

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2010-506035

(P2010-506035A)

(43) 公表日 平成22年2月25日(2010.2.25)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C08J 3/07 (2006.01)	C08J 3/07 C F H	4C083
C09D 183/04 (2006.01)	C09D 183/04	4F070
C09D 5/02 (2006.01)	C09D 5/02	4J038
A61K 8/06 (2006.01)	A61K 8/06	4J246
A61Q 19/00 (2006.01)	A61Q 19/00	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 46 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2009-532374 (P2009-532374)
 (86) (22) 出願日 平成19年10月9日 (2007.10.9)
 (85) 翻訳文提出日 平成21年4月10日 (2009.4.10)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2007/021562
 (87) 国際公開番号 W02008/045427
 (87) 国際公開日 平成20年4月17日 (2008.4.17)
 (31) 優先権主張番号 60/828,864
 (32) 優先日 平成18年10月10日 (2006.10.10)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 596012272
 ダウ・コーニング・コーポレーション
 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
 (74) 代理人 100110423
 弁理士 曾我 道治
 (74) 代理人 100084010
 弁理士 古川 秀利
 (74) 代理人 100094695
 弁理士 鈴木 憲七
 (74) 代理人 100111648
 弁理士 梶並 順
 (74) 代理人 100122437
 弁理士 大宅 一宏

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコーンポリマーエマルション

(57) 【要約】

ポリシロキサン含有ポリマーを含有しているシリコーン水中油エマルションが、調製されており、まず、不活性有機ポリシロキサンおよび/または有機流動体、適する触媒、そして任意に末端ブロック化剤存在下、複数のシロキサン含有モノマーおよび/または複数のシロキサン含有オリゴマーの重合により、ポリシロキサン含有ポリマーを調製していき；もし、必要とされたら、この反応を停止(クエンチ)させていくことによる。もし、必要とされたら、1種以上の界面活性剤が、該ポリシロキサン含有ポリマー中に導入されていてよく、均一油相を形成するに至る。水が、次いで、該均一油相に加えられており(全油相重量に基づいた0.1~10重量%のある1つの量において)、油中水エマルションを形成するに至る。剪断が、該油中水エマルションに適用されており、水中油エマルションに至る油中水エマルションの反転を起こすに至る。仕上げに、もし、必要とされたら、該水中油エマルションが、より多くの水を加えていくことにより、稀釈され得る。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリシロキサン含有ポリマーを含有するシリコーン水中油エマルジョンを調製する方法であって：

i) 不活性有機ポリシロキサンおよび/または有機流動体、適する触媒、および任意に末端ブロック剤の存在下、モノマーおよび/またはオリゴマーを含有しているシロキサン重合によりポリシロキサン含有ポリマーを調製し；および

ii) 必要とされた場合、該重合過程（プロセス）を停止させ（クウェンチし）；ここで、前記不活性流動体が、この結果得られてくる稀釈されたポリシロキサン含有ポリマー内で実質的に保持されており；

(iii) もし、必要とされたら、均一油相を形成させるように該ポリシロキサン含有ポリマー中に 1 種以上の界面活性剤を導入し；

(iv) 油中水エマルジョンを形成させるように該均一油相に水を加え、該水が、全油相重量に基づいた量 0.1 ~ 10 重量% で加えられており；

(v) 水中油エマルジョンへの該油中水エマルジョンの反転を起こさせるように該油中水エマルジョンに剪断を適用し；ならびに任意で

(vi) より多くの水を加えることにより、該水中油エマルジョンを稀釈する工程（ステップ）を含む、方法。

【請求項 2】

前記不活性流動体が、有機増量剤および/または可塑化剤および/または天然油であることを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記不活性流動体が、2 ~ 20 珪素（シリコン）原子を持っている環状シロキサンであることを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記不活性流動体が、シリコーン環状体からなり、前記シリコーンが、ポリジメチルガムである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記不活性流動体が、25 における粘度 0.65 ~ 10,000 ミリパスカル秒 (mPa·s) を持っているトリアルキルシリル終末化ポリジアルキルシロキサンであることを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記シロキサン含有ポリマーが、ポリ縮合、鎖延伸、ポリ付加、および開環の群から選択された重合過程（プロセス）経路で調製されることを特徴とする、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記重合触媒が、エマルジョン化に使用された界面活性剤の一部であることを特徴とする、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

前記ポリマーが、ポリ縮合反応経路で調製され、前記触媒が、ドデシルベンゼンスルホン酸であったことを特徴とする、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記均一油相が、25 において 1000 ~ 100000 ミリパスカル秒 (mPa·s) の均一油相であることを特徴とする、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

前記ポリマーが、以降の一般式：

$R_{(3-a)}R^1_aSiO[(R_2SiO)_b(RR^1SiO)_c]SiR_{(3-a)}R^1_a(1)$ のポリマーであり、式中、各 R が、同一もしくは異なっており、1 ~ 8 炭素原子を含有しているアルキル基、1 ~ 6 炭素原子を含有している置換アルキル基、もしくはフェニル基であり； R^1 が、ヒドロキシ基、加水分解可能基、不置換有機基であり；a が、0 もしくは 1

10

20

30

40

50

であり、 b が、整数であり、 c が、0 もしくは整数であり、和 $b + c$ が、少なくとも 200 の値に等しいことを特徴とする、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

和 $b + c$ が、少なくとも 1500 の値に等しいことを特徴とする、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に従い調製されたエマルジョン。

【請求項 13】

エマルジョン調製における、不活性有機ポリシロキサンおよび/または有機流動体の存在下、モノマーおよび/またはオリゴマーを含有しているシロキサン重合により得られる、ポリシロキサン含有ポリマーの使用。

10

【請求項 14】

パーソナルケア製品における、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に従い調製されたエマルジョンの使用。

【請求項 15】

塗料(ペイント)、建設への応用、テキスタイル繊維処理、皮革鞣し、布の柔軟化、洗濯への応用における布のケア、ヘルスケア、ホームケア、パーソナルケア、放出剤、水に基づいたコーティング、特に粗油パイプラインにおける油抵抗抑制、潤滑化、およびセルローズ材料を切っていくことの容易化における、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に従い調製されたエマルジョンの使用。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明が、複数の水中シリコンエマルジョン、これらエマルジョンを調製していくとの複数の方法、およびこれらの使用に関する。

【0002】

複数のシリコンエマルジョンが、当業界においてよく知られている。これらのようなシリコンエマルジョンが、(i) 機械的エマルジョン化、(ii) 逆転による機械的エマルジョン化、もしくは(iii) エマルジョン重合によるような複数の過程(プロセス)により、調製され得る。しかしながら、複数のシリコンゴムのようないくつかのシリコンの高粘度のために、これらのエマルジョン化が、全てに関し、現実的な複数の目的を持つが、エマルジョン重合に限られてしまっている。対照的に、低粘度、してみれば、低分子量を有する複数のシリコンが、容易に機械的に得られ得る。

30

【0003】

しばしば、シリコンゴムと言われた、複数の高分子量高粘度有機ポリシロキサンポリマーを、エマルジョン化させていくための複数の機械的方法を使用しようとする複数の試みが、大きく成功してきていないのが、該ポリマーの粘度のせいで、該ポリマー中に、ある1界面活性剤もしくは複数の界面活性剤のある1混合物を取り込ませるのに難しいからである。複数の高粘度シリコン、ある1界面活性剤、もしくは複数の界面活性剤のある1混合物を含有している複数の混合物中に水を取り込ませ、同時に逆転を起こさせるように十分な剪断を付与するのも難しい。加え、粒子サイズコントロールが、その重合過程(プロセス)の間中、実質的に除かれている揮発性溶媒の存在下、バッチ方式の機械的エマルジョン化に関与している過程(プロセス)に限られてきている。

40

【0004】

上に対照的に、本発明が、もし、いつもどおり伝統的に調製されたら、シリコンゴムもしくは同様の複数の高粘度ポリマーの粘度を持つと思われる複数のポリマーを包含している複数のシリコンポリマーを含んでいる複数の安定エマルジョンを生成させていくための高価でない手法を与える。

【0005】

本願が、複数のエマルジョンを調製するのに使用されている、25 において50 0

50

00 mPa・sよりも大きい、いつでもおり伝統的に調製された場合のある1粘度を持っている複数の有機ポリシロキサンポリマーに関する一方、複数のシリコーンゴムとしてその産業において知られた(例えば、25において粘度約1000000 mPa・s以上)、非常に高粘度の複数の有機ポリシロキサンポリマーに特に適切(per tinent)と考えられている。複数のシリコーンゴムが、高分子量の、一般的に線状のポリジ有機シロキサンもしくは分岐状のポリジ有機シロキサンであり、架橋していくことにより、優勢に弾性の状態へとそれらの高度に粘性の可塑状態から変換され得る。複数のシリコーンゴムが、しばしば、複数のシリコーンエラストマーおよび複数のシリコーンラバーの調製における主な複数の成分のうちの1種として使用されている。

【0006】

本発明の複数の目的に関し、これゆえ、シリコーンゴムが、1500以上のある1重合度を持っている剛性のゴム様の有機シロキサンポリマーを記述すると見なされ得る。これらのポリマーが、好ましくは実質的に線状であり、最も好ましくは完全に線状であり、直接粘度を非常に難しくするに充分高いある1粘度を持ち、こうしてしばしば、それらのWilliams可塑性数として(in terms of)言及されている。複数のゴムが、それらの見本が、25において3分間、圧縮荷重49ニュートン(N)に付された後、範囲約30~250中のWilliams可塑性数(ASTM D926、体積において 2 cm^3 および高さにおいておよそ10mmの円筒テスト見本のmmにおける厚さ $\times 100$)を典型的に持つ。

【背景技術】

【0007】

複数の高分子量シリコーンをエマルジョン化させていくに至る主な2ルートが、エマルジョン重合、もしくは、2~20硅素(シリコン)原子を含んでいる複数の環状シロキサンのような複数の低分子量シリコーン流動体を用いる予め形成された複数の高分子量ポリマーの稀釈である。これらのルートのどちらかを下って進んでいくと、打ち勝つのに極端に難しい数多くの加工の問題に至り得る。エマルジョン重合のケース中、末端生成物の分子量をコントロールするのに例外的に難しく、実際、このような過程(プロセス)から結果得られてくる粘度が、とても高いので、典型的に全く、このルート経由で製造された生成物の粘度を測定していくとの絶対の手段が、ない。本当に継続の過程(プロセス)を達成するのも難しい。非常に高粘度(25において1000000 mPa・sよりも大きい粘度)を持っている予め形成された複数のシロキサンポリマーが、稀釈するのに非常に難しいのが、該高分子量ポリマー中にブレンドするに至る複数の低分子量化合物を得るのに非常に難しいからである。

【0008】

米国(US特許)第5,973,068号が、シラノール終末化樹脂およびビニルモノマーのエマルジョン重合を論じる。該エマルジョン重合の過程(プロセス)における重合が、シリコーンと水との界面において起き、こうして重合速度が、そのより大きい表面積のためにより小さい粒子を用いてより速い。これゆえ、エマルジョン重合により、大きい粒子サイズ、高分子量の、複数の水中シリコーンゴムエマルジョンを生成させるようには考えられない。

【0009】

欧州特許(EP)第1646696号が、シリコーン水中油エマルジョンを調製していくとのある1方法を記載し、シリコーンゴムを含有している均一油相もしくは該均一油相において同様のものを含有している該均一油相を形成させていき;該均一油相と1種以上の界面活性剤を混合していき;継続相および分散相を含有している油中水エマルジョンを形成させるように該均一油相に水を加えていき;該水が、該均一油相におけるシリコーンの重量に基づいたら、約0.5~10重量%のある量において加えられており;水中油エマルジョンへの該油中水エマルジョンの逆転を起こさせるように、少なくとも15の、直径に対する長さの比(L/D)を持っている双スクリー押し出し機中、該油中水エマルジョンに高い剪断を適用していき;水添加により、該水中油エマルジョンを稀釈して

10

20

30

40

50

いくつの複数の工程（ステップ）を含んでいる。

【 0 0 1 0 】

欧州特許（EP）第 1 4 4 7 4 2 3 号が、水中シリコンエマルションの生成を目指すある 1 過程（プロセス）を記載し、ここで、ポリシロキサン流動体、少なくとも 1 界面活性剤、および水が、高剪断混合機（ミキサー）に継続的にくべられており、該混合機（ミキサー）から継続的に引き出されている粘性水中油エマルションを形成させるような割合においてである。該ポリシロキサン流動体が、非反応性流動体であっても鎖伸長反応に参画していくことの可能な複数の反応基を持ってよい。

【 発明の概要 】

【 課題を解決するための手段 】

10

【 0 0 1 1 】

本発明が、ポリシロキサン含有ポリマーを含有している複数のシリコン水中油エマルションを調製していくとのある 1 方法に向けられており：

(i) 不活性有機ポリシロキサンおよび/または有機流動体、適する触媒、および任意に末端ブロック化剤の存在下、複数のモノマーおよび/または複数のオリゴマーを含有しているシロキサンの重合により、ポリシロキサン含有ポリマーを調製していき；

(i i) 必要とされた場合、該重合の過程（プロセス）をクエンチしていき；ここで、この不活性流動体が、この結果得られてくる希釈されたポリシロキサン含有ポリマー内で実質的に保持されており；

20

(i i i) もし、必要とされたら、均一油相を形成させるように該ポリシロキサン含有ポリマー中に 1 種以上の界面活性剤を導入していき；

(i v) 継続相および分散相を含有している油中水エマルションを形成させるように該均一油相に水を加えていき；

(v) 水中油エマルションへの該油中水エマルションの逆転を起こさせるように該油中水エマルションに剪断を適用していき；および任意に

(v i) より多くの水を加えていくことにより、該水中油エマルションを希釈していく

との複数の工程（ステップ）を含んでいる。

【 発明を実施するための形態 】

30

【 0 0 1 2 】

本明細書中、使用された場合の < < 含んでいる > > の概念（コンセプト）が、この最も広い感覚において < < 包含する > > および < < からなる > > の観念を意味するように囲むように使用されている。本明細書中、言及された全ての粘度測定値が、他に指し示されなかったら、25 において測定された。

【 0 0 1 3 】

本願のために不活性流動体が、如何なる他の構成成分に向かっても反応性でないように意図されている実質的に非揮発性の流動体であり、つまり、工程（ステップ、i）の重合反応に化学的に参画もせず、工程（ステップ、i）～工程（ステップ、vi）のいずれかにおいて導入された複数の添加剤と化学的に相互作用もしない。本不活性流動体が、エマルション化の前に除かれていない。してみると、本不活性流動体が、本エマルション中において実質的に存在している。

40

【 0 0 1 4 】

ポリシロキサン含有ポリマーが、1 分子当たり多重の有機シロキサン基もしくはポリ有機シロキサン基を含んでいるある 1 ポリマーを意味するように意図されており、該ポリマーの鎖において有機シロキサン基もしくはポリ有機シロキサン基だけを実質的に含有しているある 1 ポリマー、および、その骨格が、有機シロキサン基および/またはポリ有機シロキサン基両方、例えば、そのポリマーの鎖において複数の有機ポリマー基を含有する複数のポリマーを包含するように意図されている。これらのようなポリマーが、複数のホモポリマーもしくは複数のコポリマーたり得、複数のブロックコポリマーおよび複数のラン

50

ダムコポリマーを包含しているが、これらに限られなかった。

【0015】

本発明と従い、ポリシロキサン含有ポリマーが、不活性流動体存在下、重合されており、好ましくは一般式：



を持ち、式中、各Rが、同一もしくは異なっており、1～8炭素原子を含有しているアルキル基、1～6炭素原子を含有している置換アルキル基、もしくは任意に置換されたフェニル基であり；R¹が、水素、ヒドロキシ基、加水分解可能基、不飽和有機基であり；aが、0もしくは1であり、bが、ある1整数であり、cが、0もしくはある1整数であり、和b+cが、少なくとも200、好ましくは少なくとも500、より好ましくは少なくとも1500のある1つの値に等しい。このようなポリマーが、ある程度 of 分岐を含んでよい（好ましくは10%未満、より好ましくは2%未満）。

10

【0016】

本願目的のために<<置換>>が、複数の炭化水素基に対する関連において使用された場合、該炭化水素基における1以上の水素原子が、別のある1置換基を用いて置き換えられてきていることを意味する。これらのような置換基の例が、塩素、弗素、臭素、および沃素のような複数のハロゲン原子；クロロメチル、過フルオロプロチル、トリフルオロエチル、およびノナフルオロヘキシルのような複数のハロゲン原子含有基；複数の酸素原子；（メタ）アクリルおよびカルボキシルのような複数の酸素原子含有基；複数の窒素原子；複数のアミン、複数のアミノ官能基、複数のアミド官能基、および複数のシアノ官能基のような複数の窒素原子含有基；複数の硫黄原子；ならびに、複数のメルカプト基のような複数の硫黄原子含有基を包含するが、これらに限られていない。

20

【0017】

本ポリマー鎖が、上の式(1)において描かれた複数の単位(ユニット)の複数の鎖から調製された複数のブロックを含んでよく、式中、これら2R基もしくはR基とR¹基とが：

両方ともアルキル基（好ましくは両方ともメチルもしくはエチル）、またはアルキル基およびフェニル基、またはアルキル およびフルオロプロピル、またはアルキル およびビニル、またはアルキル基および水素基。

30

である。典型的に少なくとも1ブロックが、複数のシロキサン単位(ユニット)を含むこととなり、式中、両R基が、アルキル基である。

【0018】

好ましくは本ポリシロキサン含有ポリマーが、実質的に有機ポリシロキサンの分子鎖を持つ一方、本ポリシロキサン含有ポリマーが、或いは少なくとも1ブロックの複数のシロキサン基を含んでいるブロック共重合体(コポリマー)骨格(背骨)および如何なる適する有機ベースのポリマー骨格をも含んでいる有機成分を含有してよい。この有機ポリマー骨格が、例えば、ポリスチレン、および/または、ポリ(-メチルスチレン)、ポリ(ビニルメチルスチレン)、ジエン、ポリ(p-トリメチルシリルスチレン)、およびポリ(p-トリメチルシリル- -メチルスチレン)のような複数の置換ポリスチレンを含んでよい。該ポリマー骨格において取り込まれていてよい他の複数の有機成分が、複数のアセチレン終末化オリゴフェニレン、複数のビニルベンジル終末化芳香族ポリスルホンオリゴマー、複数の芳香族ポリエステル、芳香族ポリエステルに基づいた複数のモノマー、複数のポリアルキレン、複数のポリウレタン、複数の脂肪族ポリエステル、複数の脂肪族ポリアミド、および複数の芳香族ポリアミド、ならびに同様のものを包含してよい。

40

【0019】

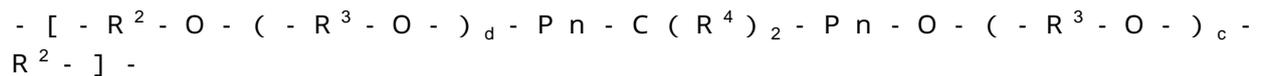
しかしながら多分、ポリシロキサン含有ポリマーにおける最も好まれた有機ベースの複

50

数のポリマーブロックが、ポリオキシアルキレンベースの（ポリオキシアルキレンに基づいた）複数のブロックである。これらオキシアルキレン単位（ユニット）が、必ずしもポリオキシアルキレンモノマーと徹底して同じではないが、単位（ユニット）単位（ユニット）で異なり得る。ポリオキシアルキレンブロックが、例えば、複数のオキシエチレン単位（ユニット、 $-C_2H_4-O-$ ）；複数のオキシプロピレン単位（ユニット、 $-C_3H_6-O-$ ）；もしくは複数のオキシブチレン単位（ユニット、 $-C_4H_8-O-$ ）；またはこれらの複数の混合物から構成され得る。好ましくはポリオキシアルキレンポリマー骨格が、複数のオキシエチレン単位（ユニット）および/または複数のオキシプロピレン単位（ユニット）から本質的になる。

【0020】

本ポリシロキサン含有ポリマーにおける他の複数のポリオキシアルキレンブロックが、例えば、構造 -



の複数の単位（ユニット）を包含してよく、式中、P nが、1, 4-フェニレン基であり、各R²が、同一もしくは異なっており、2～8炭素原子を持っている2価炭化水素基であり、各R³が、同一もしくは異なっており、エチレン基、プロピレン基、もしくはイソプロピレン基であり、各R⁴が、同一もしくは異なっており、水素原子もしくはメチル基であり、下添え字dおよび下添え字eの各々が、範囲3～30中のプラスの（+）整数である。

【0021】

好ましくは本不活性流動体が、有機ポリシロキサン伸長剤および/または有機ポリシロキサン可塑化剤、および/または、有機伸長剤もしくは有機可塑化剤、または、3～20硅素（シリコン）原子を含んでいる環状シロキサンから選ばれている。好ましくは本不活性流動体が、25において0.65 mPa・s～25において10000 mPa・sのある1粘度を持つ。

【0022】

本願のためにある1伸長剤（時々、加工助剤もしくは2次可塑化剤とも言われた）が、本シール剤製剤の特性にマイナスの影響（悪影響）を実質的に及ぼしていることなく、本製品をより経済的に競争力のあるようにするよう例えば、シリコンに基づいた製品を稀釈するのに典型的に使用されたある1化合物である。

【0023】

ある1可塑化剤（他に、1次可塑化剤として言及された）が、硬化された複数のエラストマーの柔軟性および丈夫さを増加させるようにポリマーに基づいた最終生成物内での特性を与えるようにシリコンに基づいた複数の組成物に加えられている。これが、一般的に、硬化されたポリマー組成物のガラス転移温度（T_g）の抑制により、達成されており、これにより、例えば、該エラストマー（例えば、ある1シール剤）の弾性を高めている。複数の可塑化剤が、複数の伸長剤よりも一般的に揮発性でないような傾向にある。

【0024】

適する複数の不活性液体が、ある程度の置換を含んでよい複数のトリアルキルシリル終末化ポリジアルキルシロキサンおよびこれらの複数の誘導体を包含し、但し、本不活性流動体における如何なる複数の置換基も本重合反応に参画しない。本不活性流動体上のこれら置換基が、複数の炭化水素基に関しての複数の置換基の前の定義において同定されたものと好ましくは同一である。好ましくは各アルキル基が、同一でも異なってもよく、1～8炭素原子を含むが、好ましくはメチル基もしくはエチル基であり、好ましくは25において0.65～100000 mPa・sのある1粘度を有し、最も好ましくは25において10～10000 mPa・sである。

【0025】

10

20

30

40

50

本不活性流動体が、如何なる適する有機伸長剤／有機可塑化剤をも含んでよい。複数の鉱油伸長剤および複数の鉱油可塑化剤が、しかしながら特に好まれている。複数の例が、少なくとも12、例えば、12～25炭素原子を含有している線状アルケンもしくは分岐状アルケンもしくはこれらの複数の混合物のような複数の線状もしくは分岐状1置換炭化水素；および／または、複数の線状（例えば、n-パラフィン）鉱油、複数の分岐状（イソ-パラフィン）鉱油、複数の環状（ナフテンとしてある先行技術において言及された）鉱油、およびこれらの複数の混合物を含んでいる複数の鉱油分画を包含する。好ましくは利用されたこれら炭化水素が、1分子当たり少なくとも10、好ましくは少なくとも12、最も好ましくは20よりも多い炭素原子を含む。

【0026】

他の好まれた複数の鉱油伸長剤が、複数のアルキルシクロ脂肪族化合物、複数の低分子量ポリイソブチレン、複数の燐酸エステル、本ポリマーと反応性でない複数のポリアルキルベンゼンを包含しているアルキルベンゼンを包含する。

【0027】

複数の鉱油分画の如何なる適する混合物も本発明における伸長剤として利用されていてよいが、複数の高分子量伸長剤（例えば、>220）が、特に好まれている。複数の例が：

-
複数のアルキルシクロヘキサン（分子量>220）；

ノルマル（n-）パラフィン炭化水素および／またはイソ（i-）パラフィン炭化水素（線状分岐状パラフィン炭化水素）1～99%、好ましくは15～80%、ならびに、複数の環状炭化水素（ナフテン炭化水素）1～99%、好ましくは85～20%、ならびに、複数の芳香族炭素原子最大3%、好ましくは最大1%を含有している複数のパラフィン炭化水素およびこれらの複数の混合物

を包含する。これら環状パラフィン炭化水素（ナフテン炭化水素）が、環状炭化水素および／または多環状炭化水素を含有してよい。複数の鉱油分画の如何なる適する混合物も使用されていてよく、例えば：

(i) パラフィン炭素原子60～80%およびナフテン炭素原子20～40%および芳香族炭素原子最大1%；

(ii) ナフテン油30～50%、好ましくは35～45%、ならびに、パラフィン油および／またはイソパラフィン油70～50%；

(iii) ナフテン炭化水素流動体>60重量%、多環状ナフテン炭化水素流動体少なくとも20重量%、およびASTM D-86沸点>235を含有している複数の炭化水素流動体；

(iv) 炭化水素100重量部に基ついたら、ナフテン炭化水素>40重量部、ならびに、パラフィン炭化水素および／またはイソパラフィン炭化水素<60重量部（未満）を持っている炭化水素流動体

を含有している複数の混合物である。

【0028】

好ましくは鉱油に基ついた本伸長剤もしくはこれの混合物が、以降の複数のパラメータのうち少なくとも1種を含む：

(i) 150よりも大きい、最も好ましくは200よりも大きい、分子量；

(ii) 230以上の当初沸点（ASTM D 86に従いながら）；

(iii) 0.9以下の粘度密度定数値（ASTM D 2501に従いながら）；

(iv) 1分子当たり平均少なくとも12炭素原子、最も好ましくは1分子当たり12～30炭素原子；

(v) 70以上のアニリン点、最も好ましくは該アニリン点が、80～110である（ASTM D 611に従いながら）；

10

20

30

40

50

- (v i) 本伸長剤の20～70重量%のナフテン含量、鉱油に基づいた伸長剤が、該伸長剤の30～80重量%のパラフィン含量を持つ(ASTM D 3238に従いながら) ;
- (v i i) -50～60の流動点(ASTM D 97に従いながら) ;
- (v i i i) 40での、1～20cStの運動粘度(ASTM D 445に従いながら) ;
- (i x) 0.7～1.1の比重(ASTM D 1298に従いながら) ;
- (x) 20での、1.1～1.8の屈折率(ASTM D 1218に従いながら) ;
- (x i) 15での、700kg/m³よりも大きい、密度(ASTM D 4052に従いながら) ; および/または
- (x i i) 100よりも大きい、より好ましくは110よりも大きい、引火点(ASTM D 93に従いながら)
- (x i i i) 少なくとも+30のsaybolt色(ASTM D 156に従いながら)
- (x i v) 250ppm以下の水含量
- (x v) 2.5ppm未満の硫黄含量(ASTM D 4927に従いながら)。

【0029】

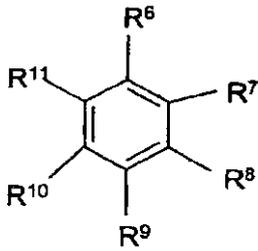
他の複数の有機伸長剤が、例のために、複数の脂肪酸および複数の脂肪酸エステル、使用に適する複数のアルキルベンゼン化合物を含んでよく、重いアルキレートアルキルベンゼンもしくはアルキルシクロ脂肪族化合物を包含する。複数の伸長剤および/または複数の可塑化剤として有用な複数のアルキル置換アリアル化合物の例が、アリアル基、特にアルキル置換基および考えられる他の置換基により置換されたベンゼン、ならびに、少なくとも200の分子量を持つ複数の化合物である。

【0030】

使用に適する複数のアルキルベンゼン化合物が、重いアルキレートアルキルベンゼンもしくはアルキルシクロ脂肪族化合物を包含する。複数の伸長剤および/または複数の可塑化剤として有用な複数のアルキル置換アリアル化合物の例が、アリアル基、特にアルキル置換基そしてできれば他の置換基により置換されたベンゼン、ならびに、少なくとも200の分子量を持つ複数の化合物である。これらのような伸長剤の例が、米国特許第4,312,801号において記載されており、この内容が、本明細書により援用されている。これらの化合物が、一般式(2)、(3)、(4)、および(5) : -

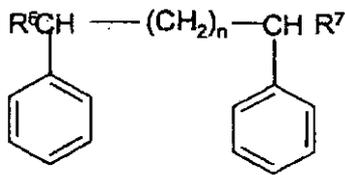
【0031】

【化 1】



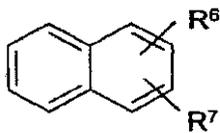
(2)

10

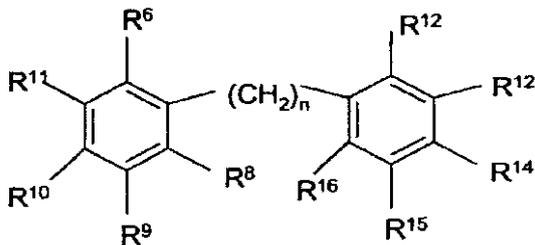


(3)

20



(4)



(5)

30

により表され得、式中、 R^6 が、1～30炭素原子のアルキル鎖であり、 $R^7 \sim R^{16}$ の各々が、独立に、水素、アルキル、アルケニル、アルキニル、ハロゲン、ハロアルキル、ニトリル、アミン、アミド、アルキルエーテルのようなある1エーテル、もしくは、アルキルエステル基のようなある1エステルから選ばれており、 n が、1～25のある1整数である。

40

これらのうち、式(2)中、 R^7 、 R^8 、 R^9 、 R^{10} 、および R^{11} の各々が、水素であり、 R^6 が、 $C_{10} \sim C_{13}$ アルキル基である。このような化合物の特に有用な源が、いわゆる<<重いアルキレート>>であり、これらが、油蒸留後の油精練から回収可能である。一般的に蒸留が、範囲230～330中の温度において行われ、<<重いアルキレート>>が、より軽い方の複数の分画の蒸留されて離されてしまった後の残っている分画(単数)において存在している。

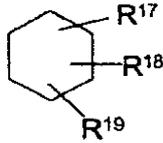
【0032】

50

複数のアルキルシクロ脂肪族化合物の例が、220を超える分子量を有する複数の置換シクロヘキサンである。これらのような化合物の例が、欧州特許（EP）第0842974号において記載されており、この内容が、本明細書により援用されている。これらのような化合物が、一般式（6）

【0033】

【化2】



(6)

により表されていてよく、式中、R¹⁷が、1~25炭素原子の直鎖もしくは分岐アルキル基であり、R¹⁸およびR¹⁹が、独立に水素またはC_{1~25}直鎖もしくは分岐鎖アルキル基から選ばれている。

あるいは本不活性流動体が、鉱油に基づかなかつた適する天然油もしくはこれのある1混合物を含んでよく、つまり、複数の動物、複数の種、および複数の実由来のものであり、どの鉱油由来でもなく（つまり、石油由来でも石油に基づいた油由来でもない）、例えば、扁桃（アーモンド）油、アボカド油、牛脂、ボラージュ（borrage）油、バター脂肪、カノーラ油、カルダノール（cardanol）、カシューナッツ油、カシューナッツ殻液、蓖麻子油、柑橘種油、ココアバター、椰子（ココナッツ）油、鱈肝油、玉蜀黍（コーン）油、綿種油、クフェア（cuphea）油、大待宵草（オオマツヨイグサ）油、麻油、ホホバ油、ラード、亜麻仁油、マカダミア油、メンハーデン油、燕麦（オート）油、オリーブ油、パーム核油、パーム油、落花生（ピーナッツ）油、芥子（ポピー）種油、菜種油、米糠油、紅花油（サフラワーオイル）、紅花油（サフラワーオイル、高オレイン酸）、胡麻油、大豆油、向日葵油、向日葵油（高オレイン酸）、トール油、茶の木油、ロート油、胡桃油、えの油、複数の脱水蓖麻子油、杏油、松の実油、クワイの実油、アマゾンの実油、扁桃（アーモンド）油、パバサー油、アルガンオイル、黒クミン油、上漆油、カロフィルム（calophyllum）油、椿油、人参油、紅花（コウカ）油、瓜油、デイジー油、グレープシードオイル、フォラハ（foraha）油、ホホバ油、クイーンズランド油、オノエテラ（onoethera）油、蓖麻油、タマヌ（tamanu）油、ブラジル椰子油、ならびに、ピルチャード油、鱈油、および鱈油のような魚油のようである。本伸長剤が、あるいは上の複数の混合物および/または上の1種以上の複数の誘導体を含んでよい。

【0034】

広く種々の天然油誘導体が、入手可能である。これらが、複数のエステル交換天然植物油、煮亜麻仁油のような複数のボイル天然油、複数の吹き込み天然油、および複数のスタンド天然油を包含する。適するエステル交換天然植物油のある1例が、バイオディーゼル油として知られており、エステル交換生成物が、利用された供給物に依るある範囲のエステルを生成させるように水酸化ナトリウム触媒もしくは水酸化カリウム触媒存在下、メタノールと、菜種のような、複数の種から機械的に抽出された複数の天然植物油を反応させていくことにより、生成された。複数の例が、例えば、オレイン酸メチル（ $\text{C}_7\text{H}_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{CH}_3$ ）を包含するかもしれない。

【0035】

熱（thermallyもしくはheat）重合油としても知られている複数のスタンド天然油が、空気（エア）非存在下、上昇温度において生成されている。該油が、該油において天然に存在している複数の2重結合を横切り、架橋していくことにより、重合する。これら結合が、炭素炭素タイプのものである。複数のスタンド油が、薄く着色されており、

10

20

30

40

50

酸性度において低い。これらが、複数の吹き込み油よりも広い範囲の粘度を伴って生成され得、粘度においてより安定である。一般的に、複数のスタンド油が、亜麻仁油および大豆油から生成されているが、他の複数の油に基づいても製造され得る。複数のスタンド油が、表面コーティングの産業において広く使用されている。

【 0 0 3 6 】

酸化された、増粘された、酸化的に重合された油としても知られており、該油を通り空気（エア）を吹いていくことにより、上昇温度において生成されている複数の吹き込み油。再び該油が、これら2重結合を横切り、架橋していくことにより、重合するが、このケース中、この架橋結合中に取り込まれた複数の酸素分子が、ある。過酸化、過酸化水素、および複数のヒドロキシル基も存在している。複数の吹き込み油が、複数のスタンド油よりも広い範囲の油から生成されてよい。一般的に、複数の吹き込み油が、複数のスタンド油に比した場合、色においてより暗く、より高い酸性度を持つ。使用された広い範囲の原材料のため、複数の吹き込み油が、多くの多様な産業における使用を見だし、例えば、複数の吹き込み亜麻仁油が、表面コーティングの産業において使用されており、複数の吹き込み菜種油が、しばしば複数の潤滑剤において使用されている。

10

【 0 0 3 7 】

本組成物において包含されていてよい不活性流動体の量が、本組成物の推されている目的、関連された不活性流動体（単数もしくは複数）の分子量等のような複数の要因に依ることとなる。一般的に、しかしながら、本不活性流動体（単数もしくは複数）の分子量が、より高いと、より少なく、本組成物において寛容されるが、このような複数の高分子量不活性流動体が、より低い揮発性という利点の追加を持つ。典型的な複数の組成物が、70%重量/重量に至るまでの不活性流動体（単数もしくは複数）を含有することとなる。より適する複数のポリマー生成物が、5~60%重量/重量の不活性流動体（単数もしくは複数）を含む。

20

【 0 0 3 8 】

本発明過程（プロセス）の工程（ステップ、i）において調製されたこのような複数のポリシロキサン含有ポリマーが、種々のルートにより調製されていてよく、生成されたこれらポリマーが、該ポリマー上で必要とされた終末基化を与えることとなる複数の化合物を用いて末端キャップ化されており、但し、該ポリマーあるいはこの複数の前駆体および/または複数の中間体が、本重合過程（プロセス）の間中、上記された不活性流動体中、希釈されている。これらポリマーの調製に至る好まれた複数のルートが：

30

- (i) 多縮合
- (i i) 開環 / 平衡
- (i i i) 多付加
- (i v) 鎖伸長

を包含する。

【 0 0 3 9 】

(i) 多縮合（つまり、水、アンモニア、もしくはメタノール等のような低分子量副生成物（単数もしくは複数）の脱離を伴う多重の複数のモノマーおよび/または複数のオリゴマーの重合）。如何なる適する多縮合反応経路も利用されていてよい。

40

【 0 0 4 0 】

これら出発原料の複数の縮合可能末端基の間で目論まれた反応の種類が、最も好ましくは、例えば、水もしくはメタノールもしくは同様のものの放出と相互作用し得るヒドロキシル末端基および/または加水分解可能末端基を持っている複数の化合物の相互作用に一般的に関連（リンク）されている。しかしながら、以降の羅列（リスト）が、本発明組成物の硬化過程（プロセス）に関し、考慮されているかもしれない他の複数の相互作用を指し示す： -

50

- 1) 複数の有機アルコキシシリル基との複数の有機ハロシリル基の縮合
- 2) 複数の有機アシロキシシリル基との複数の有機ハロシリル基の縮合
- 3) 複数の有機シラノールとの複数の有機ハロシリル基の縮合
- 4) 複数のシラノラートとの複数の有機ハロシリル基の縮合
- 5) 複数の有機シラノール基との複数の有機ヒドロシリル基の縮合
- 6) 複数の有機アシロキシシリル基との複数の有機アルコキシシリル基の縮合
- 7) 複数の有機シラノール基との複数の有機アルコキシシリル基の縮合
- 8) 複数の有機シラノール基との複数の有機アミノシリル基の縮合
- 9) 複数のシラノラート基との複数の有機アシロキシシリル基の縮合
- 10) 複数の有機シラノールとの複数の有機アシロキシシリル基の縮合
- 11) 複数の有機シラノール基との複数の有機オキシモシリル基の縮合
- 12) 複数の有機シラノールとの複数の有機エノキシシリル基の縮合
- 13) 少なくとも1アルコキシシラン官能基を含有しているシロキサン化合物との1以上のヒドロシラン官能基を含んでいるシロキサン化合物の縮合であって、複数の炭化水素副生成物を発生させている。

10

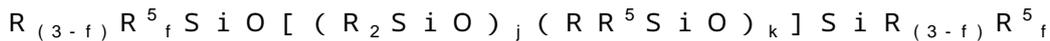
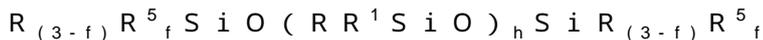
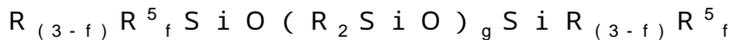
【0041】

最も好ましくは複数のモノマー/複数のオリゴマーならびにヒドロキシル末端基および/またはアルコキシ末端基を有する複数の中間体の間で起き、これにより、副生成物として水もしくは複数のアルコールを生成させていく縮合反応である。

【0042】

本重合過程(プロセス)に好まれた方法が、例えば：

20



を包含している式(1)の複数の直鎖前駆体および/または複数の分岐有機ポリシロキサンの重合である。

30

式中、Rが、前に定義されたとおりであり、R⁵が、-OH、もしくは、1~6炭素原子を持っているアルコキシ基であり、好ましくはメトキシ基もしくはエトキシ基であり、fが、0もしくは1であり、好ましくは1であり、gが、2~100のある1整数であり、hが、2~100であり、jが、1~100のある1整数であり、kが、1~100のある1整数である。ある幾らかの分岐が、ポリマー鎖における他の複数の基の存在と共に起きることが、あるが、好ましくはこれが、最小に保たれている。

【0043】

これら上の出発原料が、好ましくは25において10mPa・s~5000mPa・sのある1粘度を持つ。

【0044】

上の複数の過程(プロセス)のうちの多くが、触媒の存在を必要とする。如何なる適する多縮合触媒も利用されていてよく、複数の有機錫金属触媒のような、錫、鉛、アンチモン、鉄、カドミウム、バリウム、マンガン、亜鉛、クロム、コバルト、ニッケル、チタン、アルミニウム、ガリウムもしくはゲルマニウム、およびジルコニウムに基づいた触媒を包含しており、2-エチルヘキサン酸鉄、2-エチルヘキサン酸コバルト、2-エチルヘキサン酸マンガン、2-エチルヘキサン酸鉛、および2-エチルヘキサン酸亜鉛が、或いは使用されていてよい。

40

【0045】

複数の錫触媒が、酒石酸トリエチル錫、オクタン酸錫、オレイン酸錫、ナフテン酸錫、三2-エチルヘキサン酸ブチル錫、酪酸錫、三スベリン酸カルボメトキシフェニル錫、三

50

セロチン酸イソブチル錫、および二有機錫塩、特に、ニラウリン酸ジブチル錫、二酪酸ジメチル錫、ジブチル錫ジメトキシド、二酢酸ジブチル錫、ビスネオデカン酸ジメチル錫、二安息香酸ジブチル錫、オクタン酸錫（II、第一）、二ネオデカン酸ジメチル錫、二オクタン酸ジブチル錫のような二カルボン酸ジ有機錫化合物を包含してよい。ニラウリン酸ジブチル錫、二酢酸ジブチル錫が、特に好まれている。

【0046】

複数のチタナート触媒が、それぞれ一般式 $Ti[OR^{20}]_4$ および $Zr[OR^{20}]_4$ に従っているある1化合物を含んでよく、式中、各 R^{20} が、同一でも異なってもよく、1価の、1級、2級、もしくは3級脂肪族炭化水素基を表し、1~10炭素原子を含有している線状もしくは分岐状であってよい。任意に該チタナートが、複数の一部不飽和基を含有してよい。しかしながら、 R^{20} の好まれた複数の例が、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、3級ブチル、および、2,4-ジメチル-3-ペンチルのような分岐2級アルキル基を包含するが、これらに拘束されていない。好ましくは、各 R^{20} の同一である場合、 R^{20} が、イソプロピル基、分岐2級アルキル基、もしくは3級アルキル基であり、特に、3級ブチルである。複数の例が、チタン酸テトラブチル、チタン酸テトライソプロピル、または、例えば、ビス(アセチルアセトニル)チタン酸ジイソプロピル、ビス(エチルアセトアセトニル)チタン酸ジイソプロピル、ビス(エチルアセト酢酸)ジイソプロポキシチタン、および同様のもののようなキレート化されたチタン酸もしくはキレート化されたジルコン酸を包含する。適する複数の触媒の更なる例が、欧州特許(E P)第1 254 192号および/または国際公開(WO)第2001 49 774号において記載されており、これらの内容が、本明細書により援用されている。使用された触媒の量が、使用されている硬化系(システム)に依るが、典型的に、全組成物の0.01~3重量%である。

10

20

【0047】

本発明における重合に適する、使用されていてよい他の複数の縮合触媒たる、プロトン酸、ルイス酸、有機塩基および無機塩基、金属塩、および有機金属錯体(ルイス酸触媒。 <<ルイス酸>> が、共有結合を形成させるように電子対を取り上げようとする如何なる物質でもある)が、例えば、三弗化硼素、 $FeCl_3$ 、 $AlCl_3$ 、 $ZnCl_2$ 、および $ZnBr_2$ を包含する。

【0048】

より好まれたのが、式 $R^{21}SO_3H$ の複数の酸性縮合触媒のような複数の縮合特異的触媒であり、式中、 R^{21} が、好ましくは、例えば、ヘキシル基もしくはドデシル基のような6~18炭素原子を持っているアルキル基、フェニル基のようなアリール基、またはジニル-もしくはジドデシル-ナフチルのようなアルキルアリール(アルカリール)基を表す。水が、任意に加えられていてよい。好ましくは R^{21} が、ドデシルベンゼンスルホン酸(DBSA)のような6~18炭素原子を持っているアルキル基を持っているアルキルアリール(アルカリール)基である。他の複数の縮合特異的触媒が、n-ヘキシルアミン、テトラメチルグアニジン、ルビジウムカルボン酸塩(カルボキシラート、カルボキシレート)もしくはセシウムカルボン酸塩(カルボキシラート、カルボキシレート)、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、もしくは水酸化ストロンチウム、ならびに、当業界において、例えば、英国(GB特許)第895 091号、英国(GB特許)第918 823号、および欧州特許(E P)第0 382 365号中、述べられているとおりの他の複数の触媒を包含する。また好まれたのが、塩化ホスホニトリルに基づいた複数の触媒であり、例えば、米国(US特許)第3,839,388号、米国(US特許)第4,564,693号、もしくは欧州特許(E P)第215 470号に従いながら調製されたものであり、ハロゲン化ホスホニトリルイオンに基づいた複数の触媒であり、英国(GB特許)第2,252,975号中、記載されたとおりであり、一般式 $[X(PX_2=N)]_p P X_3]^+ [M^2 X_{(m-n+1)} R^{111}_m]^-$ を持っており、式中、Xが、ハロゲン原子を指定し、 M^2 が、ポーリングの尺度に従いながら1.0~2.0のある1電気陰性度を持っているある1元素であり、 R^{111} が、12に至るまでの炭素原子を持っているアルキル基であり、p

30

40

50

が、1～6のある1つの値を持ち、mが、 M^2 の価数もしくは酸化状態であり、nが、 $0 \sim m - 1$ のある1つの値を持つ。

【0049】

或いは本触媒が、以降の一般式：-



を持っている複数の有機珪素(シリコン)ラジカル(基)を含有している酸素含有クロロホスファゼンを含んでよく、式中

Z^1 が、酸素経由で燐に結合された有機珪素(シリコン)ラジカル(基)、塩素原子、もしくはヒドロキシル基を表し

qが、0もしくは1～8のある1整数を表す。本触媒が、上および/またはこれの複数の互変異性体(トートマー)の複数の縮合生成物をも含んでよい(Z^1 が、ヒドロキシル基である場合、本触媒が、互変異性体(トートマー)の形において存在する)。

【0050】

本発明における触媒として使用されているかもしれない更なる代替りの触媒が、如何なる適する化合物でもあり、国際公開(WO)第01/79 330号において定義されたとおり、少なくとも1四置換硼素原子を含んでいる複数の陰イオンのある1つの源、および、少なくとも1シラノール基との相互作用の可能な複数のプロトンを与えていく。

【0051】

本触媒の活性が、好ましくは非活性とするように本触媒と反応する中和剤を使用していくことにより、クエンチされている。典型的にこれら酸タイプの縮合触媒のケース中、該中和剤が、モノ/ジおよびトリアルカノールアミン、例えば、モノエタノールアミン(MEA)およびトリエタノールアミン(TEA)のようなある1アミンのような適する塩基である。DBSA触媒を使用している複数の系(システム)のケース中、代替りのクエンチ手段が、DBSAを吸収し安定ポリマーを残しておくように見いだされた複数のアルミナシリケートゼオライト材料を包含する。大抵のケース中、触媒残渣が、ポリマー生成物中、残り、または、ふさわしい場合、濾過方法もしくは代替りの方法により、除かれていることが、ある。ホスファゼンに基づいた複数の触媒のケース中、望まれた粘度の到達されてきている場合、本過程(プロセス)において得られた有機珪素(シリコン)化合物の粘度が、ある1手順により、一定(コンスタント)に保たれ得、ここで、使用された触媒が、または、縮合および/または平衡に、および同様に付されているべき有機珪素(シリコン)化合物との反応により、この触媒から形成されてきている反応生成物が、複数の有機珪素(シリコン)化合物の縮合および/または平衡を促進させ、ホスファゼンとの接続において今日に至るまで用いられてきている複数の阻害剤もしくは複数の不活性化剤、例えば、トリスノニルアミン、n-ブチルリチウム、リチウムシロキサノラート、ヘキサメチルシクロトリシラザン、ヘキサメチルジシラザン、および酸化マグネシウムの添加により、阻害されているかもしくは不活性化されている。

【0052】

ふさわしい場合、如何なる適する末端ブロック化剤も、本重合反応を停止させ、これにより、ここでの平均分子量を限るが、ポリマー(a)におけるふさわしい複数の末端基を導入するように使用されていてよい。

【0053】

(II) 平衡/開環

開環重合のような平衡重合過程(プロセス)用の出発原料が、ある1シクロシロキサンである(環状シロキサンとしても知られた)。有用である複数の環状シロキサンが、よく知られており、商品として入手可能な材料である。これらが、一般式($R^{22}SiO$)_rを持ち、式中、各 R^{22} が、アルキル基、アルケニル基、アリール基、もしくはアリールアルキル(アラールキル)基から選ばれており、rが、3～12のある1つの値を有するある1つの整数を指定する。 R^{22} が、例えば、弗素もしくは塩素のようなハロゲンによる置換を

10

20

30

40

50

含有し得る。該アルキル基が、例えば、メチル、エチル、*n*-プロピル、トリフルオロプロピル、*n*-ブチル、2級ブチル、および3級ブチルたり得る。該アルケニル基が、例えば、ビニル、アリル、プロペニル、およびブテニルたり得る。該アリール基および該アリーラルキル(アラルキル)基が、例えば、フェニル、トリル、およびベンゾイルたり得る。好まれた複数の基が、メチル、エチル、フェニル、ビニル、およびトリフルオロプロピルである。好ましくは全てのR²²基のうち少なくとも80%が、メチル基もしくはフェニル基であり、最も好ましくはメチルである。好ましくはrの平均値が、3~6である。適する複数の環状シロキサンの例が、オクタメチルシクロテトラシロキサン、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、シクロペンタ(メチルビニル)シロキサン、シクロテトラ(フェニルメチル)シロキサン、シクロペンタメチル水素シロキサン、およびこれらの複数の混合物である。商品として入手可能な特に適する1材料が、オクタメチルシクロテトラシロキサンおよびデカメチルシクロペンタシロキサンを含んでいるある1混合物である。典型的に湿気が、これらモノマー中において存在している。存在するその水が、これらポリマー上の複数のOH末端基を形成させていき、これにより、更なる重合を防いでいくことにより、ある1末端ブロッカーとして作用する。

【0054】

如何なる適する触媒も使用されていてよい。これらが、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、もしくは水酸化セシウムのようなアルカリ金属水酸化物、アルカリ金属アルコキシドもしくはアルカリ金属水酸化物とある1アルコールとの錯体、カリウムシラノラート、セシウムシラノラート、ナトリウムシラノラート、およびリチウムシラノラート、もしくはトリメチルカリウムシラノラートのようなアルカリ金属シラノラートを包含する。利用されているかもしれない他の複数の触媒が、水酸化テトラアルキルアンモニウムとシロキサンテトラマーとの反応により誘導された触媒、および、本明細書中、前記されたとおりの硼素に基づいた複数の触媒を包含する。

【0055】

しかしながら平衡タイプの複数の反応に最も好まれている複数の触媒が、本明細書中、前記されたとおり、複数のハロゲン化ホスホニトリル、複数のホスファゼン酸、および複数のホスファゼン塩基である。

【0056】

必要とされた場合、得られたポリマーが、該ポリマーの分子量を規制していくとのある1手段としておよび/または官能基を加えるように末端ブロック化されていてよい。この末端ブロック化機能が、上で論じられたとおり水により達成され得る一方、他の適する複数の末端ブロック化剤が、ポリマー(a)に関し、必要とされた複数の末端基を生成させるように、稀釈された該ポリマーにおいて調製されたこの結果得られてくるポリマー構成分の複数の終末基と反応していくことの可能な1基を持っている複数のシランを包含する。

【0057】

(III) 多付加

本明細書のために<<多付加>>過程(プロセス)もしくは<<付加重合>>過程(プロセス)が、重合過程(プロセス)であり、これにより、縮合反応における様でなく、水もしくは複数のアルコールのような副生成物も重合の間中、そのモノマーの同時反応剤およびそのオリゴマーの同時反応剤から発生されていない。好まれた付加重合ルートが、適する触媒存在下、不飽和有機基、例えば、アルケニル基もしくはアルキニル基と、Si-H基との間でのヒドロシリル化反応である。このルートにおいて適する複数のシランが、複数のモノマーおよび/または複数のオリゴマーを含有しているシロキサン同様、利用されていてよい。

【0058】

典型的に本多付加ルートが、本伸長剤および/または本可塑化剤、および適する触媒、および任意に末端ブロック化剤存在下、付加反応経路経由で

a) (i) ある1有機ポリシロキサンもしくは(ii) ある1シランを： -

10

20

30

40

50

b) 1種以上の有機ポリシロキサンポリマーと反応させていくことにより；必要とされた場合、この重合過程（プロセス）を止めていく（クエンチ）ことにより、複数のブロック共重合体（コポリマー）を形成させるように利用されている。

【0059】

有機ポリシロキサンもしくはシラン（a）が、付加タイプの複数の反応をしていくことの可能な少なくとも1基を含有しているある1シラン（a）（ii）および付加タイプの複数の反応をしていくことの可能な複数の基を含有している有機ポリシロキサンモノマー（a）（i）から選ばれている。有機ポリシロキサンもしくはシラン（a）が、ポリマー（b）とのふさわしい付加反応をしていくことの可能なような複数の置換基を含有しなければならぬ。好まれた付加反応が、不飽和基とSi-H基との間でのヒドロシリル化反応である。

10

【0060】

好ましくはシラン（a）（ii）が、（b）との付加タイプの複数の反応をしていくことの可能な、少なくとも1、好ましくは2基を持つ。該付加反応が、ヒドロシリル化反応である場合、該シランが、不飽和構成成分を含有してよいが、好ましくは少なくとも1Si-H基を含有する。最も好ましくは各シランが、1以上のSi-H基を含有する。これら1以上のSi-H基に加え、好まれた複数のシランが、例えば、アルキル基、アルコキシ基、アシロキシ基、ケトキシマト基、アミノ基、アミド基、酸アミド基、アミノキシ基、メルカプト基、アルケニロキシ基、および同様のものを包含してよい。これらの間で、アルコキシ基、アシロキシ基、ケトキシマト基、アミノ基、アミド基、アミノキシ基、メルカプト基、およびアルケニロキシ基が、好まれている。本水素化珪素（シリコン）（シリコンヒドリド）の現実的な複数の例が、トリクロロシラン、メチルジクロロシラン、ジメチルクロロシラン、およびフェニルジクロロシラン（のような）ハロシラン；トリメトキシシラン、トリエトキシシラン、メチルジエトキシシラン、メチルジメトキシシラン、およびフェニルジメトキシシランのような、アルコキシシラン；メチルジアセトキシシランおよびフェニルジアセトキシシランのような、アシロキシシラン；ならびに、ビス（ジメチルケトキシマト）メチルシランおよびビス（シクロヘキシルケトキシマト）メチルシランのような、ケトキシマトシランである。これらの間で、ハロシランおよびアルコキシシランが、好まれている。特に好まれたシランが、例えば、メチルジメトキシシラン（H-Si(-CH₃)(-OCH₃)₂)を包含する。

20

30

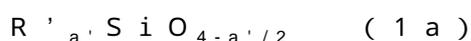
【0061】

シラン（a）（ii）と（b）との間の付加反応が、結果、ポリマー鎖伸長過程（プロセス）を与え、または、予め必要とされた複数の末端基を用いてある1ポリマーを末端ブロック化するある1手段として、このケース中、本伸長剤が、シラン（a）（ii）との組み合わせにおいて加えられていてよく、つまり、該付加反応直前にであり、もしくは、ポリマー（b）の重合の間中、存在していてよく、このようにシラン（a）（ii）が、本伸長剤存在下、重合されてきている伸長されたポリマー（b）に加えられていることが認められる。

40

【0062】

有機ポリシロキサンモノマー（a）（i）が、好ましくは直鎖および/または分岐有機ポリシロキサンの形であり、式（1a）



の複数の単位（ユニット）を含んでおり、式中、各R'が、同一でも異なっていてよく、1～18炭素原子を持っている炭化水素基、1～18炭素原子を持っている置換炭化水素基、もしくは18に至るまでの炭素原子を持っている炭化水素オキシ基を指定し、a'が、平均、1～3のある1つの値を持ち、好ましくは1.8～2.2である。好ましくは各R'が、同一もしくは異なっており、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチ

50

ル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ウンデシル、およびオクタデシルのようなアルキル基；シクロヘキシルのようなシクロアルキル；フェニル、トリル、キシリル、ベンジル、および2-フェニルエチルのようなアリール；ならびに、3,3,3-トリフルオロプロピル、3-クロロプロピル、およびジクロロフェニルのようなハロゲン化炭化水素基により例えられているが、これらに限られなかった。ある幾つかのR'基が、水素基であってよい。好ましくはこれらポリジ有機シロキサンが、ポリジアルキルシロキサンであり、最も好ましくはポリジメチルシロキサンである。(a)が、有機ポリシロキサンモノマーである場合、該有機ポリシロキサンモノマーが、付加反応過程(プロセス)経路で、(b)の少なくとも2基、典型的にその複数の終末基と反応可能である少なくとも1基を持たなければならない。好ましくは有機ポリシロキサン(a)(i)が、1分子当たり少なくとも1Si-Hを含み、好ましくは1分子当たり少なくとも2Si-H基を含む。好ましくは有機ポリシロキサン(a)(i)が、式 $H(R')_2SiO_{1/2}$ のシロキサン基を用いて末端ブロック化されており、式中、各R'が、炭化水素基もしくは置換炭化水素基であり、最も好ましくはアルキル基である。好ましくは有機ポリシロキサン(a)(i)が、25において10mPa・s~5000mPa・sのある1粘度を持つ。

10

【0063】

有機ポリシロキサンポリマー(b)が、好ましくは直鎖および/または分岐有機ポリシロキサンであり、式(1b)



20

の複数の単位(ユニット)を含んでおり、式中、各R''''が、同一でも異なっていてよく、1~18炭素原子を持っている炭化水素基、1~18炭素原子を持っている置換炭化水素基、もしくは18に至るまでの炭素原子を持っている炭化水素オキシ基を指定し、a'が、前に記載されたとおりである。好ましくはどのR''''基も水素基でなくてよい。好ましくは各R''''が、同一もしくは異なっており、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、ウンデシル、およびオクタデシルのようなアルキル基；シクロヘキシルのようなシクロアルキル；フェニル、トリル、キシリル、ベンジル、および2-フェニルエチルのようなアリール；ならびに、3,3,3-トリフルオロプロピル、3-クロロプロピル、およびジクロロフェニルのようなハロゲン化炭化水素基により例えられているが、これらに限られなかった。

30

【0064】

有機ポリシロキサンポリマー(b)が、如何なる適する有機ポリシロキサンポリマー骨格をも含んでよいが、好ましくは線状もしくは分岐状であり、少なくとも1、好ましくは少なくとも2置換基を含み、これ(ら)が、付加反応経路経路で、有機ポリシロキサンもしくはシラン(a)における前述された複数の基と反応することとなる。好ましくはポリマー(b)の(各)付加反応置換基が、終末基である。有機ポリシロキサンもしくはシラン(a)が、少なくとも1Si-H基を含む場合、有機ポリシロキサンポリマー(b)上の好まれた複数の置換基が、これらSi-H基と相互作用するように設計(デザイン)されているが、好ましくは複数の不飽和基であり(例えば、アルケニル終末化、例えば、エテニル終末化、プロペニル終末化、アリル終末化($CH_2=CHCH_2-$))または複数の $CH_2=C(CH_3)-CH_2-$ 基のようなアクリルもしくはアルキルアクリルを用いて終末化されている。これらアルケニル基の代表的な非限定例が、以降の複数の構造により示されている： $H_2C=CH-$ 、 $H_2C=CHCH_2-$ 、 $H_2C=C(CH_3)CH_2-$ 、 $H_2C=CHCH_2CH_2-$ 、 $H_2C=CHCH_2CH_2CH_2-$ 、および $H_2C=CHCH_2CH_2CH_2CH_2-$ 。複数のアルキニル基の代表的な非限定例が、以降の複数の構造により示されている： $HC\equiv C-$ 、 $HC\equiv CCH_2-$ 、 $HC\equiv C(CH_3)-$ 、 $HC\equiv C(CH_3)_2-$ 、 $HC\equiv C(CH_3)_2CH_2-$ 。或いは、本不飽和有機基が、ある1アクリレート、ある1メタクリレート、および同様のもののようなアルケニル基および/またはアルキニル基のような有機官能基炭化水素たり得る。複数のアルケニル基が、特に好まれている。

40

50

【0065】

有機ポリシロキサンもしくはシラン(a)が、1付加反応可能基だけを含み、(b)が、有機ポリシロキサンもしくはシラン(a)と反応することとなる2付加反応可能基を含むケース中、この結果得られてくる生成物が、<<ABA>>タイプのポリマー生成物となる。一方で、有機ポリシロキサンもしくはシラン(a)両方が、2付加反応可能基を含み、(b)が、有機ポリシロキサンもしくはシラン(a)と反応することとなる2付加反応可能基を含む場合、これら2成分間の相互作用が、複数の(AB)_nブロック共重合体(コポリマー)に至らしめると思われ、ここで、該ポリマーの長さが、これら2構成成分の相対量により大きく左右されている。

【0066】

このヒドロシリル化ルートが、そのポリマーの背骨(骨格)において複数の有機基を含む有機ポリシロキサンポリマーを使用していくことにより、もしくは、例えば、複数のアルケニル終末化ポリエーテルを用いて有機ポリシロキサンポリマー(b)を置き換えていくことにより、複数のシリコン有機共重合体(コポリマー)を調製するのに利用されてよいことも認められる。してみると、本発明の線状加水分解不可能(AB)_nブロック共重合体(コポリマー)が、複数のSiH終末化ジアルキルシロキサン流動体との複数のアルケニル終末化ポリエーテルの触媒化ヒドロシリル化により調製され得る。この結果得られてくる共重合体(コポリマー)が、複数の炭素-酸素結合(つまり、プロピレンオキシ基)に硅素(シリコン)を通して結合された複数のポリオキシアルキレンブロックのある1つの組み合わせであり、これら末端ブロック化基が、アリルシロキシ基、プロ

10

20

【0067】

選択された付加反応が、ヒドロシリル化反応である場合、如何なる適するヒドロシリル化触媒も利用されていてよい。これらのようなヒドロシリル化触媒が、ポリオキシエチレン上の不飽和炭化水素基とのSiH終末化有機ポリシロキサンの複数の硅素結合水素原子の反応を容易化させる如何なる金属含有触媒によっても例証されている。これら金属が、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証されている。

【0068】

複数のヒドロシリル化触媒が、以降により、例証されている：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、塩化白金酸およびジビニルテトラメチルジシロキサンの錯体、炭素担体上で吸着された白金微粒子、Pt(A₁L₂O₃)のような金属酸化物担体上で担持された白金、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)、PtCl₂、PtCl₄により例えられたハロゲン化白金(II、第一)、Pt(CN)₂、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えられた不飽和化合物とのハロゲン化白金(II、第一)の錯体、スチレンヘキサメチル二白金。これらのような貴金属触媒が、米国特許第3,923,705号において記載されており、複数の白金触媒を示すように本明細書により援用された。好まれた1白金触媒が、Karsstedtの触媒であり、Karsstedtの米国特許第3,715,334号および米国特許第3,814,730号において記載されており、本明細書により援用された。Karsstedtの触媒が、トルエンのようなある1溶媒中、白金1重量%を典型的に含有している白金ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体である。好まれた別のある1白金触媒が、塩化白金酸と、終末脂肪族不飽和を含有している有機硅素(シリコン)化合物との反応生成物である。これが、米国特許第3,419,593号において記載されており、本明細書により援用された。本触媒として最も好まれたのが、塩化白金(II、第一)と、ジビニルテトラメチルジシロキサンとの中和錯体であり、例えば、米国特許第5,175,325号において記載されたとおりである。

30

40

【0069】

RuCl₃(Bu₂S)₃のようなルテニウム触媒、ならびに、ルテニウム1,1,1-

50

トリフルオロアセチルアセトナート、ルテニウムアセチルアセトナート、および三ルテニウムドデカルボニルもしくはルテニウム 1, 3 - ケトエノラートのようなルテニウムカルボニル化合物が、或いは使用されていてよい。

【0070】

本発明における使用に適する他の複数のヒドロシリル化触媒が、例えば、 $[Rh(O_2CCH_3)_2]_2$ 、 $Rh(O_2CCH_3)_3$ 、 $Rh_2(C_8H_{15}O_2)_4$ 、 $Rh(C_5H_7O_2)_3$ 、 $Rh(C_5H_7O_2)(CO)_2$ 、 $Rh(CO)[Ph_3P](C_5H_7O_2)$ 、 $RhX^4_3[(R^3)_2S]_3$ 、 $(R^2_3P)_2Rh(CO)X^4$ 、 $(R^2_3P)_2Rh(CO)H$ 、 $Rh_2X^4_2Y^4_4$ 、 H_aRh_b オレフィン_cCl_d、 $Rh(O(CO)R^3)_{3-n}(OH)_n$ のようなロジウム触媒を包含し、式中、 X^4 が、水素、塩素、臭素、もしくは沃素であり、 Y^4 が、メチルもしくはエチルのような、アルキル基、CO、 C_8H_{14} 、または $0.5C_8H_{12}$ であり、 R^3 が、アルキルラジカル(アルキル基)、シクロアルキルラジカル(シクロアルキル基)、もしくはアリールラジカル(アリール基)であり、 R^2 が、アルキルラジカル(アルキル基)、アリールラジカル(アリール基)、もしくは酸素置換ラジカル(酸素置換基)であり、 a が、0もしくは1であり、 b が、1もしくは2であり、 c が、1~4を包含して整数であり、 d が、2、3、もしくは4であり、 n が、0もしくは1である。 $Ir(OOCCH_3)_3$ 、 $Ir(C_5H_7O_2)_3$ 、 $[Ir(Z^2)(エン)_2]_2$ 、もしくは $[Ir(Z^2)(ジエン)]_2$ のような如何なる適するイリジウム触媒も使用されていてよく、式中、 Z^2 が、塩素、臭素、沃素、もしくはアルコキシであり、エンが、ある1オレフィンであり、ジエンが、シクロオクタジエンである。

10

20

【0071】

本ヒドロシリル化触媒が、本組成物 1, 000, 000部当たり(ppm)、元素白金族金属 0.001重量部ぐらい少ないのに等価なある量において本組成物に加えられていてよい。好ましくは、本組成物における本ヒドロシリル化触媒の濃度が、元素白金族金属少なくとも 1 ppmの等価を与えていくことの可能なものである。元素白金族金属約 3~50 ppmの等価を与えている触媒濃度が、一般的に、好まれた量である。

【0072】

典型的に(a)が、少なくとも 2 Si-H基を持つ場合、典型的に、本過程(プロセス)が、およそ 1:1のモル比の(b)に対する(a)を使用しながら完遂されている。しかしながら、複数の有用な材料が、ある過剰の(a)もしくは(b)を用いて本過程(プロセス)を完遂していくことにより調製されていてよいが、これが、これら材料のより効率的でない使用と見なされると思われる。典型的に、不飽和を含有している材料(b)が、全ての Si-Hが、本反応において消費されていることを確実にするよう僅かな過剰において使用されている。本発明において使用されたポリマー(b)が、好ましくは複数の不飽和末端基を用いて終末化されているので、複数の末端ブロック化剤が、このルート経由で本ポリマーを調製していく場合、典型的に必要とされていない。しかしながら、これらが、もし、必要とされたら、利用されていてよい。

30

【0073】

任意にヒドロシリル化ルートが、重合に利用されている場合、適するヒドロシリル化触媒阻害剤の必要とされていることが、ある。如何なる適する白金族タイプの阻害剤も使用されていてよい。有用な1タイプの白金触媒阻害剤が、米国特許第 3, 445, 420号において記載されており、ある特定の幾つかのアセチレン阻害剤およびこれらの使用を示すように本明細書により援用されている。好まれた分類(クラス)のアセチレン阻害剤が、これらアセチレンアルコール、特に 2-メチル-3-ブチン-2-オールおよび/または 1-エチニル-2-シクロヘキサノールであり、25において白金に基づいた触媒の活性を抑圧する。第2のタイプの白金触媒阻害剤が、米国特許第 3, 989, 667号において記載されており、ある特定の幾つかのオレフィンシロキサン、これらの調製、およびこれらの白金触媒阻害剤としての使用を示すように本明細書により援用されている。第3のタイプの白金触媒阻害剤が、1分子当たり 3~6メチルビニルシロキサン単位(ユニット)を持っている複数のポリメチルビニルシロキサンを包含する。

40

50

【0074】

これらのヒドロシリル化触媒を含有している複数の組成物が、典型的に、特にもし、ある1阻害剤が、使用されていれば、現実的な速度において硬化するのに70以上の温度において熱していくことを必要とする。室温での硬化が、典型的に、本架橋剤および本阻害剤が、その2部のうちの1部中にあり、白金が、もう一方の1部中にある2部系（システム）の使用により、これらのような系（システム）を用いて完成されている。白金量が、室温での硬化をするように増加されている。白金触媒阻害剤最適濃度が、上昇温度においてこれら本組成物を硬化させるに必要とされた時間間隔を過剰に延ばしていくことなく、常温での望まれた保管安定性もしくはポットライフを与えることとなるものである。この量が、広く変動することとなり、使用されている特定阻害剤に依ることとなる。白金1モル当たり阻害剤1モルぐらい低い阻害剤濃度が、ある幾つかの例中、約70を上回る温度における望ましいレベルの保管安定性および十分に短い硬化期間を与える（yield）こととなる。他の複数のケース中、白金1モル当たり、10モル、50モル、100モル、500モル、もしくはこれよりも多くに至るまでの阻害剤濃度が、必要とされていることが、ある。与えられた組成物における特定阻害剤に関する最適濃度が、ルーティーンの実験作業により求められ得る。

10

【0075】

これらのような反応を高めると知られている複数の追加成分が、本ヒドロシリル化反応に加えられ得る。これらの成分が、白金に基づいた複数の触媒との組み合わせにおいて緩衝化効果を持つ酢酸ナトリウムのような複数の塩を包含する。

20

【0076】

このタイプの重合に関し、使用されたヒドロシリル化触媒量が、室温においてもしくは室温を上回る温度において：

(a) その選択が、少なくとも1、好ましくは少なくとも2 Si-H基を含有しなければならない(i)ある1有機ポリシロキサンもしくは(ii)ある1シランと；

(b) 1種以上の有機ポリシロキサンポリマーもしくは各分子終末において不飽和炭化水素基を持っているある1ポリオキシエチレンのようなこれゆえある1代替品との間のある1反応を加速させるに十分な量のある限り、狭く限られていない。この触媒の実際の量が、利用された特定触媒に依ることとなり、容易に予言可能でない。しかしながら、白金含有触媒に関し、その量が、成分(a)および成分(b)1,000,000重量部毎に白金1重量部ぐらい低くたり得る。該触媒が、成分(a)および成分(b)1,000,000部当たり10~120重量部のある量において加えられ得るが、典型的に、(a)および(b)1,000,000部当たり10~60重量部のある量において加えられている。

30

【0077】

ふさわしい場合、ヒドロシリル化ルート経由で得られた複数のポリマーも本硬化剤としてある1有機水素シロキサンの組み合わせにおけるヒドロシリル化反応触媒により、硬化および/または架橋され得、但し、生成された各ポリマー分子が、該有機水素シロキサンと架橋していくのに適する少なくとも2不飽和基を含有する。本組成物の硬化を有効とするに、該有機水素シロキサンが、1分子当たり2よりも多い硅素（シリコン）結合水素原子を含有しなければならない。該有機水素シロキサンが、例えば、1分子当たり約4~20硅素（シリコン）原子を含有し得、25での約10 Pa·sに至るまでのある1粘度を持つ。該有機水素シロキサンにおいて存在する複数の硅素（シリコン）結合有機基が、さもなければエチレン不飽和もしくはアセチレン不飽和のない1~4炭素原子の置換アルキル基および置換されたのではないアルキル基を包含し得る。

40

【0078】

(IV) 鎖伸長

このケース中、予め調製された最終ポリマー組成物中に鎖伸長剤を加えていくよりもむしろ、該伸長剤が、鎖伸長重合工程の間中、該ポリマー中に混合されている。典型的に、ポリマー出発原料が、選ばれたこれら鎖伸長化材料との相互作用に適する複数の末端基を

50

持っているある1有機ポリシロキサンである。典型的に、これらポリマー末端基が、加水分解可能であるかもしくは付加反応（典型的に、ヒドロシリル化）に適しているかどうかであり、該鎖伸長化材料が、該ポリマーを鎖伸長させる適する複数の反応基を持っているとの基準に基づき選択されている。ヒドロキシル末端基および/または加水分解可能末端基を持っている複数の鎖伸長化ポリマーに好まれた複数の鎖伸長化材料が、本明細書中、前記されたとおりである。

【0079】

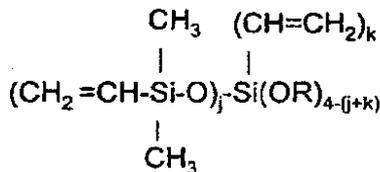
ヒドロシリル化ルート経由での複数の付加反応に適するアルケニル基もしくはSi-H基（典型的に、複数の末端基）を有する予め形成された複数のポリマーに関し、本鎖伸長剤が、選択されたポリマー上のそれぞれの付加反応基と付加反応することとなる2基を含有することとなる。これらのような鎖伸長剤が、例えば：-

2アルケニル基を含んでいるある1シラン、ある1ジヒドロシラン、2~25のある1重合度および1終末基当たり少なくとも1Si-アルケニル結合を持っているある1ポリジアルキルシロキサン、2~25のある1重合度および1終末基当たり少なくとも1Si-H結合を持っているある1ポリジアルキルシロキサン、ここで、各アルキル基が、独立に、1~6炭素原子を含む；

一般式

【0080】

【化3】



を有する複数の有機硅素（シリコン）化合物

を包含してよく、式中、Rが、本明細書中、前記されたとおりであり、jが、1、2、もしくは3であり、kが、0もしくは1であり、j+kが、2もしくは3であり、以降の複数の式(ViMe₂SiO)₂SiVi(OMe)₁、(ViMe₂SiO)₁SiVi(OMe)₂、(ViMe₂SiO)₂SiVi(OEt)₁、(ViMe₂SiO)₁SiVi(OEt)₂、(ViMe₂SiO)₃Si(OMe)₁、(ViMe₂SiO)₂Si(OMe)₂、(ViMe₂SiO)₃Si(OEt)₁、および(ViMe₂SiO)₂Si(OEt)₂を有する複数の化合物により例えられた。本明細書中、使用されたとおり、Viが、ビニル基を表し、Meが、メチル基を表し、Etが、エチル基を表す。

本鎖伸長反応を触媒するように使用された触媒が、行うべき反応により、求められている。起きている反応が、縮合反応である場合、本明細書中、前記されたとおりの如何なる適する縮合触媒も利用されていてよい。起きている反応が、ヒドロシリル化反応である場合、本明細書中、前記されたとおりの如何なる適するヒドロシリル化触媒も利用されていてよい。

【0081】

必要とされた場合、本ポリマーが、複数の加水分解可能終末基を含有し、縮合に対する関連において上記されたとおりの複数の末端ブロック化剤が、ふさわしい複数の終末基を得るように利用されていてよい。必要とされた場合、本ポリマーが、追加の複数の付加反応可能終末基を含有し、多付加に対する関連において上記されたとおりの複数の末端ブロック化剤が、ふさわしい複数の終末基を得るように利用されていてよい。

【0082】

本過程（プロセス）が、如何なる適する混合機（ミキサー）上でもバッチ方式もしくは継続的に完遂され得る。ある1多縮合のケース中、発生された水が、例えば、メチルトリメトキシシランの様な加水分解可能シランを使用しながら、化学的乾燥（ケミカルドライ）させていくことにより、または、エバポレーション手法、凝集化手法、もしくは遠心化

10

20

30

40

50

手法を使用しながら、物理的分離により、除かれ得る。

【0083】

鎖伸長が、好まれたとおり、バッチモードもしくは継続モードの操作において関わられた過程（プロセス）に適する如何なる温度および圧においても行われてよい。してみると、これらホスファゼン触媒化方法のケース中、重合が、50 ~ 200、より好ましくは80 ~ 160の温度において起きてよい。輪をかけて、この縮合の間中、形成された複数の副生成物、例えば、水、HCl、もしくはアルコールの除去を容易化させるに当たり、これら有機硅素（シリコン）化合物の縮合および/または平衡が、80 kPaを下回るある圧において完遂されていてよい。複数の縮合副生成物の除去に向かったの代わりに複数の方法が、例えば、メチルトリメトキシシラン（ふさわしい場合）の様な加水分解可能シランを使用しながら、化学的乾燥（ケミカルドライ）させていくことによる、または、エバポレーション手法、凝集化手法、もしくは遠心化手法を使用しながら、物理的分離による、除去を包含する。

10

【0084】

本過程（プロセス）が、如何なる適する混合機（ミキサー）上でもバッチ方式もしくは継続的に完遂され得る。ある1多縮合のケース中、発生された水が、例えば、メチルトリメトキシシランの様な加水分解可能シランを使用しながら、化学的乾燥（ケミカルドライ）させていくことにより、または、エバポレーション手法、凝集化手法、もしくは遠心化手法を使用しながら、物理的分離により、除かれ得る。

20

【0085】

好ましくはエマルション化していく前の本ポリマーおよび不活性流動体の混合物の粘度が、25での粘度範囲1000 ~ 100000 mPa・s中にあり、好ましくは本エマルションにおけるポリマーの粘度が、25において100000 mPa・sよりも大きい。

【0086】

如何なる適する界面活性剤もしくは複数の界面活性剤の組み合わせも利用されていてよい。該界面活性剤が、一般に、非イオン界面活性剤、陽イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、もしくは両性界面活性剤たり得るが、本発明の過程（プロセス）を完遂していく全ての手順が、全ての界面活性剤と共に使用され得るわけではない。使用された界面活性剤量が、該界面活性剤に依りながら変動することとなるが、一般的に、本ポリジ有機シロキサンに基づいたら約30重量%に至るまでである。

30

【0087】

複数の非イオン界面活性剤の例が、 C_{12-16} アルコールのような長鎖脂肪アルコールもしくは脂肪酸とのエチレンオキシドの縮合体、ある1アミンもしくはある1アミドとのエチレンオキシドの縮合体、エチレンおよびプロピレンオキシドの縮合生成物、グリセロールエステル、スクロース、ソルビトール、脂肪酸アルキロールアミド、スクロースエステル、弗化（フルオロ）界面活性剤、脂肪アミンオキシド、ポリエチレングリコール長鎖（12 ~ 14C）アルキルエーテル、ポリオキシアルキレンソルビタンエーテル、ポリオキシアルキレンアルコキシラートエステル、ポリオキシアルキレンアルキルフェノールエーテル、エチレングリコールプロピレングリコール共重合体（コポリマー）、およびアルキル多糖、例えば、構造 $R^{24} - O - (R^{25}O)_s - (G)_t$ の材料のようなポリオキシアルキレンアルキルエーテルを包含し、式中、 R^{24} が、線状もしくは分岐状アルキル基、線状もしくは分岐状アルケニル基、またはアルキルフェニル基を表し、 R^{25} が、アルキレン基を表し、Gが、還元糖を表し、sが、0もしくは+の整数を表し、tが、+の整数を表し、米国特許第5,035,832号において記載されたとおりである。複数の非イオン界面活性剤が、加え、ポリビニルアルコール（PVA）およびポリビニルメチルエーテルのような複数のポリマー界面活性剤を包含する。

40

【0088】

商品として入手可能な適する複数の非イオン界面活性剤の代表例が、Uniqema（ICI Surfactants）、Wilmingon、デラウェア州により、商品

50

名 B R I J (登録商標) 下、販売されたポリオキシエチレン脂肪アルコールを包含する。ある幾つかの例が、ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテルとして知られたエトキシ化アルコールたる B R I J (登録商標) 35 液体およびポリオキシエチレン(4)ラウリルエーテルとして知られた別のある1エトキシ化アルコールたる B R I J (登録商標) 30 である。ある幾つかの追加の非イオン界面活性剤が、Dow Chemical Company、Midland、ミシガン州により、商標 T E R G I T O L (登録商標) 下、販売されたエトキシ化アルコールを包含する。ある幾つかの例が、エトキシ化トリメチルノナールとして知られたエトキシ化アルコールたる T E R G I T O L (登録商標) T M N - 6 ; および、商標 T E R G I T O L (登録商標) 15 - S - 5、T E R G I T O L (登録商標) 15 - S - 12、T E R G I T O L (登録商標) 15 - S - 15、および T E R G I T O L (登録商標) 15 - S - 40 下、販売された種々のこれらエトキシ化アルコール、つまり、 $C_{12} \sim C_{14}$ エトキシ化2級アルコールである。複数の珪素(シリコン)原子を含有している複数の界面活性剤も使用され得る。

10

【0089】

適する複数の両性界面活性剤の例が、イミダゾリン化合物、アルキルアミノ酸塩、およびベタインを包含する。特定の複数の例が、ココミドプロピルベタイン、ヒドロキシ硫酸ココミドプロピル、ココベタイン、ココアミド酢酸ナトリウム、ココジメチルベタイン、N-ココ-3-アミノ酪酸、およびイミダゾリニウムカルボキシル(カルボン酸)化合物を包含する。適する複数の両性界面活性剤の代表例が、イミダゾリン化合物、アルキルアミノ酸塩、およびベタインを包含する。

20

【0090】

複数の陽イオン界面活性剤の例が、水酸化オクチルトリメチルアンモニウム、水酸化ドデシルトリメチルアンモニウム、水酸化ヘキサドシルトリメチルアンモニウム、水酸化オクチルジメチルベンジルアンモニウム、水酸化ドシルジメチルベンジルアンモニウム、水酸化ジドデシルジメチルアンモニウム、水酸化ジオクタドシルジメチルアンモニウム、水酸化獣脂トリメチルアンモニウム、および水酸化ココトリメチルアンモニウムのような水酸化4級アンモニウム、並びに、これらの材料の対応している塩、脂肪アミンおよび脂肪酸アミドおよびこれらの誘導体、塩基性ピリジニウム化合物、ベンズイミダゾリン4級アンモニウム塩基、およびポリプロパノールポリエタノールアミンを包含する。適する複数の陽イオン界面活性剤の他の代表例が、アルキルアミン塩、スルホニウム塩、およびホスホニウム塩を包含する。

30

【0091】

適する複数の陰イオン界面活性剤の例が、硫酸ラウリルのような硫酸アルキル、アクリレート/ C_{10-30} アルキルアクリレート交差(クロス)ポリマーのようなポリマー、ヘキシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、ドシルベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、セチルベンゼンスルホン酸、およびミリスチルベンゼンスルホン酸のようなアルキルベンゼンスルホン酸および塩; モノアルキルポリオキシエチレンエーテル硫酸エステル; アルキルナフチルスルホン酸; アルカリ金属スルホレチナート、椰子(ココナッツ)油酸スルホン化モノグリセリドのような脂肪酸スルホン化グリセリルエステル、スルホン化1価アルコールエステル塩、アミノスルホン酸アミド、脂肪酸ニトリルのスルホン化生成物、スルホン化芳香族炭化水素、ホルムアルデヒドとのナフタレンスルホン酸の縮合生成物、オクタヒドロアントラセンスルホン酸ナトリウム、アルカリ金属アルキル硫酸塩、硫酸エステル、およびスルホン酸アルキルアリアル(アルカリアル)を包含する。複数の陰イオン界面活性剤が、高級脂肪酸アルカリ金属石鹸、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのようなスルホン酸アルキルアリアル、硫酸長鎖脂肪アルコール、硫酸オレフィンおよびスルホン酸オレフィン、硫酸化モノグリセリド、硫酸化エステル、スルホン化エトキシ化アルコール、スルホスクシナート、アルカンスルホナート、燐酸エステル、イセチオン酸アルキル、タウリン酸アルキル、およびザルコシン酸アルキルを包含する。好まれた陰イオン界面活性剤の1例が、Bio-Soft N-300の名の下、商品として販売されている。Stephan Company、Northfi

40

50

e 1 d、イリノイ州により上市されたトリエタノールアミン線状アルキラートスルホナー
ト組成物である。

【0092】

これら上の界面活性剤が、個々にもしくは組み合わせにおいて使用されていてよい。

【0093】

本発明の好まれた実施形態中、本重合触媒が、加えて本エマルジョン化過程（プロセス）
中、関与されたこれら界面活性剤もしくはこれらのうちの1界面活性剤であるようにと
のある1観点と共に選択されている。界面活性剤として作用し得る特に好まれた触媒ファ
ミリーが、例えば、DBSAのような酸性縮合触媒である。

【0094】

ある1分散体の継続相が、分散相となる場合、複数の相逆転が、一般的に起き、もしく
は逆も同じ（v.v.）である。複数の液体/液体分散体における複数の相逆転が、一般
的に2方法のうちの1方法により有効とされていると、当業界において知られている。該
継続相となる、高い充分な比の該分散相のあるまでずっと、ある逆転が、該相の比を変え
ていくことにより起こされていることが、ある。或いは、これら2相用の界面活性剤の親
和性（アフィニティ）が、該逆転を起こすに当たり代えられている場合、遷移逆転の起き
ることが、ある。典型的に、本発明において起きているこれら逆転が、該相の比における
ある1変更により起きる。

【0095】

これゆえ、本発明に従いながら、複数のエマルジョンを調製するのに使用された逆転方
法が、ポリマーを含有している希釈されたポリシロキサンを含有している油相を形成させ
ていき、該油相を混合していき、煽動していくことにより完遂され得る。限られた、非常
に少量の水が、工程（ステップ）を踏む方式で該油相に加えられており、こうして、ある
逆転が、起き、水中油エマルジョンが、形成されている。一般的に、必要とされた水の量
が、該油相において存在するポリマーを含有しているポリシロキサンの累積重量に基づい
たら、約0.5~10重量%である。好ましくは、水量が、該油相において存在するポリ
マーを含有している該ポリシロキサンの重量に基づいたら、約1~5重量%となる。該水
が、2~4の部分で（portions、2~4に分けて）加えられ得る一方、単一部分
で（portion）の水の添加が、好まれている。水の当初の添加が、本界面活性剤を
包含し得る。望まれた粒子サイズの到達された後、該エマルジョンが、好まれた固形分含
量を完成するように水の残部（バランス）を用いて希釈されている。

【0096】

本発明の過程（プロセス）により生成されたこれらエマルジョンが、高分子量ポリマー
を含有している複数の高濃度の大きい粒子ポリシロキサンを持っている複数の新規材料を包含
している、複数のポリマー濃度、複数の粒子サイズ、および複数の分子量を含有している
、広く種々のポリシロキサンを持ち得る。該粒子サイズが、例えば、0.1~1000マ
イクロメートルの範囲内で選択され得る。

【0097】

当初の相逆転過程（プロセス）において使用された水および/または界面活性剤の量が
、最終エマルジョン粒子サイズへのあるインパクトを持つことが、ある。例えば、もし、
ある1エマルジョンが、2例における同量の水を用いて形成されているが、第1において
大量の水が、本相逆転工程（ステップ）前、混合されており、第2において少量の水が、
本相逆転工程（ステップ）前、混合されており、次いで、本相逆転工程（ステップ）後、
残っている追加の水を混合していけば、第1エマルジョンが、一般的に、第2よりも大き
い粒子サイズを持つこととなる。如何に該水が、加えられていようが、使用された水の全
量が、当該エマルジョン重量に基づいたら、一般的に約1~99重量%、好ましくは約6
~約99重量%である。

【0098】

もし、望まれたら、他の複数の材料が、これらエマルジョンのいずれかの相に加えられ
得、例えば、複数の香料（perfumes）、複数の充填剤、複数のリラックス剤、複

10

20

30

40

50

数の着色料、複数の増粘剤、複数の保存料、もしくは、複数の医薬品、複数の消泡剤、複数の凍結解凍安定剤、pHを緩衝するような複数の無機塩、および複数の増粘剤のような複数の活性成分である。

【0099】

本発明のこれらエマルションが、一般的に、約1～約94重量%の範囲中のシリコーン積載を持ち得る。

【0100】

本発明の複数のエマルションが、例えば、髪、皮膚、粘膜、もしくは歯の上でのようなパーソナルケアへの複数の応用における、複数のシリコーンエマルションに関して知られた大抵の応用において有用である。これらの応用中、このシリコーンが、潤滑性であり、
 複数の皮膚用クリーム、複数のスキンケアローション、複数の保湿剤、面皰除去剤もしくは
 雀斑除去剤のような顔用の（フェイシャル）複数の処理剤、複数のシャワーゲル、液体
 石鹸、複数の棒状石鹸、ハンド衛生化剤、およびハンドワイプのようなパーソナルクレン
 ザーおよびフェイシャルクレンザー、複数の入浴剤オイル、複数の香料（*perfumes*）、
 複数の香り（*fragrances*）、複数のコロン、複数の香り袋、複数の脱臭
 剤、太陽からの複数の保護クリーム、太陽からの複数の保護ローション、太陽からの保護
 スプレー、太陽からの保護スティック、および太陽からの複数の保護ワイプ、複数の自己
 染め（*tanning*）クリーム、複数の自己染め（*tanning*）ローション、自己
 染め（*tanning*）スプレー、および複数の自己染め（*tanning*）ワイプ、髭
 剃り前および髭剃り後（アフターシェーブ）ローション、日焼け後ローションおよび複数
 の日焼け後クリーム、複数の抗汗スティック、柔らかい固体および複数のロールオン、複
 数のハンド衛生化剤、複数の髭剃り用石鹸、および複数の髭剃り用フォームの特性を向上
 させる。同様に、複数のヘアシャンプー、濯ぎ落とし（リンスオフ）ヘアコンディショナ
 ーおよび濯ぎ落とさないで残しておく（リーブオン）ヘアコンディショナー、複数のスプ
 レー、複数のムース、および複数のゲルのような、複数のヘアスタイリング補助剤、複数
 の髪着色料、複数の髪リラックス剤、複数のパーマ剤、複数の脱毛剤、および複数のクチ
 クラコートにおける使用たり得、例えば、スタイリングやコンディショニングの有益さを
 与えるに至る。複数の化粧料中、複数のメーキャップ、複数の着色化粧料、コンパクトゲ
 ル、クリームファンデーションおよび液体ファンデーション（油中水エマルションおよび
 水中油エマルション、無水）、複数の頬紅、複数のリップスティック、リップグロス、複
 数のアイライナー、複数のアイシャドウ、複数のマスカラ、複数のメーキャップ除去剤、
 複数の着色化粧料除去剤、および複数の粉末中、色素用レベル化塗り拡げ剤として機能す
 る。同様に、複数のビタミン、複数の香り（*fragrances*）、複数の皮膚軟化剤
 、複数の着色料、複数の有機日焼け止め、複数のセラミド、複数の医薬品、および同様の
 もののような油性物質および水性物質用デリバリーシステムとして有用である。ステ
 ック、無水ゲルおよび含水ゲル、水中油および油中水クリームおよびローション、エア
 ロゾル、およびロールオン中に化合された場合、本発明のこれらエマルションが、乾いた
 、絹のような滑らかな表情（*pay out*）を付与する。

【0101】

複数のパーソナルケア製品中、使用された場合、これらが、当該パーソナルケア製品の
 約0.01～約50重量%、好ましくは0.1～25重量%の量で、一般的に取り込まれて
 いる。これらが、選択されたパーソナルケア製品用の従来の複数の成分に加えられてい
 る。これゆえ、これらが、複数の沈着ポリマー、複数の界面活性剤、複数の洗剤、複数の
 抗菌剤、複数の抗頭垢剤、複数の発泡剤、複数の蛋白、複数の保湿剤、複数の懸濁剤、複
 数の柔和剤、複数の香料、複数の着色料、複数の植物抽出物、複数のポリマー、および、
 従来の他の複数のケア成分と混合され得る。

【0102】

パーソナルケアを越え、本発明エマルションが、塗料（ペイント）、建設への応用、テ
 キスタイル繊維処理、皮革鞣し、布柔軟化、洗濯への応用における布ケア、ヘルスケア、
 ホームケア、解離剤、水に基づいたコーティング、特に粗油（クルードオイル、原油）バ

10

20

30

40

50

イブラインにおける、油抵抗抑制、潤滑化、セルロース材料を切っていくことの容易化、および、シリコンの従来使用されている他の多くの領域におけるような他の数多くの応用に有用である。これら本シリコン有機共重合体（コポリマー）が、複数の炭化水素流動体との相容性の増加から結果きている油抵抗抑制における特別な複数の利点を持つ。

【実施例】

【0103】

以降の複数の実施例が、与えられており、こうして当業者が、本発明をより容易に準備よく理解する。他に指し示されなかったら、全ての部および全ての百分率（%）が、重量により、全ての粘度が、25においてである。これらポリマー生成物の粘度測定が、Brookfield粘度計、紡錘体（スピンドル）6、10rpmを使用しながら完遂された。全ての粒子サイズ値が、Malvern Mastersizer 2000を使用しながら求められた。

10

【0104】

実施例1：

ある1ポリマーが、本縮合反応用触媒としてドデシルベンゼンスルホン酸（DBSA）2.4gを使用しながら、25での粘度100ミリパスカル秒（mPa・s）を持っているトリメチルシリル終末化ポリジメチルシロキサン（PDMS）80g中、25での粘度71ミリパスカル秒（mPa・s）を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサン80gを重合させていくことにより調製された。一旦、25での粘度10500ミリパスカル秒（mPa・s）が、トリエタノールアミン（TEA）1.12g添加により到達されたら、この重合が、止められた。

20

【0105】

上のポリマー36gに以降の複数の界面活性剤が、加えられたが、Brij（登録商標）30 1.1gおよびBrij（登録商標）35L 1.9gである。これらが、加えられたが、Hauschild歯科用混合機（ミキサー）中、3000rpmにおいて30秒間、混合された。水1.2gが、加えられたが、混合していくのが、3000rpmにおいて30秒間、繰り返された。水もう0.4gが、加えられたが、この混合が、同一条件下、再び繰り返された。第2の水の添加後、この混合物が、逆転された相を持ったが、ポリマー含量60%に稀釈された。こうして得られたエマルジョンが、粒子サイズD(v, 0.5) $\mu\text{m} = 0.81$ およびD(v, 0.9) $\mu\text{m} = 1.14$ を持つ。該エマルジョンが、少なくとも6ヶ月期間、そのまま残った。

30

【0106】

Brij（登録商標）30/Brij（登録商標）35Lが、非イオンポリオキシエチレン脂肪エーテル（POE）界面活性剤である。Brij（登録商標）30が、親水親油平衡（バランス、HLB）9.7を有するPOE（4）ラウリルエーテルである。Brij（登録商標）35Lが、HLB16.9を有するPOE（23）ラウリルエーテルである。

【0107】

実施例2：

ある1ポリマーが、本縮合触媒としてDBSA 5.12gを使用しながら、25での粘度100ミリパスカル秒（mPa・s）を持っているPDMS 32g中、25での粘度71ミリパスカル秒（mPa・s）を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサン128gを重合させていくことにより調製された。一旦、25での粘度171000ミリパスカル秒（mPa・s）が、TEA 2.39g添加により到達されたら、この重合が、止められた。

40

【0108】

上のポリマー36gに以降の複数の界面活性剤が、加えられたが、Brij（登録商標）30 1.1gおよびBrij（登録商標）35L 1.9gである。これらが、加えられたが、Hauschild歯科用混合機（ミキサー）中、3000rpmにおいて30秒間、混合された。水0.5gが、加えられたが、混合していくのが、3000rpm

50

mにおいて30秒間、繰り返された。混合していった後、この混合物が、逆転された相を持ったが、ポリマー含量60%に稀釈された。こうして得られたエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 1.77$ および $D(v, 0.9) \mu m = 4.28$ を持つ。該エマルションが、少なくとも6ヶ月期間、そのまま残った。

【0109】

実施例3：

ある1ポリマーが、DBSA 4.48gを使用しながら、25 での粘度100ミリパスカル秒(mPa·s)のPDMS 32g中、25 での粘度71ミリパスカル秒(mPa·s)を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサン128gを重合させていくことにより調製された。一旦、25 での粘度171000ミリパスカル秒(mPa·s)が、TEA 2.09g添加により到達されたら、この重合が、止められた。

10

【0110】

上のポリマー36gに以降の2種の界面活性剤が、加えられた：Brij (登録商標) 30 1, 3gおよびBrij (登録商標) 35 L 2.4g。これら界面活性剤およびポリマーが、Hauschild歯科用混合機(ミキサー)中、3000rpmにおいて30秒間、混合された。混合していった後、この混合物が、逆転された相を持ったが、ポリマー含量60%に稀釈された。こうして得られたエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 2.07$ および $D(v, 0.9) \mu m = 2.58$ を持つ。該エマルションが、少なくとも6ヶ月期間、そのまま残った。

20

【0111】

実施例4：

実施例3中、調製されたポリマー36gに以降の複数の界面活性剤が、加えられたが、Arquad (登録商標) 16-29 (Akzo Nobel) 2.25gおよびTergitol (登録商標) TMN-6 (Dow Chemical) 2.25gである。全く追加の水の導入されなかったのが、Arquad (登録商標) 16-29が、水70重量%を含有し、TMN-6 2.25gが、水10重量%を含有するからである。これらが、加えられたが、Hauschild歯科用混合機(ミキサー)中、3000rpmにおいて30秒間、混合された。混合していった後、この混合物が、逆転された相を持ったが、ポリマー含量60%に稀釈された。こうして得られたエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 1.23$ および $D(v, 0.9) \mu m = 1.7$ を持つ。該エマルションが、少なくとも6ヶ月期間、そのまま残った。

30

【0112】

実施例5：

実施例3中、調製されたポリマー36gに以降の複数の界面活性剤が、加えられたが、Arquad 16-29 2.25gおよびTMN-6 2.25gであり、水0.5gと一緒である。これらが、Hauschild歯科用混合機(ミキサー)中、3000rpmにおいて30秒間、混合された。混合していった後、この混合物が、逆転された相を持ったが、ポリマー含量60%に稀釈された。こうして得られたエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 1.28$ および $D(v, 0.9) \mu m = 1.96$ を持つ。

40

【0113】

Arquad 16-29が、カチオン4級界面活性剤である。TMN-6が、HLB=13.1を有する非イオンエトキシ化アルコールである。

【0114】

実施例6：

実施例3中、調製されたポリマー36gに以降の複数の界面活性剤が、加えられたが、Biosoft N300 1gおよびBrij 30 2gである(全く追加の水が、加えられなかった)。これら界面活性剤が、Hauschild歯科用混合機(ミキサー)中、3000rpmにおいて30秒間、該ポリマーと混合された。混合していった後、この混合物が、逆転された相を持ったが、ポリマー含量60%に稀釈された。こうして

50

得られたエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 2.14$ および $D(v, 0.9) \mu m = 3.14$ を持つ。

【0115】

実施例：7

ある1ポリマーが、ある1触媒としてDBSA 2.4%を使用しながら、25 での粘度70ミリパスカル秒 (mPa·s) を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサンのおよび有機伸長剤 (Hydroseal G 250H、Total により販売された) の1:1混合物を重合させていくことにより調製された。一旦、25 での粘度40000ミリパスカル秒 (mPa·s) が、到達されたら、TEA 1.54% 添加により、この重合が、止められた。

10

【0116】

上のポリマー40gに水1gが、加えられたが、Hauschild 歯科用混合機 (ミキサー) 中、3000rpmにおいて30秒間、混合された。混合していった後、この混合物が、逆転された相を持った。更なる水9gが、加えられたが、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。この混合物が、次いで、ポリマー含量40%に希釈された。こうして得られたエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 1.46$ および $D(v, 0.9) \mu m = 2.22$ を持つ。

【0117】

この実施例中、全く追加の界面活性剤の必要とされなかったのが、該ポリマーの調製中、使用された縮合触媒DBSAが、必要とされた界面活性剤として機能したからである。

20

【0118】

実施例8:

実施例7中、調製されたポリマー40gおよび水1gが、Hauschild 歯科用混合機 (ミキサー) 中、3000rpmにおいて30秒間、混合された。混合していった後、この混合物が、逆転された相を持った。更なる水1gが、次いで、加えられたが、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。この混合物が、次いで、ポリマー含量50%に希釈された。こうして得られたエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 1.75$ および $D(v, 0.9) \mu m = 2.76$ を持つ。

【0119】

この実施例中、全く追加の界面活性剤の必要とされなかったのが、該ポリマーの調製中、使用された縮合触媒DBSAが、必要とされた界面活性剤として機能したからである。

30

【0120】

実施例9:

ある1ポリマーが、ある1触媒としてDBSA 2.4%を使用しながら、25 での粘度70ミリパスカル秒 (mPa·s) を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサンのおよび25 での粘度3.8ミリパスカル秒 (mPa·s) を持つデカメチルシクロペンタシロキサンの1:1混合物を重合させていくことにより調製された。一旦、25 での粘度27000ミリパスカル秒 (mPa·s) が、TEA 1.54% 添加により到達されたら、この重合が、止められた。このケース中、上の重合工程 (ステップ) 中、使用されたDBSA触媒が、加え、下記されたとおりの複数のエマルションの調製中、本界面活性剤として機能した。

40

【0121】

水0.3gが、上のポリマー36gに加えられ、Hauschild 歯科用混合機 (ミキサー) 中、3000rpmにおいて30秒間、混合された。水もう0.9gが、続いて加えられ、同一条件下、混合された。混合していった後、この混合物が、逆転された相を持った。更なる水1.9gが、次いで、加えられたが、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。この結果得られてくる混合物が、次いで、ポリマー含量50%に希釈された。この結果得られてくるエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 1.46$ および $D(v, 0.9) \mu m = 2.34$ を持つ。

【0122】

50

実施例 10 :

ある 1 ポリマーが、ある 1 触媒として DBSA 2.4 % g を使用しながら、有機伸長剤 (Hydroseal G 250H) 中、25 での粘度 70 ミリパスカル秒 (mPa・s) を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサンの 4 : 1 混合物を重合させていくことにより調製された。一旦、25 での粘度 40000 ミリパスカル秒 (mPa・s) が、TEA 1.54 % g 添加により到達されたら、この重合が、止められた。

【0123】

水 1 g が、上のポリマー 40.2 g に加えられ、Hauschild 歯科用混合機 (ミキサー) 中、3000 rpm において 30 秒間、混合された。混合していった後、この結果得られてくる混合物が、逆転された相を持った。追加の水 1.1 g が、加えられたが、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。この結果得られてくる混合物が、次いで、ポリマー含量 50 % に希釈された。こうして得られたエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 1.46$ および $D(v, 0.9) \mu m = 2.26$ を持つ。

10

【0124】

実施例 11 :

水 1.1 g が、加えられ、Hauschild 歯科用混合機 (ミキサー) 中、3000 rpm において 30 秒間、実施例 10 において調製されたポリマー 40.2 g と混合された。混合していった後、この結果得られてくる混合物が、逆転された相を持った。追加の水 1.4 g が、加えられたが、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。尚更なる水 2.5 g が、続いて加えられたが、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。この結果得られてくる混合物が、次いで、ポリマー含量 80 % に希釈された。この結果得られてくる粘性クリーム (エマルション) が、粒子サイズ $D(v, 0.5) \mu m = 1.26$ および $D(v, 0.9) \mu m = 1.84$ を持った。

20

【0125】

実施例 12 :

ある 1 ポリマーが、ホスホニトリル触媒 20 ppm を使用しながら、化粧品等級 (グレード) 有機流動体 (Isopar (登録商標)、エクソン (Exxon) により販売) 中、25 での粘度 70 ミリパスカル秒 (mPa・s) を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサンの 1 : 1 混合物を重合させていくことにより調製された。一旦、25 での粘度 51000 ミリパスカル秒 (mPa・s) が、トリヘキシルアミン添加により到達されたら、この重合が、止められた。該ポリマーが、数平均分子量 198000 グラム / モル および 多分散指標 1.54 を持った。

30

【0126】

Volpo (登録商標) L3 1.1 g、Volpo (登録商標) L23 1.6 g、および水 1.1 g が、上記されたとおり調製されたポリマー 50.2 g に加えられたが、この結果得られてくる混合物が、Hauschild 歯科用混合機 (ミキサー) 中、3000 rpm において 60 秒間、混合された。追加の水 1.0 g が、加えられたが、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。尚更なる水 1.0 g が、加えられたが、同一混合過程 (プロセス) が、再び繰り返された。混合していった後、この結果得られてくる混合物が、逆転された相を持った。更なる水 2.2 g が、続いて加えられたが、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。この結果得られてくる混合物が、次いで、ポリマー / 流動体含量 50 % に希釈された。この結果得られてくるエマルションが、粒子サイズ $D(v, 0.1) \mu m = 1.23$ 、 $D(v, 0.5) \mu m = 2.67$ 、および $D(v, 0.9) \mu m = 5.01$ を持ったが、この先、サンプル 12.1 エマルションとして言及されている。

40

【0127】

この結果得られてくるエマルションが、複数のフルーティーなゲルの頬紅を包含している、複数のパーソナルケア製剤、アイシャドウ、複数の皮膚用油中水クリーム、複数のヘアケアコンディショナー、リーブオン、および以降のうちのある 1 選択中に導入された。

50

【 0 1 2 8 】

【 表 1 】

表 1 2 (A)

成分	INCI名	%
相A		
サンプル12.1エマルション		20
相B		
水		78
Phenochem	フェノキシエタノール (および) メチルパラベン (および) ブチルパラベン (および) エチルパラベン (および) プロピルパラベン (および) イソブチルパラベン	1
Keltrol	キサントガム	1

10

冷ミックスローション

このローションが、当初、一緒に相Bのこれら成分を混合していき、次いで、相B中に相Aを導入していき、次いで、この結果得られてくる生成物を均一となるまでずっと、混合していくことにより、下の表12(a)中、描かれたこれら成分を用いて調製された。

20

サンプル12.1のエマルションが、ローションタイプの製品中、容易に取り込まれ得たことが、見いだされたが、この結果得られてくるローションが、18人のパネリストを使用しながらテストしていく時において、感覚プロファイルへの有意なインパクトを持つと見いだされた。複数の結果の>95%における有意な複数の違いが、吸収スピード、グロス、フィルム残渣、グリースっぽさに関し、見いだされた。これが、サンプル12.1のエマルションが、それをより豊かにより滋味にさせている、本明細書中、記載されたとおり調製されたローションの感覚に有意にインパクトを与え得たことを指し示す。

【 0 1 2 9 】

皮膚用シリコーン中水クリーム

上が、下の表12(b)中、同定されたこれら成分を使用しながら調製された。

30

【 0 1 3 0 】

【表 2】

表 1 2 (B)

成分	INCI名	%
相A		
Dow Corning (登録商標) 5225C 製剤助剤	シクロペンタシロキサン (および) PEG/PPG-18/18ジメチコーン	10
Dow Corning (登録商標) 245 流動体	シクロペンタシロキサン	18.6
相B		
サンプル12.1エマルジョン		2.3
塩化ナトリウム		2
水		67.1
		11800
粘度：紡錘体（スピンドル）7、20rpm		mPa·s

10

20

相Aのこれら成分が、一緒に混合された。相Bのこれら成分が、一緒に混合された。その結果得られてくる混合物を継続して攪拌している一方、相Bが、次いで、相Aの混合物中に滴下して導入され、仕上げにこの結果得られてくる混合物が、高剪断混合機（ミキサー）を使用しながら、均一化された。

【0131】

複数の感覚テストが、サンプル12.1のエマルジョンの非存在下での同じクリームに比べ、サンプル12.1のエマルジョン2.3重量%を含有している、上記されたとおりのこの結果得られてくるクリームの性能を求めるに当たり、18人のパネリストを使用しながら、完遂された。有意な(>95%)複数の違いが、吸収スピード、グロス、フィルム残渣、およびグリースっぽさに関して同定されたが、2.3%ぐらい低い複数のレベルでのサンプル12.1のエマルジョンの存在が、それをより豊かにより滋味にさせている該クリームの感覚に有意にインパクトを与えることを実証している。

30

【0132】

半透明シャンプー

上が、下の表12(c)中、同定されたこれら成分を使用しながら調製された。

【0133】

【表 3】

表 1 2 (C)

成分	INCI名	%
相A		
水		60.5
Crothix液体	四ステアリン酸PEG-150 ペンタエリスリチル および PEG-6カプリル酸/カプリン酸グリセ リド および 水	1.5
Empicol ESB-3	ラウレス硫酸ナトリウム	12
Texapon A 400	ラウリル硫酸アンモニウム	10
Amony1 380BA	ココミドプロピルベタイン	8
Comperlant KD	ココミドDEA	4
相B		
サンプル12.1エマルジョン		4
相C		q. s
枸橼酸		
Nipaguard DMDMH	DMDM ヒダントイン	q. s
粘度：紡錘体（スピンドル）7、20rpm		41600 mPa·s

10

20

30

水が、70 に熱せられた。相Aのこれら成分が、一緒に混合された。相Bが、穏やかに混合しながら、相Aと相互に混合され、次いで、相Cが、導入され、この結果得られてくる組成物が、放冷された。

【0134】

幾人かのパネリストが、この結果得られてくるシャンプーを用いて洗浄された僅かに漂白された編んだ髪を梳かすように依頼された。これら編んだ髪を湿らせてほどくに至る時間が、測定された。直接の比較として、これらパネリストが、いずれのエマルジョンもない同一シャンプー製剤を使用しながら、僅かに漂白された編んだ髪を用いた同一過程（プロセス）をも受けた。これら結果が、サンプル12.1のエマルジョンを含有しているシャンプーを用いるほどいている時間中、僅かな減少を指し示す。これが、これら本発明エマルジョンの存在していた場合のシャンプーにおけるコンディショニング効果におけるある1つの向上を指し示す。

40

【0135】

実施例13：

ある1範囲の複数のポリマー、実施例13(a)~実施例13(i)が、ある1触媒としてDBSAを使用しながら、25での粘度70ミリパスカル秒(mPa·s)を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサンと向日葵の種の油との複数の混合物を重合させていくことにより調製された(表13(a)中、指し示されたとおり)。全ての成分が、30秒間、1500rpmにおいて混合された(Hauschild

50

歯科用混合機（ミキサー））。この重合が、同一条件下、TEAを加えていき、再び混合していくことにより、異なる時間の後、止められた。

【0136】

【表4】

表13 (A)

実施例	a	b	c	d	e	f	g	h	I
シロキサン(g)	45	45	45	40	40	40	35	35	35
向日葵油(g)	5	5	5	10	10	10	15	15	15
DBSA(g)	1.5	2	2.5	1.5	2	2.5	1.5	2	2.5
TEA(g)	0.94	1.25	1.56	0.94	1.25	1.56	0.94	1.25	1.56
反応時間(min)	35	31	20	34	29	21	33	29	21

重合完結に続き、複数のエマルションが、以降の過程（プロセス）を使用しながら調製された： - まず、水1gが、直接、重合生成物に加えられ、この結果得られてくる混合物が、60秒間、3000rpmにおいて混合された。この水の添加工程（ステップ）が、加えられた水1gを用いて繰り返され、60秒間、3000rpmにおいて混合され、次いで、更なる水8gが、加えられ、60秒間、3000rpmにおいて混合され、仕上げに水40gが、加えられ、30秒間、1500rpmにおいて混合された。

【0137】

この結果得られてくる複数のエマルションが、ガスクロマトグラフィにより、分子量（GPCにより得られた）および環状シロキサン含量（ $D_4 \sim D_{12}$ ）を求めて分析された。これら結果が、下の表13（b）中、与えられている。

【0138】

【表 5】

表13(B)

実施例	a	b	c	d	e	f	g	h	i
D(v, 0.1)									
Mm	0.5	0.33	0.6	0.53	0.36	0.26	0.21	0.22	0.23
D(v, 0.5)									
Mm	0.77	2.49	0.99	0.94	1.14	1.7	0.77	1.09	1.67
D(v, 0.9)									
Mm	1.05	6.11	1.61	1.48	1.91	3.8	1.91	2.39	4.01
Mn	82	158	229	98	162	211	129	174	205
kg/mol									
Mw	112	220	312	142	229	296	183	252	300
kg/mol									
D ₄ (%)	0.06	0.09	0.09	0.07	0.07	0.07	0.05	0.06	0.06
D ₅ (%)	0.04	0.06	0.06	0.05	0.05	0.05	0.04	0.04	0.04
D ₆ (%)	0.05	0.07	0.06	0.06	0.06	0.05	0.05	0.05	0.05
D ₇ (%)	0.06	0.07	0.06	0.07	0.07	0.06	0.06	0.06	0.05
D ₈ (%)	0.05	0.07	0.05	0.06	0.06	0.05	0.05	0.05	0.04
D ₉ (%)	0.05	0.06	0.05	0.06	0.05	0.05	0.05	0.05	0.04
D ₁₀ (%)	0.04	0.05	0.04	0.05	0.05	0.04	0.05	0.05	0.04
D ₁₁ (%)	0.04	0.05	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.03
D ₁₂ (%)	0.04	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04

上と従って調製された、実施例 13 b、実施例 13 e、および実施例 13 hとして同定された、この結果得られてくる複数のエマルジョンが、複数のフルーティなゲルの頬紅を包含している、複数のパーソナルケア製剤、油中水型皮膚用クリームおよびシリコン中水型皮膚用クリーム、ヘアケアシャンプー、リーブオン、および以降： - のうちのある 1 選択中に導入された。

【0139】

エスニックヘアケア：コンディショナー

上が、下の表 13 (c) 中、同定されたこれら成分を使用しながら調製された。

【0140】

10

20

30

【表 6】

表 1 3 (C)

成分	INCI名	%
相A		
水		79.47
Natrosol 250 HHR	ヒドロキシエチルセルロース	1.5
Arquad 16-29	塩化セトルイモニウム	0.7
相B		
Lanette Wax O	ステアリルアルコール	4
Arlacel 165	ステアリン酸グリセリル および ステアリン酸PEG-100	1
相C		
プロピレングリコール		4
グリセリン		4
相D		
Gludain W20	加水分解小麦蛋白	1
Germaben II	プロピレングリコール および ジアゾリジニル尿素 (ウレア) および メチルパラベン および プロピルパラベン	1
相E		
実施例 13 e エマルジョン		3.33
粘度：紡錘体 (スピンドル) 7、20 rpm		45200 mPa·s

相 A のこれら混合物が、一緒に混合され、次いで、75 に熱せられた。混合している一方、相 B が、次いで、加えられ、この混合物が、冷えていき始めるようにされた。相 C が、次いで、導入され、この結果得られてくる混合物が、50 に冷えるようにされた。相 D が、次いで、加えられ、この混合物が、室温に冷やされた。相 E が、次いで、加えられ、仕上げに水が、相を熱している間中の水の損失 (ロス) に関して補償するように導入された。

【0141】

幾人かのパネリストが、彼 (女) らの湿った髪をほどくの に要された時間を求めるようにこの結果得られてくるコンディショナーを用いて洗浄された僅かに漂白された編んだ髪を櫛で梳かすように依頼された。比べてこれら参加者が、いずれのエマルジョンもない同一コンディショナー製剤を用いて洗浄されていた僅かに漂白された編んだ髪を櫛で梳かさなければならなかった。これら結果が、髪のコンドিশニングへの + のインパクトを指し示している実施例 13 e のエマルジョンを含有しているコンディショナーを使用してい

る場合のほどいている時間中に有意な減少 (> 99%) を指し示す。

【0142】

シャワーゲル

上が、下の表13(d)中、同定されたこれら成分を使用しながら調製された。

【0143】

【表7】

表13 (D)

成分	INCI名	%
相A		
Empicol ESB-3	ラウレス硫酸ナトリウム	30
Oramix NS10	デシルグルコシド	5
Amony1 380BA	ココミドプロピルベタイン	10
Brij 30	ラウレス-4	2
Sepigel 305	ポリアクリルアミド および C13~14 イソパラフィン および ラウレス-7	2
水		42.7
相B		
実施例13eエマルジョン		8.3
相C 塩化ナトリウム		q. s
		4000
粘度：紡錘体（スピンドル）5、100rpm		mPa·s

10

20

30

相Aのこれら成分が、当初、均一となるまでずっと、混合されたが、この後、混合していくのが、継続されていた一方、相Bが、導入された。相Cが、次いで、必要とされた値に最終混合物粘度を調整するように導入された。実施例13eのエマルジョンのような、これら本発明エマルジョンが、複数のシャワーゲル製剤に容易に加えられ、安定な複数の製剤を与え得ることが、見いだされた。

【0144】

スムーズステイシャドウ（アイメーカーキャップ）

上が、下の表13(e)中、同定されたこれら成分を使用しながら調製された。

【0145】

【表 8】

表13 (E)

成分	INCI名	%
相A		
グリセリン		8
プロピレングリコール		8
相B		
Covacryl RH	ポリアクリル酸ナトリウム	0.7
相C		
水		42
Nipaguard DMDMH	DMDM ヒダントイン	0.3
相D		
実施例13bエマルション		6
Covacryl E14	複数のアクリレートの 共重合体 (コポリマー)	20
相E		
Covapearl 明褐色830S	マイカ および CI 77491 および トリエトキシカプリルシラン	4
Covapearl 梨地931AS	マイカ および CI 77891 および トリエトキシカプリルシラン	11

10

20

30

相 B が、まず、相 A 中、分散された。この結果得られてくる相 A および相 B の混合物が、次いで、攪拌下、相 C 中に混合された。相 D が、次いで、この混合物に加えられ、均一となるまでずっと、混合された。仕上げに相 E が、加えられ、最終製剤が、均一となるまでずっと、混合された。

【0146】

本明細書中、前、記載されたとおりの実施例 13 b のエマルションのような複数のエマルションが、複数の高レベルの色素を有する複数のアイシャドウ製剤中に容易に取り込まれ得ることが、見いだされた。18 人のパネリストが、実施例 13 b のエマルションと該アイシャドウ製剤を比べたが、該エマルションの非存在下、同一製剤との比較においてである。実施例 13 b のエマルションを含有している製剤が、該製剤のグロスおよび拡大能力に有意にインパクトを与えてしまうことなく、該製剤の粘りを増加させたが、これにより、皮膚上での該製剤の接着および保持を向上させていることが、同定された。

40

【0147】

皮膚遮蔽 - 油中水皮膚用クリーム

上が、下の表 13 (f) 中、同定されたこれら成分を使用しながら調製された。

【0148】

【表 9】

表13 (F)

成分	INCI名	%
相A		
Dow Corning (登録商標) 5200 製剤助剤	ラウリル PEG/PPG-18/18メチコーン	2
鉱油		8
Dow Corning (登録商標) 2-1184 流動体	トリシロキサン および ジメチコーン	4.5
Dow Corning (登録商標) 9040 シリコーンエラストマー ブレンド	シクロペンタシロキサン および ジメチコーンクロスポリマー	5
Escalol 557	メトキシ桂皮酸エチルヘキシル	2
Dekaben (Jan Dekkerにより、 販売されたまま)	フェノキシエタノールおよびメチルパラベン およびエチルパラベンおよびプロピルパ ラベンおよびブチルパラベン	0.5
相B		
サンプル12.1エマルジョン		2.3
塩化ナトリウム		2
相B		67.1
水		61.94
塩化ナトリウム		1
プロピレングリコール		5
糖(グリコ)フィルム	バイオ糖(サッカライド) ゴム-4	5
実施例13hエマルジョン		5
相C		
D&C赤28(水中、0.5%)	D&C赤28/LCW	0.06
		27400
粘度：紡錘体(スピンドル)7、20rpm		mPa·s

10

20

30

40

相Aのこれら成分が、均一となるまでずっと、混合された。相Bのこれら成分が、次いで、均一混合物を得るに十分な煽動と共に混合された。混合していくのが、継続されていた一方、相Cが、次いで、相B中に導入され、次いで、混合している一方、これら相Bおよび相Cの混合物が、相A中に導入された。その完結した添加後、混合していくのが、更なる15分間、継続された。

【0149】

冷たい混合ローション

上が、下の表13(g)中、同定されたこれら成分を使用しながら調製された。

【0150】

50

【表 10】

表13 (G)

成分	INCI名	%	%
相A			
実施例13hエマルジョン			20
相B			
水		78	78
Phenocem	フェノキシエタノール (および) メチルパラベン (および) ブチルパラベン (および) エチルパラベン (および) プロピルパラベン (および) イソブチルパラベン	1	1
Keltrol	キサントガム	1	1

10

相Bのこれら成分が、当初、一緒に混合され、次いで、この結果得られてくる混合物が、相A中に導入され、均一となるまでずっと、混合された。

【0151】

実施例14:

ある1ポリマーが、ホスホニトリル触媒20ppmを使用しながら、25での粘度70ミリパスカル秒(mPa·s)を持っているジメチルヒドロキシル終末化ポリジメチルシロキサンおよび有機伸長剤(Hydroseal G 250H)の1:1混合物を重合させていくことにより調製された。一旦、25での粘度100000ミリパスカル秒(mPa·s)が、トリヘキシルアミン添加により到達されたら、この重合が、止められた。このポリマーが、数平均分子量235000グラム/モルおよび多分散指標1.48を持った。

20

【0152】

Volpo(登録商標)L4 1.75gおよびVolpo(登録商標)L23 1.25gが、上記されたポリマー/伸長剤のブレンド30gに加えられ、Hauschild歯科用混合機(ミキサー)中、3000rpmにおいて20秒間、混合された。追加の水2.0gが、加えられ、混合していくのが、同一条件下、繰り返された。水2.0gの更なる追加が、あと4回、繰り返された。この結果得られてくる混合物が、次いで、追加の水30gを用いて希釈された。

30

【0153】

上のエマルジョンが:

Tetranyl L1/90 標準	55.6 g	
20%でのMgCl ₂ ·6H ₂ O溶液	8 g	
水	936.4 g	
合計	= 1000 g	5%活性Quat

からなっている布柔軟剤において評価された。

【0154】

Tetranyl L1/90 標準が、まず、55において融解された。この結果得られてくる液体が、次いで、継続して攪拌されながら熱水中に注がれ、この結果得られてくる混合物が、継続された攪拌をしながら放冷された。この冷やしている期間中、再び継続して攪拌しながら、塩化マグネシウム塩および本発明と従って調製されたエマルジョンが、導入された。

40

【0155】

布たる綿タオルが、Miele洗浄機を使用しながらこれを洗剤粉末商品(DASH)を用いて洗浄しながら該柔軟剤を加えていくことにより処理された。複数枚のタオルの柔らかさが、パネルテストにおいて求められ、1~10でレートを付された(10=最も柔らかい)。上記された布柔軟剤が、5.0においてレートを付された一方、本発明エマル

50

ションを含有している布柔軟剤が、5.5においてレートが付された。

【0156】

処理された布の吸水が、250mlの水中に2cm*2cmのサンプルを落としていくことによりテストされた。該布が、沈んでいくまでずっと時間が、記録されている。この結果が、上記されたとおりのエマルションを含有している柔軟剤を用いて処理されたサンプルに関して9秒、ある1柔軟剤だけを用いて処理されたある1サンプルに関して128秒であったが、これゆえ、吸水の向上を示している。

【手続補正書】

【提出日】平成21年4月13日(2009.4.13)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ポリシロキサン含有ポリマーを含有するシリコーン水中油エマルションを調製する方法であって：

(i) 不活性有機ポリシロキサンおよび/または有機流動体、適する触媒、および任意に末端ブロック化剤の存在下、モノマーおよび/またはオリゴマーを含有しているシロキサンの重合によりポリシロキサン含有ポリマーを調製し；および

(ii) 必要とされた場合、該重合の過程(プロセス)を停止させ(クエンチし)；ここで、不活性流動体が、この結果得られてくる稀釈されたポリシロキサン含有ポリマー内で実質的に保持されており；

(iii) もし、必要とされたら、均一油相を形成させるように該ポリシロキサン含有ポリマー中に1種以上の界面活性剤を導入し；

(iv) 油中水エマルションを形成させるように該均一油相に水を加え、該水が、全油相重量に基づいた量0.1~10重量%で加えられており；

(v) 水中油エマルションへの該油中水エマルションの逆転を起こさせるように該油中水エマルションに剪断を適用し；ならびに任意で

(vi) より多くの水を加えることにより、該水中油エマルションを稀釈する工程(ステップ)を含む、方法。

【請求項2】

前記不活性流動体が、有機伸長剤および/または可塑化剤および/または天然油であることを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記不活性流動体が、2~20硅素(シリコン)原子を持っている環状シロキサンであることを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

前記不活性流動体が、シリコーン環状体からなり、前記シリコーンが、ポリジメチルゴムである、請求項1に記載の方法。

【請求項5】

前記不活性流動体が、25における粘度0.65~10000ミリパスカル秒(mPa·s)を持っているトリアルキシル終末化ポリジアルキシルシロキサンであることを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

前記シロキサン含有ポリマーが、多縮合、鎖伸長、多付加、および開環の群から選択された重合過程(プロセス)経路で調製されることを特徴とする、請求項1~5のいずれか1項に記載の方法。

【請求項7】

前記重合触媒が、エマルション化に使用された界面活性剤の一部であることを特徴とする、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

前記ポリマーが、多縮合反応経由で調製され、前記触媒が、ドデシルベンゼンスルホン酸であったことを特徴とする、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記均一油相が、25 において 1000 ~ 100000 ミリパスカル秒 (mPa·s) の均一油相であることを特徴とする、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

前記ポリマーが、以降の一般式：

$R_{(3-a)}R^1_aSiO[(R_2SiO)_b(RR^1SiO)_c]SiR_{(3-a)}R^1_a(1)$ のポリマーであり、式中、各 R が、同一もしくは異なり、1 ~ 8 炭素原子を含有しているアルキル基、1 ~ 6 炭素原子を含有している置換アルキル基、もしくはフェニル基であり； R^1 が、ヒドロキシ基、加水分解可能基、不飽和有機基であり；a が、0 もしくは 1 であり、b が、整数であり、c が、0 もしくは整数であり、和 $b + c$ が、少なくとも 200 の値に等しいことを特徴とする、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

和 $b + c$ が、少なくとも 1500 の値に等しいことを特徴とする、請求項 10 に記載の方法。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No PCT/US2007/021562
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C08G77/06 C08G77/08 C08J3/03 A61K8/06 A61K8/89 D06M15/643		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08G C08J A61K D06M		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, COMPENDEX, IBM-TDB, CHEM ABS Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2000 026726 A (GE TOSHIBA SILICONES CO LTD) 25 January 2000 (2000-01-25) abstract paragraphs [0042], [0049] - [0051], [0053], [0054]	12-15
X	US 4 788 001 A (NARULA DIPAK [US]) 29 November 1988 (1988-11-29) column 8, lines 15-21; example 1	12-15
X	EP 0 200 916 A (DOW CORNING [US]) 12 November 1986 (1986-11-12) page 10, line 33 - page 11, line 3; claims 5-7	12-15
X	EP 1 029 897 A (SHINETSU CHEMICAL CO [JP]) 23 August 2000 (2000-08-23) examples 1-5	12-15
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
* Special categories of cited documents :		
A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the International filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed		*T* later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *&* document member of the same patent family
Date of the actual completion of the International search 31 January 2008		Date of mailing of the International search report 08/02/2008
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2200 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Hein, Friedrich

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/US2007/021562

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 736 562 A (DOW CORNING [US]) 9 October 1996 (1996-10-09) abstract page 2, lines 11-16 page 3, line 41 - page 4, line 20 page 4, line 42	1-15
Y	page 4, lines 51-54; claims; examples 2,3	1-11
Y	EP 0 802 231 A (DOW CORNING [US]) 22 October 1997 (1997-10-22) examples 2,3	1-11
Y	US 5 914 362 A (BRECHT DORIS JEAN [US] ET AL) 22 June 1999 (1999-06-22) abstract; example 1	1-11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2007/021562

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2000026726	A	25-01-2000	NONE	
US 4788001	A	29-11-1988	NONE	
EP 0200916	A	12-11-1986	AU 581071 B2 AU 5552086 A BR 8601445 A CA 1260795 A1 DE 3677044 D1 JP 1936153 C JP 6059400 B JP 61230733 A	09-02-1989 22-01-1987 09-12-1986 26-09-1989 28-02-1991 26-05-1995 10-08-1994 15-10-1986
EP 1029897	A	23-08-2000	JP 2000234062 A	29-08-2000
EP 0736562	A	09-10-1996	DE 69624025 D1 DE 69624025 T2 JP 3576689 B2 JP 8325456 A US 5504150 A	07-11-2002 14-08-2003 13-10-2004 10-12-1996 02-04-1996
EP 0802231	A	22-10-1997	JP 10052602 A	24-02-1998
US 5914362	A	22-06-1999	NONE	

フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
A 6 1 Q 5/02 (2006.01)	A 6 1 Q 5/02	
A 6 1 Q 5/12 (2006.01)	A 6 1 Q 5/12	
A 6 1 Q 1/10 (2006.01)	A 6 1 Q 1/10	
A 6 1 K 8/89 (2006.01)	A 6 1 K 8/89	
A 6 1 K 8/92 (2006.01)	A 6 1 K 8/92	
C 0 8 G 77/06 (2006.01)	C 0 8 G 77/06	

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

- (72) 発明者 バーンズ、キャスリーン
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、ウィルソン・ドライヴ 4 0 4
- (72) 発明者 ジェンセン、ジャリー・デイヴィッド
アメリカ合衆国、ミシガン州、ビーヴァートン、トゥイン・レイク・ロード 4 0 9
- (72) 発明者 ロホリツ、ウォーカー・エル
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、ケアオヴ・ダウ・コーニング・コーポレーション
- (72) 発明者 シュタマー、アンドレアス
ベルギー国、6 2 3 0 ポン - タ・セル、リュ・ドゥ・サボティエ 9
- F ターム (参考) 4C083 AA122 AB332 AB432 AC012 AC072 AC122 AC172 AC182 AC342 AC402
AC422 AC482 AC532 AC642 AC682 AC692 AC712 AC782 AC852 AC912
AD092 AD151 AD152 AD161 AD162 AD171 AD172 AD202 AD282 AD352
AD412 BB13 CC04 CC05 CC14 CC23 CC33 CC38 DD01 DD23
DD27 DD31 DD32 DD33 EE03 EE07 FF01
4F070 AA60 AB09 AB24 AC52 AC84 AC92 AE14 CA14 CB03 CB12
FA08 FB07
4J038 DL031 DL041 DL101 DL131 KA09 MA08 MA10
4J246 AA03 AB01 BA01 BB022 CA12U FA071 FA121 FB091 FE15 GB03
GC49 HA22 HA53