

(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2014-517101

(P2014-517101A)

(43) 公表日 平成26年7月17日(2014.7.17)

(51) Int.Cl.
C08G 77/06 (2006.01)F I
C08G 77/06テーマコード (参考)
4 J 2 4 6

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2014-509351 (P2014-509351)
(86) (22) 出願日 平成24年5月1日 (2012.5.1)
(85) 翻訳文提出日 平成25年8月19日 (2013.8.19)
(86) 国際出願番号 PCT/US2012/035935
(87) 国際公開番号 W02012/151176
(87) 国際公開日 平成24年11月8日 (2012.11.8)
(31) 優先権主張番号 61/481, 937
(32) 優先日 平成23年5月3日 (2011.5.3)
(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 590001418
ダウ コーニング コーポレーション
DOW CORNING CORPORA
TION
アメリカ合衆国 48686-0994
ミシガン州 ミッドランド ウェスト サ
ルツバーグ ロード 2200
(74) 代理人 100147485
弁理士 杉村 憲司
(74) 代理人 100165951
弁理士 吉田 憲悟
(74) 代理人 100183519
弁理士 櫻田 芳恵

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 MT-プロピルシロキサン樹脂の形成方法

(57) 【要約】

MT-プロピルシロキサン樹脂の形成方法は、過剰の水中でプロピルトリクロロシランを加水分解してT-プロピルシロキサン樹脂をもたらす工程と、プロピルトリクロロシランの加水分解から形成されたT-プロピルシロキサン樹脂を、ケイ素含有M-基キャッピング剤でキャッピングして、MT-プロピルシロキサン樹脂を形成する工程とを含む。このMT-プロピルシロキサン樹脂は、多様なパーソナルケア用途において、特にパーソナルケア組成物の添加剤として有用である。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.60 モルの $R^1 SiO_{3/2}$ 単位〔式中、 R^1 は、1～10 個の炭素原子を有する置換若しくは非置換ヒドロカルビル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、又はスルフィド基であり、但しケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.40 モルの R^1 基がプロピル基である〕を有する MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法であって、

過剰の水中でプロピルトリクロロシランを加水分解して、T - プロピルシロキサン樹脂をもたらすことと、

プロピルトリクロロシランを加水分解することから形成された前記 T - プロピルシロキサン樹脂を、ケイ素含有 M - 基キャッピング剤でキャッピングして、MT - プロピルシロキサン樹脂を形成することと、

を含み、

前記ケイ素含有 M - 基キャッピング剤が、ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.50 モルの 1 官能性単位を含む、方法。

【請求項 2】

前記プロピルトリクロロシランを加水分解する工程が、有機溶媒の存在下で実施され、

前記方法が、前記有機溶媒と代替担体溶媒との間の溶媒交換を実施する工程を更に含む、請求項 1 に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法。

【請求項 3】

前記 MT - プロピルシロキサン樹脂が、ケイ素 1 モル当たり 0.05～0.40 モルのシラノール基を含む、請求項 1 又は 2 に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法。

【請求項 4】

前記 MT - プロピルシロキサン樹脂が、平均式：

$$(R^2_3SiO_{1/2})_a(R^1SiO_{3/2})_c$$

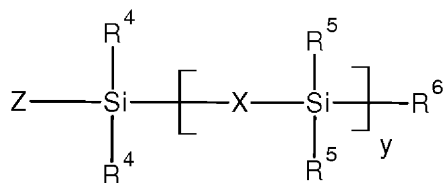
〔式中、 $a + c = 1$ の条件で、 a が 0.20 未満であり、「 c 」が 0.80～1 未満の範囲である〕

を有する、請求項 1～3 のいずれか一項に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法。

【請求項 5】

前記ケイ素含有 M - 基キャッピング剤が、下記平均式：

【化 1】



〔式中、Z は C1、1～10 個の炭素を有するアルコキシ基、又は 1～10 個の炭素原子を有する置換若しくは非置換ヒドロカルビル基であり、

各 R^4 、 R^5 、及び R^6 は、独立して、1～10 個の炭素原子を有する置換又は非置換ヒドロカルビル基であり、X は O 又は NH であり、 y は 0～10 の範囲である〕

を有する化合物又はその加水分解物を含む、請求項 1～4 のいずれか一項に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法。

【請求項 6】

前記ケイ素含有 M - 基キャッピング剤が、トリメチルクロロシラン又はその加水分解物を含む、請求項 1～5 のいずれか一項に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法。

【請求項 7】

前記ケイ素含有 M - 基キャッピング剤が、プロピルトリクロロシランを加水分解する工

程の前に提供される、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法。

【請求項 8】

ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.60 モルの $R^1 SiO_{3/2}$ 単位 [式中、 R^1 が 1 ~ 10 個の炭素原子を有する置換若しくは非置換ヒドロカルビル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、又はスルフィド基であるが、但しケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.40 モルの R^1 基がプロピル基である] を含む T - プロピルシロキサン樹脂と、

ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.50 モルの 1 官能性単位を含むケイ素含有 M - 基キャッピング剤と、

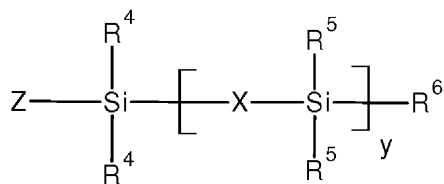
の反応生成物を含み、

ケイ素 1 モル当たり 0.20 モル未満の $(R^2)_3 SiO_{1/2}$ [各 R^2 が、独立して、1 ~ 10 個の炭素原子を有する置換若しくは非置換ヒドロカルビル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、又はスルフィド基である] を含む、MT - プロピルシロキサン樹脂。

【請求項 9】

前記ケイ素含有 M - 基キャッピング剤が、下記平均式：

【化 2】



[式中、Z は C1、1 ~ 10 個の炭素を有するアルコキシ基、又は 1 ~ 10 個の炭素原子を有する置換若しくは非置換ヒドロカルビル基であり、各 R^4 、 R^5 、及び R^6 は、独立して、1 ~ 10 個の炭素原子を有する置換又は非置換ヒドロカルビル基であり、X は O 又は NH であり、y は 0 ~ 10 の範囲である]

を有する化合物又はその加水分解物を含む、請求項 8 に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂。

【請求項 10】

下記単位：

- i. $(R^2)_3 SiO_{1/2}$ a
- ii. $(R^3)_2 SiO_{2/2}$ b
- iii. $(R^1) SiO_{3/2}$ c、及び
- iv. $(SiO_{4/2})$ d

[式中、

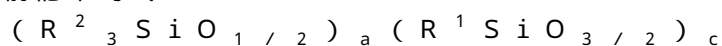
各 R^1 、 R^2 、及び R^3 は、独立して、1 ~ 10 個の炭素原子を有する置換又は非置換ヒドロカルビル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、及びスルフィド基から選択されるが、但し、ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.40 モルの R^1 基がプロピル基であり、

- a が 0.20 未満であり、
- b が 0 ~ 0.30 の範囲の値を有し、
- c が 0.6 を超える値を有し、
- d が 0 ~ 0.50 の範囲の値を有し、
- a + b + c + d の値が 1 である]

を含む、MT - プロピルシロキサン樹脂。

【請求項 11】

前記平均式：



[式中、a + c = 1 の条件で、a は先に定義した通りであり、c は 0.80 ~ 1 未満の範囲である]

を有する、請求項 10 に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂。

【請求項 12】

ケイ素 1 モル当たり 0.05 ~ 0.40 モルのシラノール基を含む、請求項 10 又は 11 に記載の、MT - プロピルシロキサン樹脂。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

本出願は、2011 年 5 月 3 日出願の米国特許出願第 61 / 481, 937 号の利益を主張するものである。

10

(発明の分野)

本発明は、MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法を提供する。より具体的には、本発明は、T - プロピルシロキサン樹脂をケイ素含有 M - 基キャッピング剤でキャッピングして、MT - プロピルシロキサン樹脂を形成することを含む。

【背景技術】

【0002】

シロキサン樹脂は、パーソナルケア用途など、多くの用途で重要である。

【0003】

T - プロピルシロキサン樹脂として既知であるシロキサン樹脂の 1 つの特定のサブクラスは、パーソナルケア組成物、例えば化粧品配合物において特定の有用性を見出した。しかしながら、T - プロピルシロキサン樹脂は、不安定であり得、それらの特性は経時的に徐々に悪化する可能性がある。例えば、T - プロピルシロキサン樹脂の光学的透明度は悪化する可能性があり、したがって、光学的透明度が低下したパーソナルケア組成物がもたらされる。光学的透明度の低下はまた、分子量及び粘度の増加を伴う場合があり、これらの双方とも望ましくない。

20

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

パーソナルケア用途における T - プロピルシロキサン樹脂の使用は、望ましい特性を有する配合物をもたらしたが、このような配合物において使用されるシロキサン樹脂の特性を変更するための要望が存在する。

30

【課題を解決するための手段】

【0005】

MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法が提供される。この方法は、プロピルトリクロロシランを過剰の水中で加水分解して、T - プロピルシロキサン樹脂をもたらすことを含む。T - プロピルシロキサン樹脂は、ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.60 モルの $R^1 SiO_{3/2}$ 単位を含み、式中、 R^1 は、1 ~ 10 個の炭素原子を有する置換若しくは非置換ヒドロカルビル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、又はスルフィド基である。ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.40 モルの R^1 基は、プロピル基である。この方法はまた、プロピルトリクロロシランを加水分解することから形成された T - プロピルシロキサン樹脂を、ケイ素含有 M - 基キャッピング剤でキャッピングして、MT - プロピルシロキサン樹脂を形成することを含む。ケイ素含有 M - 基キャッピング剤は、ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.50 モルの 1 官能性単位を含む。

40

【0006】

MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法は、T - プロピルシロキサン樹脂の所望の特性を有するが、非常に大きな程度の安定性を有する MT - プロピルシロキサン樹脂をもたらす。更には、本発明者は、本発明の MT - プロピルシロキサン樹脂を含有するパーソナルケア組成物が改善された安定性及び光学的透明度を有することを発見した。

【発明を実施するための形態】

【0007】

50

MT - プロピルシロキサン樹脂の形成方法が提供される。本発明の方法により形成されるMT - プロピルシロキサン樹脂は、パーソナルケア用途が挙げられるがこれに限定されない多種多様な用途における有用性を有する。本発明から形成されるMT - プロピルシロキサン樹脂が特定の有用性を有するような1つの用途は、化粧品配合物などのパーソナルケア組成物が利用されるパーソナルケア用途におけるものである。M、D、T、及びQ単位及びこのような単位に依存する命名法は、当該技術分野で既知である。例えば、本発明のMT - プロピルシロキサン樹脂は、少なくともM単位とT単位とを有するシロキサン樹脂である。

【0008】

この方法は、モル過剰の水中でプロピルトリクロロシランを加水分解して、T - プロピルシロキサン樹脂を製造することを含む。この方法は、プロピルトリクロロシランを加水分解することから形成されたT - プロピルシロキサン樹脂を、ケイ素含有M - 基キャッピング剤でキャッピングして、MT - プロピルシロキサン樹脂を形成することを更に含む。

10

【0009】

モル過剰の水中でプロピルトリクロロシランを加水分解する工程中、反応温度は、通常0 ~ 80 又は20 ~ 60 に維持される。しかしながら、当業者によって理解されるように、加水分解を可能にする他の反応温度も企図される。典型的には、樹脂中のSi 1モル当たり0.9モルを超える水をもたらすように、この工程においては十分な量の水が使用され、あるいは、樹脂上のSi 1モル当たり0.9モル~30モルまでの範囲の水をもたらすように、この工程においては十分な量の水が使用される。

20

【0010】

特定の実施形態では、ケイ素含有M - 基キャッピング剤は、プロピルトリクロロシランを加水分解する工程の前にはその工程中に添加される。あるいは、他の実施形態では、M - 基キャッピング剤は、プロピルトリクロロシランを加水分解する工程後（キャッピング後）に提供されてもよい。

【0011】

プロピルトリクロロシランを加水分解する工程中に、プロピルトリクロロシラン及びプロピルトリクロロシラン以外の成分が、部分的に加水分解されてもよく、ここでは、プロピルトリクロロシラン又は他の成分中の加水分解可能な基の全てが加水分解されるわけではない。ほんの一例として、ケイ素含有M - 基キャッピング剤がプロピルトリクロロシランを加水分解する工程中に存在し、1つを超える加水分解可能な基を含むなら、ケイ素含有M - 基キャッピング剤は、部分的に加水分解され得る。T - プロピルシロキサン樹脂の一部分も、T - プロピルシロキサンが形成された後に、部分的に加水分解され得る。

30

【0012】

この方法は、上述したように、モル過剰の水中でプロピルトリクロロシランを加水分解することを含む。あるいは、プロピルトリクロロシランはまた、過剰の水及び有機溶媒中で加水分解されることができる。一実施形態では、好適な有機溶媒は、加水分解中に反応体に対して不活性なものである。別の実施形態では、好適な有機溶媒は、加水分解中に反応体と反応する。例えば、有機溶媒がメタノールを含む場合、メタノールはプロピルクロロシランと反応する可能性がある。有機溶媒は、ベンゼン、トルエン、キシレン、又は同様な芳香族炭化水素；ヘキサン、ヘプタン、イソオクタン、又は同様な線状若しくは部分的に分岐した飽和炭化水素を含むことができ、シクロヘキサン、又は同様な脂肪族炭化水素が好適であり得る。反応中のゲル化の可能性を最小にとどめるために、過剰の有機溶媒が、有機アルコールなどの共溶媒と共に混合物に添加されてもよい。これらの目的に好適なアルコールとしては、メタノール、エタノール、n - プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、ブタノール、メトキシエタノール、エトキシエタノール、又は同様なアルコール類が挙げられるが、これらに限定されない。

40

【0013】

更には、メチルトリクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、又は同様なクロロシラン、及びメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラ

50

ン、メチルトリイソプロポキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、同様なアルキルアルコキシシラン、又はこれらの加水分解物を反応混合物に添加することによって、共加水分解を行うことができる。

【0014】

プロピルトリクロロシランの加水分解が、有機溶媒の存在下で実施され、代替担体溶媒が、MT-プロピルシロキサン樹脂の特定の用途により好適であるなら、この方法は、有機溶媒と代替担体溶媒との間で溶媒交換を実施することを更に含んでもよい。有機溶媒と代替担体溶媒との間の溶媒交換を実施する工程は、加水分解工程で使用された有機溶媒を代替担体溶媒で置き換えることを含んでもよい。典型的には、代替担体溶媒は、パーソナルケア組成物中の他の成分と相溶性のあるものであり、並びにヒトの用途に好適であるものである。これとは対照的に、加水分解中に使用される有機溶媒は、パーソナルケア組成物における使用に必ずしも好適ではない。代替担体溶媒は、イソドデカン、2-ブチルオクタノール、イソヘキサデカン、 C_{12-15} アルキルベンゾエート、ヒマシ油、水素添加パーム油、グリセリン、又はパルミチン酸イソプロピルを含んでもよい。あるいは、代替担体溶媒は、環式シロキサン、短鎖シロキサン、又は炭化水素溶媒のなんらかの他の形態を含んでもよい。短鎖シロキサン流体は、典型的には、200~700の範囲の分子量(M_w)を有するシロキサンを意味すると理解される。特に、パーソナルケア組成物において、溶媒交換工程が、有機溶媒と代替担体溶媒との間で実施されるならば、代替担体溶媒がヒトの適用に関して適合することが重要である。脂肪族炭化水素溶媒は、典型的には、代替担体溶媒として使用される。

10

20

【0015】

T-プロピルシロキサン樹脂は、多様な形状及び特性を有することができる。T-プロピルシロキサン樹脂は、典型的には、シロキサン樹脂中に存在するケイ素1モル当たり少なくとも0.60モルの $R^1SiO_{3/2}$ 単位を含み、式中、 R^1 は、1~10個の炭素原子を有する置換又は非置換ヒドロカルビル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、又はスルフィド基であり、但し、シロキサン樹脂中に存在するケイ素1モル当たり少なくとも0.40モルの R^1 基がプロピル基である。

【0016】

T-プロピルシロキサン樹脂は、ケイ素1モル当たり少なくとも0.60モルの $R^1SiO_{3/2}$ 単位を含むが、T-プロピルシロキサン樹脂が、シロキサン樹脂中に存在するケイ素1モル当たり少なくとも0.70、0.80、0.90、0.95、0.99又は1.0モルの $R^1SiO_{3/2}$ 単位も含むことができることも企図される。上記に示されたように、T-プロピルシロキサン樹脂はまた、ケイ素1モル当たり少なくとも0.40モルの R^1 基がプロピル基であるという条件によって特徴付けられる。典型的には、ケイ素1モル当たり少なくとも0.50、0.60、0.70、0.80、0.90、0.95、0.99、又は1.0モルの R^1 基がプロピル基である。別の実施形態では、ケイ素1モル当たり1モルの R^1 基がプロピル基である。T-プロピルシロキサン樹脂が、上述したT単位に加えてM-単位を含むことも企図される。

30

【0017】

T-プロピルシロキサン樹脂は、典型的には、ケイ素含有M-基キャッピング剤でのキャッピングに先立って、残留シラノール基を含む。1つの構成において、T-プロピルシロキサン樹脂は、ケイ素含有M-基キャッピング剤でキャッピングされる前に、シロキサン樹脂中に存在するケイ素1モル当たり0.20~1.20モルのシラノール基を含む。あるいは、T-プロピルシロキサン樹脂は、ケイ素含有M-基キャッピング剤でキャッピングされる前に、ケイ素1モル当たり0.30~0.70モルのシラノール基、又はケイ素1モル当たり0.35~0.50モルのシラノール基を含む。

40

【0018】

ケイ素含有M-基キャッピング剤は、ケイ素1モル当たり少なくとも0.50モルの1官能性単位を含む。特定の実施形態では、ケイ素含有M-基キャッピング剤は、少なくとも1つの $R_3SiO_{1/2}$ 単位、少なくとも1つのジシロキサン、又は少なくとも1つの

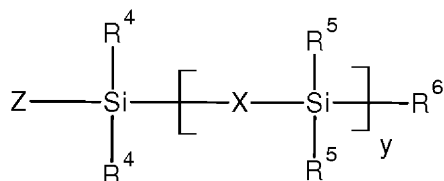
50

ジシラザンを含んでよい。

【0019】

一実施形態では、ケイ素含有M-基キャッピング剤は、下記平均式を有する化合物を含む。

【化1】



10

この式において、ZはC1、1～10個の炭素を有するアルコキシ基、又は1～10個の炭素原子を有する置換又は非置換ヒドロカルビル基であり、R⁴、R⁵、及びR⁶は、各々独立して、1～10個の炭素原子を有する置換又は非置換ヒドロカルビル基であり、XはO又はNHであり、yは0～10の範囲である。1つの特定の実施形態では、yは0～1の範囲である。特定のM-基キャッピング剤は、本開示全体を通して列挙されるが、当業者によって理解されるように、他のキャッピング剤もまた、記載された方法での使用が企図される。あるいは、上記記載の化合物の加水分解物は、ケイ素含有M-基キャッピング剤として利用されてもよい。

【0020】

ケイ素含有M-基キャッピング剤は、クロロシラン、アルコキシシラン、ジシロキサン、又はジシラザンであり得る。ケイ素含有M-基キャッピング剤は、1官能性シラン、シロキサン、又はシラザンを含み得る。好適な1官能性シランとしては、例えば、ハロ-、アルコキシ-、及びカルボキシ-トリオルガノシランなどのトリオルガノシランが挙げられる。より厳密には、シロキサ含有M-基キャッピング剤の具体的な例としては、トリメチルクロロシラン、トリメチルメトキシシラン、ヘキサメチルジシロキサン、ジフェニルメチルメトキシシラン、ジメチルフェニルメトキシシラン、ジフェニルメチルクロロシラン、ジメチルフェニルクロロシラン、ヘキサメチルジシラザン、及びこれらの加水分解物が挙げられる。一実施形態では、ケイ素含有M-基キャッピング剤は、トリメチルクロロシランを含む。所望により、ケイ素含有M-基キャッピング剤の混合物が使用されてもよい。

20

30

【0021】

ケイ素含有M-基キャッピング剤は、プロピルトリクロロシランを加水分解する工程前、工程中又は工程後などの、MT-プロピルシロキサン樹脂の形成の過程中的様々な時点で添加され得る。したがって、ケイ素含有M-基キャッピング剤は、T-プロピルシロキサン樹脂のキャッピング前に、部分的に加水分解してよい。

【0022】

ケイ素含有M-基キャッピング剤が、プロピルトリクロロシランを加水分解する工程前に又は工程中に添加される場合は、ケイ素含有M-基キャッピング剤の量は、提供されたプロピルトリクロロシラン1モル当たり、0.01～0.90モルのケイ素含有M-基キャッピング剤の範囲であり得る。あるいは、ケイ素含有M-基キャッピング剤の量は、提供されたプロピルトリクロロシラン1モル当たり、0.10～0.60モル、又は0.15～0.50モルのケイ素含有M-基キャッピング剤の範囲であり得る。

40

【0023】

ケイ素含有M-基キャッピング剤が、プロピルトリクロロシランを加水分解する工程の後に提供される場合は、ケイ素含有M-基キャッピング剤の量は、T-プロピルシロキサン樹脂1モル当たり、0.01～0.50モルのケイ素含有M-基キャッピング剤の範囲であり得る。あるいは、ケイ素含有M-基キャッピング剤の量は、T-プロピルシロキサン樹脂1モル当たり、0.01～0.40、又は0.01～0.30、又は0.01～0.20モルのシロキサ含有M-基キャッピング剤の範囲であり得る。このような実施形態では、(M単位のマール分率)の値は、0.20未満である。あるいは、このような実施

50

形態におけるこの値は、 $0.05 \sim 0.20$ 未満、又は $0.05 \sim 0.15$ 、又は $0.10 \sim 0.15$ の範囲であり得る。

【0024】

溶媒交換が利用されるような一実施形態では、ケイ素含有M-基カップリング剤は、溶媒交換を実施する工程の前に添加される。別の構成では、ケイ素含有M-基カップリング剤は、有機溶媒で代替担体溶媒に溶媒交換を実施する工程中又は工程後に添加される。

【0025】

この方法はいずれかの特定の理論に限定されるものではないが、ケイ素含有M-基カップリング剤は、T-プロピルシロキサン樹脂のシラノール基と反応する。ケイ素含有M-基カップリング剤の添加及び反応は、典型的には、 $20 \sim 150$ 、又は $40 \sim 120$ の範囲の温度で実施される。ケイ素含有M-基カップリング剤の添加後に、混合物は、5分～480分、又は30分～180分の範囲の時限の間加熱されて、カップリング工程を完了する。

10

【0026】

T-プロピルシロキサン樹脂のカップリング後に、MT-プロピルシロキサン樹脂は、典型的には、シロキサン樹脂中に存在するケイ素1モル当たり $0.05 \sim 0.40$ モルのシラノール基、ケイ素1モル当たり $0.10 \sim 0.35$ モルのシラノール基、又はケイ素1モル当たり $0.15 \sim 0.35$ モルのシラノール基を含む。

【0027】

代替の実施形態では、MT-プロピルシロキサン樹脂は、平均式： $(R^2_3SiO_{1/2})_a(R^1SiO_{3/2})_c$ を有し、式中、 $a + c = 1$ の条件で、 a は 0.20 未満であり、 c は $0.80 \sim 1$ 未満の範囲である。 $a + c = 1$ の条件で、 a は $0.05 \sim 0.20$ 未満、又は $0.05 \sim 0.15$ の範囲であり、 c は $0.80 \sim 0.95$ 、又は $0.80 \sim 0.90$ の範囲であることも企図される。

20

【0028】

所望の場合、平衡化触媒が、プロピルトリクロロシランに添加されてもよい。平衡化触媒としては、当業者であれば理解されるように、酸、塩基、又は代替触媒が挙げられるが、これらに限定されない。

【0029】

ポリオルガノシロキサンは、必要に応じて、本開示の方法に含まれ得る。添加され得るポリオルガノシロキサンは、D単位及びT単位を含む。このポリオルガノシロキサンは、得られるシロキサン樹脂の特性を変更するよう、MTプロピルシロキサン樹脂中に様々なD及びT単位を導入するために添加され得る。ポリオルガノシロキサンがいくつかの測定可能な量のD単位又はT単位を含有するならば、ポリオルガノシロキサンの構造又は式は制限されず、T-プロピルシロキサン樹脂とM-カップリング剤との反応に添加されるポリオルガノシロキサンの総量は、反応混合物にケイ素1モル当たり 0.50 モルを超えるD又はT単位をもたらないものである。

30

【0030】

ポリオルガノシロキサンは、D若しくはT単位、又はこれらの組み合わせを含有するものとして当該技術分野で既知の流体、ガム、樹脂性シリコーンのいずれかから選択され得る。D単位は、典型的には、メチル若しくはフェニル置換基、又はこれらの組み合わせを含有する。T単位は、典型的には、メチル若しくはフェニル置換基、又はこれらの組み合わせを含有する。ポリオルガノシロキサンは、 25 で $10 \sim 1000 \text{ mm}^2/\text{s}$ (cS)の粘度を有する線状ポリオルガノシロキサン流体であり得る。典型的には、ポリオルガノシロキサン流体は、ポリジメチルシロキサン、あるいはポリメチルフェニルシロキサンである。ポリオルガノシロキサンはまた、オルガノシルセスキオキサンであることができる。オルガノシルセスキオキサン樹脂は、典型的には、メチルシルセスキオキサン樹脂又はフェニルシルセスキオキサン樹脂である。

40

【0031】

シロキサン樹脂の任意の単独のD、T又はQシロキサン単位は、ヒドロキシル基及びノ

50

又はアルコキシ基を含有することもある。ヒドロキシル及び／又はアルコキシ基を含有するこのようなシロキサン単位は、シロキサン樹脂に一般的に見られる。

【0032】

本明細書に記載される T - プロピルシロキサン樹脂は、バッチ、半連続又は連続プロセスで製造され得る。特定の実施形態では、T - プロピルシロキサン樹脂は、連続プロセスで製造される。

【0033】

T - プロピルシロキサン樹脂とケイ素含有 M - 基キャッピング剤との反応生成物を含む MT - プロピルシロキサン樹脂もまた、提供される。ケイ素含有 M - 基キャッピング剤は、ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.50 モルの 1 官能性単位を含む。T - プロピルシロキサンは、ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.60 モルの $R^1 SiO_{3/2}$ 単位を含み、式中、 R^1 は、1 ~ 10 個の炭素原子を有する置換若しくは非置換ヒドロカルビル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、又はスルフィド基である。T - プロピルシロキサン樹脂では、ケイ素 1 モル当たり少なくとも 0.40 モルの R^1 基が、プロピル基である。反応生成物及び反応体は、全体を通して提供された開示に従って異なり得ることが意図される。

10

【0034】

別の実施形態では、(i) $(R^2_3 SiO_{1/2})_a$ 、(ii) $(R^3_2 SiO_{2/2})_b$ 、(iii) $(R^1 SiO_{3/2})_c$ 、及び(iv) $(SiO_{4/2})_d$ の単位を含む MT - プロピルシロキサン樹脂が提供される。すぐ下に記載されるように、MT プロピルシロキサン樹脂中に存在する各単位の量は、全ての $(R^2_3 SiO_{1/2})_a$ 、 $(R^3_2 SiO_{2/2})_b$ 、 $(R^1 SiO_{3/2})_c$ 、及び $(SiO_{4/2})_d$ 単位の総モル数のモル分率 (a、b、c、又は d) として表現されることができる。

20

【0035】

a の値 (M 単位のモル分率) は、典型的には 0.20 未満である。あるいは、この値は、0.05 ~ 0.20 未満、又は 0.05 ~ 0.15、又は 0.10 ~ 0.15 の範囲であってもよい。b の値 (D 単位のモル分率) は、典型的には、0 ~ 0.30、又は 0 ~ 0.20、又は 0 ~ 0.10 の範囲である。c の値 (T 単位のモル分率) は、典型的には、0.60、0.70、0.80、0.90、又は 0.95 を超える値である。あるいは、c の値は、a の値を超え、b の値を超え、かつ d の値を超える。c は、単一の最も多数の構成成分であることが意図される。d の値 (Q 単位のモル分率) は、典型的には、0 ~ 0.50、0 ~ 0.30、又は 0 ~ 0.10 の範囲である。したがって、上記式によって例示されるように、MT プロピルシロキサン樹脂は、D 及び Q 単位を含まなくてもよいし、あるいは様々な量のいずれかを含有してもよい。上記式において、 $a + b + c + d$ の値は 1 である。

30

【0036】

MT プロピルシロキサン樹脂における R^1 、 R^2 、及び R^3 は、それぞれ独立して、1 ~ 10 個の炭素原子を有する置換又は非置換ヒドロカルビル基、アリール基、カルビノール基、アミノ基、及びスルフィド基から選択される。代表的な非置換のヒドロカルビル基は、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、及びオクチルによって例示される。代表的なアリール基は、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 - 2 - メチルエチル、典型的にはフェニルであるアリール基を伴うクロロフェニル、プロモフェニル及びフルオロフェニルによって例示される。

40

【0037】

本開示の目的のために、カルビノール基は、少なくとも 1 つの炭素結合されたヒドロキシル (COH) ラジカルを含有する任意の基として定義される。したがって、カルビノール基は、1 超の COH ラジカルを含有し得る。アリール基を含まない場合、カルビノール基は、少なくとも 3 個の炭素原子を有する。アリールを含有するカルビノール基は、少なくとも 6 個の炭素原子を有し得る。少なくとも 3 個の炭素原子を有するアリール基を含

50

ないカルビノール基は、式 $R^4 OH$ を有する基によって例示され、式中、 R^4 は、少なくとも3個の炭素原子を有する二価炭化水素ラジカル、又は少なくとも3個の炭素原子を有する二価ヒドロカルボノキシラジカルである。基 R^4 は、 $(CH_2)_x$ 、 $CH_2CH(CH_3)$ 、 $CH_2CH(CH_3)CH_2$ 、 $CH_2CH_2CH(CH_2CH_3)CH_2C_2H_5$ 、及び $CH(CH_3)(CH_2)_x$ などのアルキレンラジカルによって例示され、ここで x は1～10の値を有する。

【0038】

少なくとも6個の炭素原子を有するアリール含有カルビノール基は、式 $R^5 OH$ を有する基によって例示され、ここで R^5 は、 $-(CH_2)_x C_6H_4$ 、 $CH_2CH(CH_3)(CH_2)_x C_6H_4$ 、 $(CH_2)_x C_6H_4(CH_2)_x$ などのアリーレンラジカルであり、ここで x は1～10の値を有する。カルビノール基を含有するアリールは、典型的には6～14個の原子を有する。

10

【0039】

アミノ基は、式 $R^6 NH_2$ 又は $R^6 NHR^7 NH_2$ を有する基によって例示され、ここで R^6 は、少なくとも2個の炭素原子を有する二価炭化水素ラジカルであり、 R^7 は、少なくとも2個の炭素原子を有する二価炭化水素ラジカルである。基 R^6 は、典型的には、2～20個の炭素原子を有するアルキレンラジカルである。 R^6 は、エチレン、プロピレン、ブチレン、イソ-ブチレン、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、及びデカメチレンによって例示される。

20

【0040】

R^7 は、典型的には2～20個の炭素原子を有するアルキレンラジカルである。 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、及びデカメチレンによって例示される。

【0041】

典型的アミノ基は： $CH_2CH_2CH_2NH_2$ 、 $CH_2(CH_3)CHCH_2(H)NCH_3$ 、 $H_2CH_2NHCH_2CH_2NH_2$ 、 $CH_2CH_2NH_2$ 、 $CH_2CH_2NHCCH_3$ 、 $CH_2CH_2CH_2CH_2NH_2$ 、 $(CH_2CH_2NH)_3H$ 、及び $CH_2CH_2NHCH_2CH_2NHC_4H_9$ である。

30

【0042】

MT-プロピルシロキサン樹脂の分子量は、特に制限されないが、重量平均分子量 (M_w) は、2,000～100,000、又は5,000～60,000、又は5,000～30,000の範囲であってよい。

【0043】

理解されるように、MT-プロピルシロキサン樹脂は、上記の方法に従って形成され得るか、又は当業者によって理解されるような他の方法に従って形成され得る。

【0044】

上述されるように、本開示のMT-プロピル樹脂は、多様なパーソナルケア用途で有用である。したがって、対象の開示全体を通して開示されるMT-プロピルシロキサンを含むパーソナルケア組成物が意図される。

40

【0045】

本発明は、例示的实施形態を参照して説明されてきたが、本発明の範囲から逸脱することなく、様々な変更がなされ得ること並びに等価物がこの要素に置き換えられ得ることが、当業者には理解されるであろう。加えて、この本質的範囲から逸脱することなく、特定の状況又は材料を本発明の教示に適合させるよう多くの修正がなされ得る。本発明は、本発明を実施するために企図される最適モードとして開示された特定の实施形態に限定されるよう意図されてはならず、本発明は、添付された特許請求の範囲の範囲内に入る全ての实施形態を包含する。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US2012/035935

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C08G77/04 A61K8/89
ADD.

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 A61K

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 practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| X | DE 100 59 468 A1 (WACKER CHEMIE GMBH [DE]) 15 November 2001 (2001-11-15) example 4 | 1-12 |
| X | ----- WO 2005/075542 A1 (DOW CORNING [US]; COOK JULIE LYN [US]; HINTERMAN DANIEL MICHAEL [US];) 18 August 2005 (2005-08-18) examples 2-c; tables 2-4 | 1-12 |
| X | ----- WO 2009/071662 A2 (OREAL [FR]; MONDET JEAN [FR]; ARDITTY STEPHANE [FR]; BARBA CLAUDIA [FR]) 11 June 2009 (2009-06-11) tables 1-2 | 1-12 |
| X | ----- FR 2 946 872 A1 (OREAL [FR]) 24 December 2010 (2010-12-24) table 1 | 1-12 |
| | ----- | |

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ 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 application or patent 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

12 July 2012

Date of mailing of the international search report

24/07/2012

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Bergmeier, Martin

International application No

PCT/US2012/035935

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (April 2005)

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, 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, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA

(72)発明者 トーマス ダニエル ベケマイアー

アメリカ合衆国 ミシガン州 4 8 4 1 5 バーチ ラン ブッシュ ロード 1 2 6 3 0

(72)発明者 ギャリー ウェーバー

アメリカ合衆国 ミシガン州 4 8 6 4 2 ミッドランド ヒューロン ドライブ 4 4 0 7

Fターム(参考) 4J246 AA03 BA12X BA120 BA28X BB02X BB020 BB022 CA05U CA05X CA050

CA12M CA12X CA120 CA14U CA14X CA140 CA24X CA240 CA25X CA250

CA39X CA390 CA400 CA76X CA760 CA82X CA820 FA071 FA131 FA151

FA261 FA421 FA431 FA441 FA451 FE14 HA53