酸ベンジル、およびフェノキシエタノールのような溶媒および香料成分と相容れる。これゆえ、本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、C - 1 よりも、シリコーン主体の系を増粘させていくのに適していると考えられる。また、特定の香料成分との相容性の向上は、香りの保持への潜在的なインパクトを与える。

【 0 0 8 2 】

実施例 6

水中油型および油中水型エマルションに関するレオロジー修飾剤

【 0 0 8 3 】

【表 7】

表 6 : 日焼け止めを含有している水中油型エマルジョン

成分		コントロール 0% 樹脂ワックス	2-1, 30+
相 A			
Parsol MCX	メトキシ 桂皮酸 エチルヘキシル	4.0%	4.0%
Cithrol GMS/SE (croda)	ステアリン酸 グリセリル	3.0%	3.0%
Myritol 312	カプリル酸/ カプリン酸 トリグリセリド	4.0%	4.0%
Sepicide HB		0.5%	0.5%
シルセスキオキサン樹脂 ワックス (2-1, 30+) もしくは C-1	C30+	—	2.0%
相 B			
Amphisol K	セチルリン酸カリ	2.0%	2.0%
相 C			
Carbopol980 (1%溶液)	カルボマー	10.0%	10.0%
プロピレングリコール		3.5%	3.5%
KOH (10%溶液)		pH7に	pH7に
蒸留水		31	37
相 D			
Dow Corning 245	シクロペンタ シロキサン	6%	4.0%
相 E			
水		30%	30%
粘度		4,700 cPs	11,600 cPs

【 0 0 8 4 】

手順

1. 相 A 成分を一緒に混合し、75 まで熱する。
2. 相 C 成分を一緒に混合し、75 まで熱する。
3. 温度が75 のままであることを確認しながら、相 B を、相 A 中に加える。
4. 激しい攪拌下に、相 C を、相 A + B 中に加える。添加が完結したら、この加熱を停止させる。
5. 温度が50 を下回ったら、激しい攪拌下に、相 D を、上記に加える。
6. 激しい攪拌下に、相 E を、上記に加える。

10

20

30

40

50

もし必要なら、pH 7 に調整し、加熱による水の損失を補う。

【0085】

【表8】

表7：油中水型エマルジョン

材料	重量%
油相	
Dow Corning 245	10.0
Dow Corning 5225C	10.0
シルセスキオキサン樹脂ワックス	2.0
香料	0.5
水相	
グリセリン	5.0
NaCl	1.0
脱イオン (DI) 水	72.5

10

【0086】

手順：

DC 245 中のワックスを溶融させ、熱い混合物を DC 5225C に加えつつ、2枚羽ブレードを用いて混合する。分散されるまで、混合する。混合スピードを 1376 RPM まで上昇させつつ、水相（水、NaCl、およびグリセリン）を加える。水相を 10 分に亘り加える。更に 10 分間、混合する。

20

樹脂ワックス含有クリーム粘度：80,000 cPs

コントロールクリーム（樹脂ワックスなし）粘度：50,500 cPs

これらの実施例は、本樹脂シルセスキオキサンワックスが、水中油型および油中水型両方の系の粘度を増大させることにより、レオロジー修飾剤として作用することを指し示す。

【0087】

実施例 7

水中油型および油中水型クリームに関するきめ修飾剤

30

きめ分析機を使用して、表 6 および 7 に記載された水中油型および油中水型エマルジョンが、以降のパラメーター：

硬さ、圧縮性、接着性 (adhesiveness)、および粘着性 (cohesiveness)

に関して、それらのコントロールに比較された。

設備：きめ分析機

安定マイクロ系 (Stable Micro system)

ソフトウェア：Texture Expert Exceed

使用されたプローブ：0.5 半球ステンレス

手順：

40

該プローブは機械的に、分析中の皮膚用クリーム中に浸され、一定スピードにおいて該クリーム中に深さ 10 mm まで浸透していき（2 回ゆっくりしたスピードで浸し、2 回速いスピードで浸す）、該プローブはスタート位置に戻される。該クリーム中での該プローブの浸透を 2 回繰り返すことにより、その力が、圧縮モードにおいて測定される。この実験は、同一クリームの 2 つの他のサンプル（40 gr）に関して繰り返される。3 つの結果が、各クリームに関して得られる。

マクロデータ解析を使用して、以降の情報が得られた。

第 1 の押し込みからのピーク圧縮力が、該クリームの硬さに関する情報を与える。

第 1 の押し込み曲線下の面積が、該クリームの圧縮性に関する情報を与える。

引き出し曲線下の面積が、該クリームの接着性に関する情報を与える。

50

第2の押し込み曲線下の面積 / 第1の押し込み曲線下の面積が、該クリーム of 粘着性に関する情報を与える。

【0088】

【表9】

表8：きめ分析機結果

低速			硬さ	圧縮性	接着性	プローブ の2回目 の浸透	粘着性
			力(g)	1 : 2 面積	2 : 3 面積	4 : 5 面積	4:5 面積で 1:2 面積を 割る
油中 水型	コント ロール	平均	8.28	22.09	-13.04	19.62	1.12
		Stdev	0.85	2.85	1.86	1.35	0.07
	樹脂 ワックス	平均	14.71	40.04	-22.69	34.56	1.16
		Stdev	0.43	2.44	0.15	0.94	0.04
水中 油型	コント ロール	平均	10.47	5.69	-3.22	5.39	1.05
		Stdev	1.28	1.34	0.42	1.11	0.05
	樹脂 ワックス	平均	19.01	12.31	-3.95	11.74	1.05
		Stdev	0.85	1.41	0.37	1.65	0.03

10

20

【0089】

要約：

コントロールのクリームに比較して、樹脂ワックスの添加は有意に、エマルションの硬さおよび圧縮性を増強させ、安定性を向上させるが、粘着性を増強させることなく、皮膚上でのクリームの良好な拡張性を可能にしている。接着性へのインパクト（衝撃）は最小限であり、最小限のフィルムが残り、低い粘着性である。

【0090】

実施例8

日焼け止め水中油型エマルション

【0091】

30

【表 10】

表 9：日焼け止め：油中水型エマルジョン

成分	INCI名	C-1 もしくは 2-1、C30+
相A		
Parsol MCX	メトキシ 桂皮酸 エチルヘキシル	4%
Sepicide HB		0.5%
Witconol TN		7.0%
DC5200	ラウリルPEG/ PPG-18/ 18メチコーン	2.0%
C-1 もしくは シルセスキオキサン樹脂 ワックス (2-1、C30+)	シリコーンワックス	2.0%
相B		
Dow Corning 245	シクロペンタシロキサン	8.5%
相C		
プロピレングリコール		3.5%
NaCl		1.0%
蒸留水		71.5%

10

20

【0092】

手順

1. 相A成分を混合し、ゆっくり攪拌しながら(200RPM)60 まで熱する。 30
2. 乳化直前まで、相Bを相Aに加える。
3. もう1つ別のビーカーにおいて相C成分を混合し、60 まで熱する。
4. 非常に強い攪拌下に(1900rpm)、相Cを、非常にゆっくり相A+B中に加える。
5. 添加が完結したら、攪拌下に更に5分間置き、ホモジェナイザー(均一化機)を通過させる。

【0093】

実施例9

体の日焼け止めにおける、本シルセスキオキサン樹脂ワックス製剤

【0094】

40

【表 1 1】

表 1 0 : 体の日焼け止め製剤

成分	INCI名	
相A		
Tioveil OP	二酸化チタン (& 安息香酸 C12-C15 アルキル& ポリヒドロステアリン酸 (&) ステアリン酸 アルミニウム (& アルミナ	12.5%
Sepicide HB		0.5%
DC5200	ラウリルPEG/ PPG-18/ 18メチコーン	3.0%
	鉱油	5.0%
Witconol TN	安息香酸 C12~C15 アルキル	6.0%
シルセスキオキサン樹脂 ワックス (2-1、C30+)	C30+	2.0%
相B		
プロピレングリコール		3.5%
NaCl		1.0%
蒸留水		66.5%

10

20

【0095】

手順

1. 相A成分を混合し、ゆっくり攪拌しながら(200RPM)60 まで熱する。
2. もう1つ別のビーカーにおいて相B成分を混合し、60 まで熱する。
3. 非常に強い攪拌下に(1900rpm)、相Bを、非常にゆっくり相A中に加える。
4. 添加が完結したら、攪拌下に更に5分間置き、均一化機を通過させる。

30

【0096】

実施例10

シルセスキオキサン樹脂ワックスおよびビタミン製剤

【0097】

40

【表 1 2】

表 1 1 : ビタミン製剤

成分	INCI名	
相A		
	パルミチン酸ビタミンA	0.6%
Sepicide HB		0.5%
DC5200	ラウリルPEG/ PPG-18/ 18メチコーン	3.0%
	鉱油	17.0%
Dow Corning (登録商標) 200FL 5cSt	ジメチコーン	5.0%
シルセスキオキサン樹脂 ワックス (2-1、C30+)	C30+	4.0%
相B		
グリセリン		3.0%
NaCl		1.0%
蒸留水		65.9%

10

20

【0098】

手順

1. 相A成分を混合し、パルミチン酸ビタミンAを除き均一化させ、ゆっくり攪拌しながら(200RPM)60 まで熱する。

2. もう1つ別のビーカーにおいて相B成分を混合し、60 まで熱する。

3. 非常に強い攪拌下に(1900rpm)、相Bを、非常にゆっくり相A中に加える。

4. 添加が完結したら、パルミチン酸ビタミンAを加え、攪拌下に更に5分間置き、均一化機を通過させる。

30

【0099】

実施例11

シルセスキオキサン樹脂ワックスを有するファンデーションクリーム

【0100】

【表 1 3】

表 1 2 : ファンデーショソクリーム製剤

成分	INCI名	
相A		
Dow Corning (登録商標) 1501	シクロメチコーン (& ジメチコノール	10.0%
Dow Corning (登録商標) 245流動体	シクロペンタシロキサン	3.0%
TiO ₂ W877	二酸化チタン	11.0%
黄色W1802	酸化鉄	2.5%
赤色W3801	酸化鉄	1.5%
黒色W9801	酸化鉄	0.6%
相B		
シルセスキオキサン樹脂 ワックス (2-1、C30+)	C30+	2.0%
Sepicide HB		0.5%
Dow Corning (登録商標) 5225c	シクロメチコーン (& PEG/PPG-18/ 18ジメチコーン	10.0%
相C		
	ポリソルベート20	0.5%
NaCl		1.0%
蒸留水		57.4%

【0101】

手順

1. 相A成分を混合し、高剪断ミキサーを使用して、均一化させる。
2. 相Aを60℃まで熱し、シルセスキオキサン樹脂ワックスを加え、溶融したら、相Bの残りを加える。
3. もう1つ別のビーカーにおいて相C成分を混合し、60℃まで熱する。
4. 非常に強い攪拌下に(1900rpm)、相Cを、非常にゆっくり相A+B中に加える。
5. 添加が完結したら、攪拌下に更に5分間置き、均一化機を通過させる。

【0102】

実施例12

リップスティック製剤

【0103】

【表 1 4】

表 1 3 : シクロペンタシロキサン主体のリップスティック製剤

製品		%
相A		
白色地蠟ワックス		4
Cerilla G	カンデリラワックス	11
Eutanol G	オクチルドデカノール	25
Dow Corning 245	シクロペンタシロキサン	5
シルセスキオキサン樹脂 ワックス (2-1、30+) もしくはC-1	C30+	5
ワセリン		4
Fluilan	ラノリン油	9
アヴォカド油		2
Novol	オレイルアルコール	8
色素のブレンド		27
		100
相B		
Covasil TiO ₂		5
Dow Corning 245		77.5
Covasil 赤色W3801		17.5
		100

10

20

【0104】

手順

1. 相Aを85℃まで熱する。
2. 相Bを加える。
3. 製剤をリップスティック用モールド中に注ぐ。
4. 60分間フリーザーに入れる。
5. モールドから除去する。

30

【0105】

【表 15】

表 14：蓖麻子油主体のリップスティック製剤

相A		%
蓖麻子油		43.7
softisan 100	水素化椰子油グリセリド	8
cerilla G	カンデリラ蠟	9
softisan 645	ビスージグリセリル ポリアシル アジペート	8
cerabeil blanchie DAB	Cera alba	3
Cerauba T1	Cera Carnauba	2
Trivent OC-G	Ticaprylin	1.5
酢酸ビタミンE	酢酸トコフェリル	0.5
プロピルパラベン		0.1
BHT (2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール)		0.05
シルセスキオキサン樹脂 ワックス (2-1、30+) もしくはC-1	C30+	5
		94.3
相B		
COD8008	白	1
COD8005	黄	3
COD8006	赤	1.7
COD8004	黒	0
		5.7

【0106】

手順

1. 相Aを85℃まで熱する。
2. 相Bを加える。
3. リップスティック用モールド中に注ぐ。
4. 60分間フリーザーに入れる。
5. モールドから除去する。

リップスティックに関する移り耐性試験

手順：14人のパネリストが、2種の製剤の2とおりの比較に関してあてがわれる（1とおりの比較は、各前腕上でのもの）。該パネリストは、異なる基準を評価しなければならない。

1. 適用の容易さ：

該パネリストは、利き手でない方の甲に各々のラインを1本引くことにより、リップスティックを自分自身で適用するよう、どれが適用するに最も容易な製品であるか指し示すよう求められる。

2. 移らなかった度合い：

オペレーターが10秒間、2スポットのリップスティック上に顕微鏡用スライドを適用し、該パネリストが次いで、該スライド上にどの製品が最も移らないと考えるかを指し示す。

もし14人中13人のパネリストがAを選べば、違いが有意差0.1%で現れる。

もし14人中12人のパネリストがAを選べば、違いが有意差1%で現れる。

もし14人中11人のパネリストがAを選べば、違いが有意差5%で現れる。

【0107】

10

20

30

40

50

【表 16】

表 15 : リップスティック製剤の、移らないという結果

	組み合わせ	適用の容易さ	移らなかった度合い
シクロペンタシロキサン 主体のリップスティック	2-1, C30+	10	7
	C-1	4	7
蓖麻子油主体の リップスティック	2-1, C30+	4	14
	C-1	10	0

【0108】

10

要約

本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、C-1と同様に容易に、両方のリップスティック製剤中へと取り込まれた。本シルセスキオキサン樹脂ワックスを有するシクロペンタシロキサン主体のリップスティックは、より優れた適用の容易さを示し、蓖麻子油主体のリップスティックは、C-1を凌駕して、より優れた移らないという特性を示した。

【0109】

実施例 13

家庭用もしくは自動車用ケア製品

シルセスキオキサン樹脂ワックスサンプルが、溶媒中、10%固形分で供給され、アルミニウムパネルおよびビニル片に適用され、摩擦係数(CoF)、接触角、およびグロス

20

【0110】

【表 17】

表 16 : アルミニウム上での、薄膜のグロス&CoF

実施例 #*	外 観	静止 CoF**	動(的) CoF**	20° グロス	60° グロス	85° グロス
2-1, C30+	平らなコーティング/ 白いワックス状の膜/ 乾燥している	0.848	0.777	2.7	5.4	2.7
2-1, C26-28	平らなコーティング/ 白いワックス状の膜/ 乾燥している	0.52	0.452	4.2	9.4	6.2
2-1, C20-24	乾燥/白/ワックス状膜	0.784	0.681	7.0	16.2	50.7

*溶媒中10%溶液から適用し、乾燥させた。

表 17 : アルミニウムパネルに適用された薄膜上での
種々の液体の接触角

実施例 #*	分散 (dyne/cm)	極性 (dyne/cm)	表面エネルギー (dyne/cm)	H ₂ O (°)	沃化 メチレン (°)	ヘキサ デカン (°)
1-1, C30+	21.2	5.8	27	97.83	81.33	27.17
1-1, C18	23.7	2.2	25.9	100.33	64	35.17
2-1, C30+	22.6	0.1	22.7	116.5	73.5	< 15
2-1, C26-28	26.6	3.2	29.8	98.83	57.29	25.33
2-1, C20-24	27.1	3.5	30.6	96.33	56.17	22.33

*溶媒中10%溶液から適用し、乾燥させた。

表 18 : ビニル上での、薄膜のグロス

実施例 #*	外 観	20° グロス	60° グロス	85° グロス
2-1, C30+	乾燥したワックスの ような感触/マット状 /平ら	0.3	1.5	2.3
2-1, C26-28	白/ マット状/ 粘着せず	0.4	3.3	4.9
2-1, C20-24	マット状/ ワックスの ような感触	0.5	4.5	6.1
Dow Corning 200 流動体 350 cst	光沢、グリース状	2	17.1	23.9

*溶媒中10%溶液から適用し、乾燥させた。

【0111】

グロス、接触角、およびCoFに関する試験方法：

結果的に得られてくるフィルムは、視覚的な観察、および、Gardner Tri-Gloss Meterを用いた、20°、60°、80°でのグロス測定値により特徴付けられた。

Advanced Surface Technology Inc., USAによるVCA2000ビデオ接触角設備(ゴニオメーターとしても知られる)が使用され、表面エネルギーおよび接触角を測定した。接触角は、フィルムと、3種のプローブ液体との界面において測定される。

脱イオン水、試薬級沃化メチレン、試薬級ヘキサデカン
これらプローブ液体は、ある角度で載せられたシリンジからフィルム表面まで、単一の滴

10

20

30

40

50

($\sim 0.1 \sim 0.2$ マイクロリットル)として、供給される。デジタル画像が直ちに撮られ、接触角が測定される。1種の液体につき3滴の平均が、報告される。表面エネルギーが、3種のプローブ液体の接触角から計算され、Owens/Wendt法もしくはGeometric法プログラムを、SE2000ソフトウェア上で使用している。

摩擦係数(COF)の測定値は、Testing Machines, Inc.からのMonitor Slip & Friction Tester、Model 32-06を使用して得られた。3インチ×6インチのアルミニウムパネルが、そのクランプの下に置かれた。4層の寒冷紗が、その<>スレッド(そり)の下に取り付けられ、これは200g重である。測定値は、1分につき6インチで採られ、最初の2インチの試験測定値が静止COFを与え、残りの測定値が動的COF(動摩擦係数)を与えた。結果が、同一サンプルでの3回の試験の平均として報告される。

溶媒から供給され、アルミニウムパネルに適用された場合、本シルセスキオキサン樹脂ワックスは、あまり移らず、アンチブロッキングに関与し得るCOFにより分かるように、滑りを与えた。加えて、接触角およびCOFは変動し、本シルセスキオキサン樹脂ワックス組成に抛り、操作され得る。ビニル基材に適用された場合、その効果は、非粘着性のマット状の仕上がりであり得、良い感触である。この特性は、ある幾つかの自動車のビニル処理において、有利であり得る。これらの特性は、本シルセスキオキサン樹脂ワックスが表面コーティングにおける添加剤として使用される場合にも、もたらされると考えられる。

【0112】

実施例14

粗精製油におけるワックス沈着阻害

使用された粗精製油：メキシコ湾(GOM)粗精製中重油。

試験：標準コールドフィンガー試験。オイルは105°Fにおいて、T15°F。

【0113】

【表18】

表19：コールドフィンガー試験結果

材 料	用量 (ppm)	添加剤なしの ブランクに比較した %阻害	コメント
2-1, C30+	150	61.9	ブランクより薄い沈着
2-1, C30+	112	51.7	ブランクより薄い沈着
1-2, C30+	147	3.3	柔らかい沈着、ブランクに比較して、幾分プローブむき出し
1-3, C30+	150	62.0	大部分プローブむき出し
1-3, C30+	111	41.9	~50%プローブむき出し

【0114】

コールドフィンガー試験手順：

この試験の基本は、オイルをその曇点より高い温度に維持しつつ、冷表面上で沈着したワックス量を測定することにある。該オイル温度は、定温浴中にオイルコンテナ(油容器)を浸すことにより、維持される。該冷表面は、その内側を流体が循環しているプローブである(コールドフィンガー)。一旦、該オイルが、望まれる試験温度になれば、該コールドフィンガーは、該オイルコンテナ中へと沈められる。固定期間後、該プローブは、該オイルから除去され、該プローブ上に沈着されたワックス量が、測定される。この実施例において、該オイル温度は105°Fであり、該コールドフィンガーは15°F冷たい(T=15°F)。阻害度(%)は、ブランクに対して比較した場合のものであり、0

% = 阻害なし、100% = ワックス沈着なしである。

この実施例により、本シルセスキオキサン樹脂ワックスの使用が、ワックス沈着量を抑えることができ、同時に、いずれの沈着したワックスの特徴をも変え、除去を容易にすることがあることが、実証される。

フロントページの続き

- (72)発明者 カプラス、ヴィルジニー
ベルギー国、4360 オレイエ、クロス・ドゥ・レン・スール・ゲア 1
- (72)発明者 ヒューストン、ティモシー・グレッグ
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、カリッジ・コート 3173
- (72)発明者 リヤム、ティナ・マリー
アメリカ合衆国、ミシガン州、サギノー、クリストム・プレイス 3245
- (72)発明者 オニール、ヴァージニア・ケイ
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、オールド・パイン・トレイル 2219
- (72)発明者 スターク - カスレイ、ローリ・アン
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、イースト・マイヤー・ロード 2683
- (72)発明者 ヴァン・リース・イザベル
ベルギー国、1315 インクール、リュ・エコル・デ・フィル 8

審査官 吉備永 秀彦

- (56)参考文献 特開平06-322356(JP,A)
特開平07-102276(JP,A)
特開平05-239071(JP,A)
特開平04-312511(JP,A)
特開平08-311204(JP,A)
特開平08-319351(JP,A)
特開2001-122965(JP,A)
特開2003-119288(JP,A)
特表2001-504859(JP,A)
米国特許第06270561(US,B1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08G 77/00- 77/62
C08L 1/00-101/16
C08K 3/00- 13/08
A61K 8/00- 8/99
A61Q 1/00- 99/00
CA/REGISTRY(STN)
JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)