



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 30 078 T2** 2006.10.19

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 010 715 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 30 078.9**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 309 314.5**

(96) Europäischer Anmeldetag: **23.11.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **21.06.2000**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **01.03.2006**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **19.10.2006**

(51) Int Cl.⁸: **C08G 77/50** (2006.01)
C08J 3/09 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

211736 15.12.1998 US

(73) Patentinhaber:

General Electric Co., Schenectady, N.Y., US

(74) Vertreter:

**Luderschmidt, Schüler & Partner, 65189
Wiesbaden**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB

(72) Erfinder:

**Kilgour, John Alfred, Clifton Park, New York 12065,
US; Kuo, An-Li, Chappaqua, New York 10514, US**

(54) Bezeichnung: **Silikonelastomer**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft Silikonzusammensetzungen aus einem flüssigen Medium, insbesondere Zusammensetzungen aus alkyl-substituierten Silikonelastomeren.

[0002] Silikonzusammensetzungen aus einem Silikonfluid und einem vernetzten Silikonelastomer sind bekannt, siehe z. B. US-Patent Nr. 4,987,169, die gemeinsam angemeldeten US-Patent Nrn. 5,760,116; 4,987,169. Weder das US '169-Patent noch das US '116-Patent offenbart Dispersionen von Silikonelastomeren in Fluiden, die von Silikonfluiden verschieden sind.

[0003] WO 98/18849 offenbart Fettalkohol oder aliphatische Glycerin gepfropfte Silikongele mit erhöhter Ölkompatibilität. Die gepfropften Substituenten sind an das Silikongel über Si-O-C-Bindungen angeheftet, die leicht in der Gegenwart von Feuchtigkeit der Hydrolyse unterliegen.

[0004] US-A-5066714 offenbart ein härtbare Organopolysiloxan mit kittartiger Zusammensetzung aus einem Organopolysiloxan mit zumindest zwei Alkenylgruppen in einem Molekül, einem Organowasserstoff-Polysiloxan mit zumindest drei $\equiv\text{SiH}$ -Gruppen, einer katalytischen Menge an Platin oder einer Platinverbindung und mit einem anorganischen Füller. Diese Zusammensetzung beinhaltet weiterhin ein Organopolysiloxan, das mit einer Alkylgruppe modifiziert ist, die direkt an Siliziumatome gebunden ist und von 7 bis 30 Kohlenstoffatome hat, wobei das modifizierte Organosiloxan als ein Öl dient, das sich vor dem Härten leicht abscheidet, aber nicht merklich nach der Härtung abscheidet. Die Zusammensetzung ist insbesondere für Abdrücke geeignet.

[0005] WO-A-9818849 offenbart Fettalkohol oder aliphatische Glyzerin gepfropfte kautschukähnliche Silikongele mit erhöhter Ölkompatibilität, die durch 1) reagieren lassen eines Fettalkohols oder eines aliphatischen Glycols mit Methylhydriddimethylsiloxan in der Gegenwart eines Platinkatalysators in einem Reaktionsmedium aus einem Silikonfluid oder einem kosmetischen Öl oder einer Mischung daraus und 2) weiteres reagieren lassen der Mischung mit einem vinylfunktionalisierten Siloxanpolymer synthetisiert werden. Die erhaltenen Verbindungen können als Gelierungsmittel für Kohlenwasserstofföle, Gemüseöle und Silikonöle verwendet werden. Das wirksame synthetische Verfahren nähert sich einer 100%-Ausbeute an.

[0006] Was benötigt wird ist ein hydrolytisch stabiles Silikonelastomer, das mit Medien wie z. B. Kohlenwasserstoffen, die sich von Silikonfluiden unterscheiden, kompatibel ist.

[0007] In einem ersten Gesichtspunkt ist die vorliegende Erfindung gerichtet auf eine Silikonzusammensetzung aus einem flüssigen Medium, wobei das genannte flüssige Medium eine organische Flüssigkeit, ein Silikonfluid oder eine Mischung daraus beinhaltet, sowie einem Silikonelastomer, das in dem flüssigen Medium dispergiert wird, wobei das genannte Elastomer das vernetzte Hydrosilylierungsreaktionsprodukt von (i) einer alkenyl-funktionalen Silikonverbindung, (ii) einer silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung und (iii) einem oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen beinhaltet.

[0008] Das Silikonelastomer ist hydrolytisch stabil derart, dass die Alkyl-Substituenten an das Elastomer über einer Si-C-Bindung mit guter hydrolytischer Stabilität gebunden sind und leicht und ökonomisch in einem einzigen Schritt hergestellt werden kann. So wie hier verwendet bedeutet die Bezeichnung „hydrolytisch stabil“ eine Tendenz, keinen Strukturänderungen zu unterliegen, wie z. B. Bindungsspaltung als Ergebnis eines Einwirkens von Feuchtigkeit.

[0009] In einem zweiten Gesichtspunkt ist die vorliegende Erfindung gerichtet auf ein Verfahren zur Herstellung eines vernetzten alkyl-substituierten Silikonelastomeren durch Bilden eines Hydrosilylierungsreaktionsprodukts von (i) einer alkenyl-funktionalen Silikonverbindung, (ii) einer silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung und (iii) einem oder mehreren α,β -ungesättigten Alkenen, wobei das vernetzte alkyl-substituierte Silikonelastomer gebildet wird durch in Kontakt bringen der alkenyl-funktionalen Silikonverbindung, silylhydrid-funktionalen Silikonverbindungen und dem einen oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen unter Hydrosilylierungsbedingungen in einem Medium aus einem oder mehreren Silikonfluiden, einem oder mehreren organischen Flüssigkeiten oder einer Mischung daraus.

[0010] In einem dritten Gesichtspunkt ist die vorliegende Erfindung gerichtet auf eine Silikonemulsion aus einer Emulsion einer ersten flüssigen Phase und einer zweiten flüssigen Phase und weiterhin aus einem Silikonelastomer, dispergiert in der Emulsion, wobei das genannte Silikonelastomer das vernetzte Hydrosilylierungsreaktionsprodukt von (i) einer alkenyl-funktionalen Silikonverbindung, (ii) einer silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung und (iii) einem oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen beinhaltet.

Silikonelastomer

[0011] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet das vernetzte alkyl-substituierte Silikonelastomer, das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, das vernetzte Hydrosilylierungsreaktionsprodukt, basierend auf 100 Gewichtsteilen („pbw“) der kombinierten alkenyl-funktionalen Silikonverbindung, silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung und α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen von 10 pbw bis 99,9 pbw, bevorzugt 40 pbw bis 99,5 pbw, besonders bevorzugt von 65 pbw bis 95 pbw der kombinierten alkenyl-funktionalen Silikonverbindungen und silylhydrid-funktionalen Silikonverbindungen und von mehr als 0,1 pbw bis 90 pbw, bevorzugt von 0,5 pbw bis 60 pbw, besonders bevorzugt von 5 pbw bis 35 pbw von einem oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen.

[0012] In einer bevorzugten Ausführungsform bildet das erfindungsgemäß verwendete alkyl-substituierte Silikonelastomer ein vernetztes dreidimensionales Netzwerk, das sich nicht auflöst, aber dazu fähig ist, durch ein geeignetes flüssiges Medium wie z. B. ein niedrig-molekulargewichtiges Silikon oder eine organische Flüssigkeit gequollen zu werden. Die Menge an Vernetzung, die in dem vernetzten Silikonelastomernetzwerk vorhanden ist, kann in Bezug auf den Grad der Quellung, der von dem Netzwerk in dem flüssigen Medium gezeigt wird, charakterisiert werden. In einer bevorzugten Ausführungsform ist die vernetzte Struktur des Silikonelastomeren wirksam, um es dem Netzwerk zu erlauben, durch ein niedrig-molekulargewichtiges Silikonfluid, wie weiter unten vollständiger definiert, von seinem Originalvolumen zu einem gequollenen Volumen mit einem Faktor von 1,01 bis 5000, bevorzugt von 2 bis 1000 und besonders bevorzugt von 5 bis 500 Mal des Originalvolumens gequollen zu werden.

[0013] Das erfindungsgemäß verwendete vernetzte alkyl-substituierte Silikonelastomer kann durch jedes von verschiedenen alternativen Verfahren hergestellt werden.

[0014] In einer ersten Ausführungsform werden die silylhydrid-funktionale Silikonverbindung und ein oder mehrere α,β -ethylenisch ungesättigte Alkene unter Hydrosilylierungsbedingungen in Kontakt gebracht, um eine alkyl-substituierte silylhydrid-funktionale Silikonverbindung zu bilden und die alkyl-substituierte silylhydrid-funktionale Silikonverbindung wird anschließend unter Hydrosilylierungsbedingungen mit der alkenyl-funktionalen Silikonverbindung in Kontakt gebracht, um das vernetzte alkyl-substituierte Silikonelastomer zu bilden.

[0015] In einer zweiten und bevorzugten Ausführungsform werden die alkenyl-funktionale Silikonverbindung und silylhydrid-funktionale Silikonverbindung und das eine oder mehrere α,β -ethylenisch ungesättigte Alkene unter Hydrosilylierungsbedingungen in Kontakt gebracht, um das vernetzte alkyl-substituierte Silikonelastomer zu bilden.

[0016] In einer dritten Ausführungsform werden die alkenyl-funktionale Silikonverbindung und silylhydrid-funktionale Silikonverbindung unter Hydrosilylierungsbedingungen in Kontakt gebracht, um ein Silikonelastomergel zu bilden und das Gel wird anschließend unter Hydrosilylierungsbedingungen mit dem einen oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen in Kontakt gebracht, um das vernetzte alkyl-substituierte Silikonelastomer zu bilden.

[0017] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet die alkenyl-funktionale Silikonverbindung eine oder mehrere Verbindungen der Formel (I):



wobei:

M $R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2}$ ist;

$M^{vi} R^4 R^5 R^6 SiO_{1/2}$ ist;

D $R^7 R^8 SiO_{2/2}$ ist;

$D^{vi} R^9 R^{10} SiO_{2/2}$ ist;

T $R^{11} SiO_{3/2}$ ist;

$T^{vi} R^{12} SiO_{3/2}$ ist; und

Q $SiO_{4/2}$ ist;

R^1, R^2, R^3, R^7, R^8 und R^{11} jeweils unabhängig voneinander Alkyl, vorzugsweise (C_1 - C_{60})-Alkyl, Aryl oder Aralkyl ist;

R^4, R^9 und R^{12} jeweils unabhängig voneinander einwertige endständige ungesättigte Kohlenwasserstoffreste sind,

R^5, R^6 und R^{10} jeweils unabhängig voneinander einwertige endständige ungesättigte Kohlenwasserstoffreste,

Alkyl, Aryl oder Aralkyl, vorzugsweise (C₁-C₆₀)-Alkyl, Aryl oder Aralkyl, bevorzugt (C₁-C₆₀)-Alkyl sind;
 a, b, c, d, e, f und g jeweils ganze Zahlen sind, wobei:
 a, b, e, f und g jeweils größer sind als oder gleich Null und weniger als oder gleich 50,
 $0 \leq c \leq 2000$,
 $0 \leq d \leq 200$, unter der Voraussetzung, dass:
 $(a + b) \leq (2 + 3e + 3f + 4g)$ und
 $1,5 \leq (b + d + f) \leq 200$.

[0018] In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist R⁴ ein einwertiger endständiger ungesättigter (C₂-C₆)-Kohlenwasserstoffrest, R⁵, R⁶, R⁷ und R⁸ jeweils unabhängig voneinander (C₁-C₆)-Alkyl; R⁵, R⁶, R⁷ und R⁸ jeweils unabhängig voneinander (C₁-C₆)-Alkyl; b ist 2; $100 \leq c \leq 2000$, und a, d, e, f und g sind jeweils 0.

[0019] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet die silylhydrid-funktionale Silikonverbindung eine oder mehrere Verbindungen der Formel (II):



M, D, T und Q sind jeweils wie oben definiert

M^H ist R¹³R¹⁴R¹⁵SiO_{1/2};

D^H ist R¹⁶R¹⁷SiO_{2/2};

T^H ist R¹⁸SiO_{3/2};

R¹, R², R³, R⁷, R⁸ und R¹¹ sind jeweils unabhängig voneinander Alkyl, Aryl oder Aralkyl;

R¹³, R¹⁶ und R¹⁸ sind jeweils unabhängig voneinander H;

R¹⁴, R¹⁵ und R¹⁷ sind jeweils unabhängig voneinander H, Alkyl, Aryl oder Aralkyl, vorzugsweise (C₁-C₆₀)-Alkyl, Aryl oder Aralkyl, besonders bevorzugt (C₁-C₆₀)-Alkyl; und

h, i, j, k, l, m und n sind jeweils ganze Zahlen, wobei:

h, i, l, m und n jeweils größer sind als oder gleich Null und weniger als oder gleich 50,

$0 \leq j \leq 2000$,

$0 \leq k \leq 200$, unter der Voraussetzung dass:

$(h + i) \leq (2 + 3l + 3m + 4n)$ und

$1,5 \leq (i + k + m) \leq 200$.

[0020] In einer besonders bevorzugten Ausführungsform sind R¹⁴ und R¹⁵ jeweils unabhängig voneinander (C₁-C₆)-Alkyl und besonders bevorzugt jeweils Methyl; R¹³ ist H; $4 \leq i \leq 30$; $1 \leq n \leq 15$ und h, j, k, l und m sind jeweils Null. In einer alternativ besonders bevorzugten Ausführungsform sind R¹⁴, R¹⁵ und R¹⁷ jeweils unabhängig voneinander (C₁-C₁₂)-Alkyl, R¹³ und R¹⁶ jeweils H; $h + i = 2$, $0 \leq j \leq 100$, $2 \leq k \leq 100$ und l, m und n jeweils Null.

[0021] Geeignete einwertige endständig ungesättigte Kohlenwasserstoffreste beinhalten einwertige lineare und verzweigte endständig ungesättigte Kohlenwasserstoffgruppen. In einer bevorzugten Ausführungsform werden die endständigen ungesättigten Kohlenwasserstoffreste ausgewählt aus linearen oder verzweigten endständigen ungesättigten Alkylgruppen aus 2 bis 10 Kohlenstoffatomen je Gruppe, so wie z. B. Ethenyl, 2-Propenyl, 1-Methylethenyl, 2-Methyl-2-propenyl, Ethenylphenyl, sowie 3-Butenyl, 7-Octenyl, insbesondere Ethenyl, 2-Propenyl.

[0022] Geeignete einwertige Alkylgruppen beinhalten lineare oder verzweigte Alkylgruppen. In einer bevorzugten Ausführungsform werden die einwertigen Alkylgruppen ausgewählt aus linearen oder verzweigten Alkylgruppen mit von 1 bis 60 Kohlenstoffatomen je Gruppe, wie z. B. Methyl, Ethyl, Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec-Butyl, tert-Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Decyl, Dodecyl, Stearyl, Cetyl, Eicosyl, Tridecyl, Hexadecyl.

[0023] So wie hier verwendet, bedeutet die Bezeichnung „Aryl“ ein einwertiges ungesättigtes Kohlenwasserstoffsystem mit einem oder mehreren aromatischen Ringen je Gruppe, die wahlweise an dem einen oder mehreren aromatischen Ringen mit einer oder mehreren Alkylgruppen substituiert sein können, die jede vorzugsweise von 2 bis 6 Kohlenstoffatome je Alkylgruppe enthält und die im Fall von zwei oder mehr Ringen kondensierte Ringe sein können. Geeignete einwertige aromatische Kohlenwasserstoffreste beinhalten z. B. Phenyl, Toly, 2,4,6-Trimethylphenyl, 2-Isopropylmethylphenyl, 1-Pentalenyl, Naphthyl, Anthryl. Aralkyl beinhaltet z. B. Phenylethyl, 2-(1-Naphthyl)-ethyl.

[0024] Geeignete α,β -ethylenisch ungesättigte Alkene beinhalten lineare oder verzweigte α,β -ungesättigte Alkene, die wahlweise mehr als eine ungesättigte Stelle im Molekül tragen können. In einer bevorzugten Ausführungsform werden die α,β -ethylenisch ungesättigten Alkene ausgewählt aus den α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen, die von 2 bis 60 Kohlenstoffatome pro Molekül aufweisen, so wie z. B. Ethen, Propen, 2-Methylpropen, 1-Buten, 1,3-Butadien, 1-Penten, 2-Methyl-1,3-butadien, 1-Dodecen, $\text{H}_1\text{C}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{13}\text{CH}_3$, $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$, $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{50}\text{CH}_3$. In einer bevorzugten Ausführungsform werden das eine oder mehrere α,β -ethylenisch ungesättigten Alkene ausgewählt aus α,β -ethylenisch ungesättigten ($\text{C}_4\text{-C}_{24}$)-Alkenen.

[0025] In einer bevorzugten Ausführungsform wird das erfindungsgemäß verwendete Silikonelastomer hergestellt durch in Kontakt bringen von einem oder mehreren alkenyl-funktionalen Verbindungen gemäß Formel (I) mit einer oder mehreren silylhydrid-funktionalen Silikonverbindungen gemäß Strukturformel (II) und einem oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen unter Hydrosilylierungsbedingungen.

[0026] So wie hier verwendet bedeutet die Bezeichnung „($\text{C}_n\text{-C}_m$)“, wobei n und m jeweils ganze Zahlen sind, bezugnehmend auf eine organische Verbindung oder Substituentengruppe, dass die Verbindung oder Gruppe n bis m Kohlenstoffatome je Molekül der Verbindung oder Gruppe enthält. So wie hier verwendet bedeutet die Bezeichnung „jeweils unabhängig ausgewählt aus“ bezugnehmend auf organische Substituenten an einer Organosiloxanwiederholungseinheit eines Polyorganosiloxanpolymeren, dass jede Substituentengruppe unabhängig von anderen Substituentengruppen der Wiederholungseinheit und unabhängig von den Substituentengruppen irgendeiner anderen analogen Wiederholungseinheit des Polymeren ausgewählt wird. Ein Polyorganosiloxanpolymer, das hier so beschrieben wird, dass es mehr als eine eines besonderen Typs von Organosiloxanwiederholungseinheiten enthält, beinhaltet z. B. Diorganosiloxan („D“-Einheiten, wobei die Substituenten, die auf den Einheiten „jeweils unabhängig voneinander ausgewählt“ werden aus einer definierten Gruppe von sowohl Polyorganosiloxan-Homopolymere, das heißt, wobei die Substituenten in jeder der Organosiloxanwiederholungseinheiten des Polymeren die gleichen Substituenten sind, so wie z. B. ein Polydimethylsiloxanpolymer, als auch Polyorganosiloxan-Copolymere, das heißt ein Polymer, enthaltend zwei oder mehr analoge Organosiloxanwiederholungseinheiten, jede enthaltend verschiedene Substituenten, so wie z. B. ein Polydimethylsiloxan/methylphenylsiloxan-Copolymer.

[0027] In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist R^4 ein einwertiger endständiger ungesättigter ($\text{C}_2\text{-C}_6$)-Kohlenwasserstoffrest, bevorzugt Ethenyl oder 2-Propenyl, besonders bevorzugt Ethenyl, R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^{14} und R^{15} sind jeweils unabhängig voneinander ($\text{C}_1\text{-C}_6$)-Alkyl und bevorzugt jeweils Methyl, R^{13} ist H; b ist 2; $100 \leq c \leq 2000$; vorzugsweise $500 \leq c \leq 1500$; $4 \leq i \leq 30$; $1 \leq n \leq 15$ und a, d, e, f, g, h, j, k, l und m sind jeweils Null.

[0028] In einer alternativ besonders bevorzugten Ausführungsform ist R^4 ein einwertiger endständiger ungesättigter ($\text{C}_2\text{-C}_6$)-Kohlenwasserstoffrest, bevorzugt Ethenyl oder 2-Propenyl, besonders bevorzugt Ethenyl, R^1 , R^2 , R^3 , R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^{14} , R^{15} und R^{17} sind jeweils unabhängig voneinander ($\text{C}_1\text{-C}_{12}$)-Alkyl, bevorzugt ($\text{C}_1\text{-C}_{12}$)-Alkyl, besonders bevorzugt Methyl, R^{13} und R^{16} sind jeweils H; b ist 2; $100 \leq c \leq 2000$; vorzugsweise $500 \leq c \leq 1500$; $h + i = 2$; $0 \leq j \leq 100$; $2 \leq k \leq 100$ und a, d, e, f, g, l, m und n sind jeweils Null.

[0029] Geeignete alkenyl-funktionale Silikonverbindungen und silylhydrid-funktionale Silikonverbindungen sind z. B. beschrieben in US-Patent Nrn. 5,506,289; 5,674,966; 5,717,010; 5,571,853 und 5,529,837. Die Alkenylfunktionalität und die Silylhydridfunktionalität kann in einem Molekül selbsthärtendem Molekül oder Verbindung kombiniert sein, so wie z. B. in US-Patent 5,698,654 offenbart.

[0030] In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Hydrosilylierungsreaktion in der Gegenwart eines Hydrosilylierungskatalysators durchgeführt. Geeignete Katalysatoren sind bekannt, so wie z. B. in US-Patent Nrn. 2,823,218; 3,159,601; 3,159,662 und 3,775,452 beschrieben und beinhalten z. B. Ruthenium-, Osmium-, Rhodium-, Iridium-, Palladium- und Platin-Hydrosilylierungskatalysatoren.

[0031] In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Hydrosilylierungsreaktion ausgeführt in einem Reaktionsmedium aus einem oder mehreren Silikonfluiden, einem oder mehreren organischen Flüssigkeiten, von denen jede vollständiger unten beschrieben wird, oder einer Mischung daraus.

Verfahrensweise

[0032] Das erfindungsgemäß verwendete vernetzte Silikonelastomer kann dann weiter mit zusätzlichem Lösungsmittel gequollen werden, welches entweder das Gleiche ist oder unterschiedlich von dem Reaktionsmedium, das bei der Herstellung des vernetzten Silikonpolymeren verwendet wurde. Das gequollene vernetzte

Silikonelastomer wird dann einer Scherkraft, z. B. unter Verwendung einer Zweirollen-Mühle, einem Homogenisator oder einem Hochschermischer unterzogen, um das Elastomer zu Teilen zu zerbrechen.

[0033] In einer bevorzugten Ausführungsform wird das gequollene Silikonelastomer einer durch hohen Fluss erzeugten Scherkraft unterzogen, indem das Elastomer mit hohem Druck durch eine Öffnung gepresst wird. In einer bevorzugten Ausführungsform soll die Viskosität des gequollenen Elastomeren größer sein als 500 Centistokes („cStk“), vorzugsweise größer als 750 cStk, bevorzugt größer als 1000 cStk und besonders bevorzugt mehr als 5000 cStk. Die Öffnungsgröße ist durch die Möglichkeiten des Pumpsystems, ausreichenden Druck aufrecht zu erhalten, eingeschränkt. In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Öffnungsfläche kleiner als 3,2 cm² (0,5 Quadrat Inch (in²)), vorzugsweise weniger als 0,6 cm² (0,1 in²), bevorzugt weniger als 0,32 cm² (0,05 in²) und besonders bevorzugt weniger als 0,06 cm² (0,01 in²). In einer bevorzugten Ausführungsform liegt der Druck oberhalb von 3447 kPa (500 Pfund je Quadratinch (psi)), vorzugsweise oberhalb von 6894 kPa (1000 psi), bevorzugt oberhalb 10342 kPa (1500 psi) und besonders bevorzugt oberhalb von 13789 kPa (2000 psi).

Silikonzusammensetzungen

[0034] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet die erfindungsgemäß verwendete Silikonzusammensetzung, bezogen auf 100 pbw der Zusammensetzung, von 1 pbw bis 99 pbw, vorzugsweise von 5 pbw bis 95 pbw und bevorzugt 10 pbw bis 90 pbw des flüssigen Mediums, von 1 pbw bis 99 pbw, vorzugsweise von 5 pbw bis 95 pbw und bevorzugt von 10 pbw bis 90 pbw Silikonteilchen.

[0035] In einer bevorzugten Ausführungsform besteht das flüssige Medium im Wesentlichen aus einer organischen Flüssigkeit, insbesondere einer im Wesentlichen nicht polaren organischen Flüssigkeit. In einer ersten alternativ bevorzugten Ausführungsform besteht das flüssige Medium aus einem Silikonfluid. In einer zweiten alternativ bevorzugten Ausführungsform beinhaltet das flüssige Medium eine organische Flüssigkeit, vorzugsweise eine geeignete nicht-polare organische Flüssigkeit, sowie ein Silikonfluid, das mit der organischen Flüssigkeit mischbar ist.

Silikonemulsionen

[0036] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet die erfindungsgemäße Silikonemulsion, basierend auf 100 pbw der kombinierten Menge der ersten und zweiten Flüssigkeiten, von 0,1 pbw bis 99,9 pbw, vorzugsweise von 5 pbw bis 95 pbw, und bevorzugt von 15 pbw bis 85 pbw der ersten Flüssigkeit und von 0,1 pbw bis 99,9 pbw, vorzugsweise von 5 pbw bis 95 pbw und bevorzugt von 15 pbw bis 80 pbw der zweiten Flüssigkeit und bezogen auf 100 pbw der Silikonemulsion von 0,001 pbw bis 75 pbw, vorzugsweise von 0,01 pbw bis 40 pbw und bevorzugt von 0,05 pbw bis 20 pbw, das erfindungsgemäße Silikonelastomer.

[0037] In einer ersten stark bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Silikonemulsion ist die erste flüssige Phase eine kontinuierliche Phase und die zweite flüssige Phase eine diskontinuierliche Phase, emulgiert mit der kontinuierlichen ersten flüssigen Phase. In einer alternativ stark bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Silikonemulsion ist die zweite flüssige Phase eine kontinuierliche Phase und die erste flüssige Phase eine diskontinuierliche Phase, emulgiert in der kontinuierlichen zweiten flüssigen Phase.

[0038] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet die erste Flüssigkeit ein Silikonfluid, eine im Wesentlichen nicht-polare organische Flüssigkeit oder eine Mischung daraus und die zweite Flüssigkeit beinhaltet Wasser, eine im Wesentlichen polare organische Flüssigkeit, oder eine Mischung daraus.

[0039] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet die erfindungsgemäße Silikonemulsion weiterhin ein oder mehrere Emulgiermittel. Geeignete Emulgiermittel, die für die Herstellung der vorliegenden Emulsionen verwendbar sind, beinhalten z. B. Silikon enthaltende Emulgiermittel, Emulgiermittel, die von Sorbitolverbindungen abgeleitet sind und Emulgiermittel, die von Fettalkoholen abgeleitet sind, vorzugsweise werden die Emulgiermittel ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Fettsäureestern, Sorbitansesquioleat, Sorbitanoleat, Sorbitanisostearat, Polyglyceryl-3-oleat, alkoxylierten Alkoholen, wie z. B. Laureth-4, Laureth-7, Deceth-12, Steareth-10, hydroxylierten oder alkoxylierten Derivaten von Silikonverbindungen, wie z. B. Dimethiconcopolyol, Cetyldimethiconcopolyol und Laurylmethiconcopolyol, Glycerylestern wie z. B. Polyglyceryl-4-isostearyl, sowie Mischungen daraus.

[0040] Die erste Flüssigkeit, zweite Flüssigkeit und das Silikonelastomer werden zusammengemischt, um die erfindungsgemäße Silikonemulsion zu bilden. Vorzugsweise werden die Komponenten der dispersen Phase

zu den Komponenten der kontinuierlichen Phase zugegeben, während die Mischung der Komponenten einer geringen Schermischung ausgesetzt wird und die so gebildete Mischung wird dann einer hohen Schermischung unterzogen. In einer bevorzugten Ausführungsform wird eine Dispersion des erfindungsgemäßen Silikonelastomeren in der ersten Flüssigkeit langsam zu der zweiten Flüssigkeit zugegeben, während die kombinierten Phasen einer geringen Schermischung unterzogen werden, so wie z. B. in einem Mischtank, ausgerüstet mit einem propellerartigen Rührer, und dann wird die so gebildete Mischung einer hohen Schermischung unterzogen, z. B. in einer Sonolatorapparatur, einem Gaulen Homogenisator oder in einem anderen Hochschermischer, wie z. B. einem Eppenbach-Mischer, um die Silikonemulsion zu bilden. In einer bevorzugten Ausführungsform wird ein Emulgiermittel der ersten Flüssigkeit vor der Zugabe der Komponenten der ersten Phase zu den Komponenten der zweiten Phase zugegeben.

Silikonfluid

[0041] Silikonfluide, die zur Verwendung als Silikonfluidkomponente der erfindungsgemäßen Zusammensetzung geeignet sind, sind solche Organosilikonverbindungen, die bei oder in der Nähe von Raumtemperatur, z. B. von etwa 20°C bis etwa 50°C und etwa Atmosphärendruck, in flüssigem Zustand sind. In einer bevorzugten Ausführungsform hat die Silikonfluidverbindung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung eine Viskosität von unterhalb etwa 1000 Centistokes, vorzugsweise unterhalb etwa 500 Centistokes, bevorzugt unterhalb etwa 250 Centistokes, und besonders bevorzugt unterhalb 100 Centistokes bei 25°C. Geeignete Silikonfluide beinhalten z. B. cyclische Silikone der Formel D_r , wobei D definiert ist wie oben, R^7 und R^8 jeweils vorzugsweise Methyl sind und r eine ganze Zahl ist, wobei $3 \leq r \leq 12$ ist, so wie z. B. Hexamethylcyclotrisiloxan („D₃“), Octamethylcyclotetrasiloxan („D₄“), Decamethylcyclopentasiloxan („D₅“), und Dodecamethylcyclohexasiloxan („D₆“) und lineare Organopolysiloxane mit der Formel (III):



wobei:

$M' R^{19}R^{20}R^{21}SiO_{1/2}$ ist,

$D' R^{22}R^{23}SiO_{2/2}$ ist,

R^{19} , R^{20} , R^{21} , R^{22} und R^{23} jeweils unabhängig voneinander Alkyl, Aryl oder Aralkyl sind,

s eine ganze Zahl ist von 0 bis 300, wobei $0 \leq s \leq 300$, vorzugsweise $0 \leq s \leq 100$, bevorzugt $0 \leq s \leq 50$ und besonders bevorzugt $0 \leq s \leq 20$.

Organische Flüssigkeit

[0042] Geeignete organische Flüssigkeiten beinhalten jede organische Verbindung, die bei oder in der Nähe von Raumtemperatur, z. B. von etwa 20°C bis etwa 50°C und etwa bei einer Atmosphäre Druck, in flüssigem Zustand vorliegt, die im Wesentlichen gegenüber der Silikonphase inert ist, das heißt unter den erwarteten Bedingungen des Verarbeitens und der Verwendung keine chemische Reaktion mit irgendeiner der Verbindungen der Silikonphase eingeht, und die geeignet ist für die Verwendung in der beabsichtigten Endverwendungsanwendung, so wie z. B. eine kosmetischen Zusammensetzung, die aus der erfindungsgemäßen nicht-wässrigen Silikonzusammensetzung hergestellt wird.

[0043] So wie hier verwendet, bedeutet die Bezeichnung „im Wesentlichen nicht-polar“, ein Dipolmoment von weniger als etwa 0,9. Geeignete, im Wesentlichen niedrig-polare organische Flüssigkeiten beinhalten z. B. lineare oder verzweigte Kohlenwasserstoffflüssigkeiten, so wie z. B. Isododecan, Hexadecan und Octadecan, natürliche Öle, so wie z. B. Kokosnussöl, Mandelöl, Aprikosenöl, Mineralöle, Rizinusöl, Sojabohnenöl, Fettalkohole, wie z. B. Octadecanol, Dodecanol oder Stearylalkohol, Fettsäuren, so wie z. B. Stearinsäure, Laurylsäure, Palmitinsäure, Ester, so wie z. B. (C₁₂-C₁₅)-Alkylbenzoate, Hexyllaurat, Decylstearat und Glyceryltrioctanoat, sowie Mischungen von zwei oder mehreren von jedem der oben genannten.

[0044] In einer besonders bevorzugten Ausführungsform beinhaltet die im Wesentlichen nicht-polare organische Flüssigkeit eine Kohlenwasserstoffflüssigkeit, insbesondere ein (C₁₀-C₂₄)-Alkan.

[0045] So wie hier verwendet, bedeutet die Bezeichnung „im Wesentlichen polar“ ein Dipolmoment von etwa 0,9 bis 4,5. Geeignete, im Wesentlichen polare organische Flüssigkeiten beinhalten organische hydroxyliche Flüssigkeiten, so wie z. B. Alkohole, Glycole, mehrwertige Alkohole und polymere Glycole. Vorzugsweise wird die im Wesentlichen polare organische Flüssigkeit ausgewählt aus Alkoholen, einschließlich mehrwertigen Alkoholen, Glycolen, einschließlich polymeren Glycolen, sowie Mischungen daraus. Vorzugsweise enthält die im Wesentlichen polare organische Flüssigkeit einen (C₁-C₁₂)-Alkohol, so wie z. B. Ethanol, Propylalkohol und Iso-

propylalkohol, ein (C₂-C₁₂)-Glycol, so wie z. B. Ethylenglycol, Propylenglycol, Dipropylenglycol, Tripropylenglycol, Butylenglycol, Isobutylenglycol und Methylpropandiol, einen mehrwertigen Alkohol, so wie z. B. Glycerin, Glycerin, Erythrit und Sorbit, oder ein polymeres Glycol so wie z. B. Polyethylenglycol, Polypropylenglycol-monoalkylether und Polyoxyalkylen-Copolymere. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird die im Wesentlichen polare organische Flüssigkeit ausgewählt aus Ethanol, Propylalkohol, Isopropylalkohol, Ethylenglycol, Propylenglycol, Dipropylenglycol, Tripropylenglycol, Butylenglycol, Isobutylenglycol, Methylpropandiol, Glycerin, Erythrit, Sorbit, Polyethylenglycol, Polypropylenglycol-monoalkylether, Polyoxyalkylen-Copolymeren.

Persönliche Pflegezusammensetzungen

[0046] Die persönlichen Pflegeanwendungen, in denen das erfindungsgemäße Silikonelastomer eingesetzt werden kann, beinhalten, sind aber nicht eingeschränkt auf, Deodorantien, schweißhemmende Mittel, Hautlotionen, Feuchtigkeitsmittel, Haarpflegeprodukte, wie z. B. Shampoos, Schaumfestiger und Stylinggels, Schutzcremes, wie z. B. Sonnenschutz- und Anti-Alterungsprodukte, Farbkosmetika, wie z. B. Lippenstifte, Grundlagen, Rouges, Makeup und Mascaras, sowie andere kosmetische Formulierungen, in denen Silikonverbindungen konventionell zugegeben wurden, sowie Medikamentenabgabesysteme für topische Anwendung von medizinischen Zusammensetzungen, die auf der Haut angewendet werden.

[0047] Geeignete persönliche Pflegezusammensetzungen werden durch Kombination in einer im Stand der Technik bekannten Art und Weise hergestellt, so wie z. B. durch Vermischen von einer oder mehreren der oben genannten Bestandteile mit dem erfindungsgemäßen Silikonelastomer, der erfindungsgemäßen Silikonzusammensetzung oder der erfindungsgemäßen Silikonemulsion. Geeignete persönliche Pflegezusammensetzungen können in Form einer einzelnen Phase oder in Form einer Emulsion, einschließlich Öl-in-Wasser, Wasser-in-Öl und wasserfreien Emulsionen vorliegen.

[0048] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet eine schweißhemmende Zusammensetzung eine oder mehrere aktive schweißhemmende Mittel, so wie z. B. Aluminiumhalogenide, Aluminiumhydroxyhalogenide, z. B. Aluminiumchlorhydrat, sowie Komplexe oder Mischungen daraus mit Zirkonyloxyhalogeniden und Zirkonylhydroxyhalogeniden, so wie z. B. Aluminiumzirkonchlorhydrat, und das erfindungsgemäße Silikonelastomer.

[0049] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet eine Hautpflegezusammensetzung erfindungsgemäßes Silikonelastomer und wahlweise weiterhin einen Träger, sowie z. B. ein Silikonöl oder ein organisches Öl. Die Hautpflegezusammensetzung kann wahlweise weiterhin Weichmacher enthalten, so wie z. B. Triglyceridester, Wachsester, Alkyl- oder Alkenylester von Fettsäuren oder mehrwertige Alkoholester und einen oder mehrere der bekannten Bestandteile, die üblicherweise in Hautpflegezusammensetzungen verwendet werden, so wie z. B. Pigmente, Vitamine, so wie z. B. Vitamin C und Vitamin E, Sonnenschutz- oder Sonnenblockverbindungen, so wie z. B. Titandioxid, Oxybenzon-Sonnenschutz und p-Aminobenzoessäure.

[0050] In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet eine persönliche Pflegezusammensetzung eine nicht-wässrige Emulsion des erfindungsgemäßen Silikonelastomeren und ein oder mehrere wasserempfindliche dermatologisch aktive Mittel oder kosmetisch aktive Mittel, so wie z. B. Ascorbinsäure oder ein Enzym, insbesondere eine Protease, so wie z. B. ein Enzym, verkauft unter dem Markennamen SUBTILISIN SP 544 von Novo Nordisk, oder das Enzym, verkauft unter dem Markennamen LYSOVEG von Laboratoires Serobiologiques de Nancy.

[0051] Die persönliche Pflegezusammensetzung gemäß vorliegender Erfindung kann wahlweise weiterhin solche bekannten Bestandteile wie z. B. Weichmacher, Feuchtigkeitsmittel, Befeuchtungsmittel, Pigmente, Farbstoffe, Geruchsstoffe, Biozide, Schutzmittel, Abschälmittel, Hormone, Enzyme, medizinische Verbindungen, antimikrobielle Mittel, Antipilzmittel, Vitamine, Salze, Elektrolyte, Alkohole, Polyole, Absorptionsmittel für Ultraviolettstrahlung, botanische Extrakte, Tenside, Silikonöle, organische Öle, Wachse, Verdickungsmittel, so wie z. B. Quarzstaub oder hydriertes Siliziumoxid, Lehme, so wie z. B. Bentonit und organo-modifizierte Lehme enthalten.

Beispiele 1 und 2 und Vergleichsbeispiel 1

[0052] Das Silikonelastomer aus Beispiel 1 wird hergestellt durch Kombinieren von (i) 2000 Gramm Divinylsiloxanen mit der mittleren Formel $M^{\text{vi}}_2D_{900}$, wobei M^{vi} und D jeweils definiert sind wie in Formel (I) oben, R^4 Ethenyl ist, und R^5 , R^6 , R^7 und R^8 jeweils Methyl sind, (ii) 23,0 Gramm silylhydrid-funktionalen Harzen der mittleren Formel $(M^{\text{H}}_2Q)_4$, wobei M^{H} und Q jeweils definiert sind wie in Formel (II) oben, R^{13} H ist und R^{14} und R^{15}

jeweils Methyl sind, sowie (iii) 36 Gramm gemischte α,β -ethylenisch ungesättigte (C_{16} - C_{18})-Alkene mit 6000 Gramm D_5 in einem 10 Liter-Mischer. Ein Hydrosilylierungskatalysator (0,4 Gramm 10% Platinkatalysatorlösung) wird dann in den Reaktor zugegeben. Der Inhalt der Reaktors wird dann gerührt und 7 Stunden lang auf 80°C erwärmt. Das polymerisierte feste Produkt in der Form eines flauschigen weißen Pulvers wird dann aus dem Reaktor entnommen, auf 4,75 Gew.-% Feststoff mit D_5 verdünnt und einer hohen Scherung in einem Sonolator-Homogenisator (Öffnungsgröße = 0,45 mm² (0,0007 in²)) durch viermaliges Hindurchleiten bei 31026 kPa (4500 psi) unterzogen, um ein klares Gel herzustellen.

[0053] Das Silikonelastomer aus Beispiel 2 wird hergestellt durch Kombinieren von (i) 2000 Gramm von den Divinylsiloxanen wie oben in Beispiel 1 beschrieben, (ii) 97 Gramm von linearen silylhydrid-funktionalen Harzen der mittleren Formel $M_2D_{22}D^H_{22}$, wobei M, D und D^H jeweils wie für Formel (II) oben definiert sind, R^{18} H ist und $R^1, R^2, R^3, R^7, R^8, R^{13}, R^{14}, R^{15}$ und R^{17} jeweils Methyl sind und (iii) 43 Gramm von gemischten α,β -ethylenisch ungesättigten (C_{16} - C_{18})-Alkenen mit 6000 Gramm D_5 in einem 10 Liter-Mischer. Die Mischung wird gerührt und 5 ppm Platinkatalysator werden zugegeben. Die Reaktion wird 7 Stunden lang auf 80°C erwärmt. Das Produkt wird dann verdünnt auf etwa 6,05% Polymergehalt und dann einer hohen Scherung in einem Sonolator-Homogenisator durch viermaliges Hindurchleiten bei 31026 kPa (4500 psi) unterzogen, um ein klares Gel zu erzeugen.

[0054] Die Zusammensetzung aus Vergleichsbeispiel C 1 wird durch ein Verfahren hergestellt, das analog ist zu dem oben für das Elastomer aus Beispiel 1 beschriebenen, mit der Ausnahme, dass die gemischten (C_{16} - C_{18})-Olefine aus der Reaktionsmischung weggelassen werden. Das Reaktionsprodukt wird auf 5,5 Gew.-% Feststoff mit D_5 verdünnt und einer hohen Scherung in einem Sonolator-Homogenisator durch viermaliges Hindurchleiten bei 31026 kPa (4500 psi) unterzogen, um ein klares Gel herzustellen.

[0055] Jede der Zusammensetzungen aus den Beispielen 1 und 2 und dem Vergleichsbeispiel C1 wird mit Isododecan vermischt.

[0056] Eine Probe von 50 pbw der Zusammensetzung aus Beispiel 1 wird verdünnt mit 50 pbw Isododecan, um eine optisch klare Mischung zu bilden mit einer Viskosität von 12500 cSt, ohne Anzeichen des Ausfällens von Gelpartikeln.

[0057] Eine Probe von 50 pbw der Zusammensetzung aus Beispiel 2 wird mit 30% zugegebenem Isododecan verblendet. Das erhaltene optisch klare Gel hat eine Viskosität von 15500 cSt.

[0058] Eine Probe aus der Zusammensetzung von Vergleichsbeispiel C1 wird ebenfalls mit Isodecan verdünnt. Wenn Isododecan zugegeben wird und mit der Zusammensetzung aus Vergleichsbeispiel C1 vermischt wird, so fällt die Viskosität der so gebildeten Mischung schnell auf weniger als 100 cSt bei etwa 30% zugegebenem Isododecan. Kleine Teilchen werden an den Seiten des Kolbens beobachtet.

[0059] Diese beobachteten Ergebnisse für Mischungen von Isododecan mit den Zusammensetzungen aus den Beispielen 1 und 2 zeigen die Kompatibilität von alkyl-substituierten Elastomeren mit dem Isododecan, das heißt es scheint, dass das Isododecan dazu fähig ist, die elastomeren Teilchen weiter zu quellen und dabei die Viskosität der Dispersion relativ stabil zu halten. Das klare optische Aussehen der Dispersionen stellt ein weiteres Indiz für die Kompatibilität der alkyl-substituierten Elastomere mit dem Isododecan zur Verfügung.

[0060] Die für Vergleichsbeispiel C1 beobachteten Ergebnisse zeigen, dass das Isododecan mit dem Elastomer aus Vergleichsbeispiel C1 nicht kompatibel ist, sondern es eher so aussieht, als ob D_5 aus den Elastomerteilchen herausgezogen wird, was in einem dramatischen Abfall der Viskosität der Mischung resultiert. Weiterhin werden kleine Teilchen an den Seiten des Kolbens beobachtet, was eine Fällung des Elastomeren aus der Isododecan/ D_5 -Lösung zeigt.

Beispiele 3–8 und Vergleichsbeispiele C2–C6

[0061] Ein Silikonpolymer wird durch Zugabe von 182 pbw eines Silikonharzes mit einer mittleren Formel von $(MH_2Q)_4$, 2000 pbw eines 40000 cSt terminal substituierten Divinylpolysiloxan, 276 pbw eines (C_{24} - C_{28})- α -Olefins und 6000 pbw Decamethylcyclopentasiloxan in ein Reaktionsgefäß hergestellt. Ein Platinkatalysator (0,42 pbw einer 10%-igen Lösung) wird in das Reaktionsgefäß zugegeben und der Inhalt des Reaktionsgefäßes wird dann gemischt und 7 Stunden auf 80°C erwärmt. Das so gebildete Produkt wird dann aus dem Reaktionsgefäß entfernt und mit zusätzlichem Decamethylcyclopentasiloxan verdünnt, bis die Polymerfeststoffkonzentration 5,5% beträgt. Das verdünnte Produkt wird dann einer hohen Scherung in einem Sonolator-Homogenisator

durch dreimaliges Hindurchleiten bei 31026 kPa (4500 psi) unterzogen, um ein sauberes, hoch viskoses Gel zu ergeben.

[0062] Die Zusammensetzung von Beispiel 4 wird durch Verdünnen des Gels aus Beispiel 3 mit 20 Gew.-% Isohexadecan hergestellt. Das Isohexadecan wird absorbiert, um ein klares Gel mit einer Viskosität von 60000 cSt zu erzeugen.

[0063] Die Zusammensetzung von Vergleichsbeispiel C2 wird durch Verdünnen des Vergleichsbeispiels C1 mit 20 Gew.-% Isohexadecan hergestellt. Die erhaltene Mischung ist eine wolkige, freifließende Flüssigkeit mit einer Viskosität von weniger als 100 cSt.

[0064] Die Zusammensetzung von Beispiel 5 wird durch Verdünnen des Gels aus Beispiel 3 mit 20 Gew.-% eines (C_{24} - C_{28})- α -Olefins hergestellt. Beim Erwärmen auf den Olefinschmelzpunkt bildet die Mischung eine klare Lösung und beim Abkühlen ist die Produktmischung ein homogener, niedrig schmelzender, weicher wachsartiger Feststoff, der sich leicht auf der Haut verteilt.

[0065] Die Zusammensetzung von Vergleichsbeispiel C3 wird durch Verdünnen von Vergleichsbeispiel C1 mit 20 Gew.-% (C_{24} - C_{23})- α -Olefin hergestellt. Beim Erwärmen auf den Schmelzpunkt des Waxes wird eine wolkige, heterogene Mischung aus großen Domänen von Wachs und Silikonelastomer gebildet. Beim Abkühlen wird eine heterogene Mischung aus Elastomer und Wachs gebildet.

[0066] Die Zusammensetzung von Beispiel 6 wird durch Verdünnen des Gels aus Beispiel 3 mit 30 Gew.-% hydriertem Polyisobuten hergestellt. Das hydrierte Polyisobuten erzeugt ein klares, homogenes Gel mit einer Viskosität von mehr als 4000 cSt.

[0067] Die Zusammensetzung von Vergleichsbeispiel C4 wird durch Verdünnen von Vergleichsbeispiel C1 mit 30 Gew.-% hydriertem Polyisobuten hergestellt. Die erhaltene Mischung ist eine freifließende Flüssigkeit von 988 cSt.

[0068] Die Zusammensetzung von Beispiel 7 wird durch Verdünnen des Gels aus Beispiel 3 mit 20 Gew.-% Stearylalkohol hergestellt. Beim Erwärmen auf den Schmelzpunkt des Stearylalkohols wird der Stearylalkohol durch das Elastomer absorbiert und erzeugt eine optisch klare Lösung. Beim Abkühlen ist die Produktmischung ein homogener, niedrig schmelzender weicher Feststoff, der sich leicht auf der Haut verteilt.

[0069] Die Zusammensetzung von Vergleichsbeispiel C5 wird durch Verdünnen von Vergleichsbeispiel C1 mit 20 Gew.-% Stearylalkohol hergestellt. Beim Erwärmen auf den Schmelzpunkt des Stearylalkohols wird eine wolkige, heterogene Lösung gebildet. Beim Abkühlen verfestigt sich der Stearylalkohol und eine heterogene Mischung aus Stearylalkoholteilen und Siloxan wird gebildet.

[0070] Die Zusammensetzung von Beispiel 8 wird durch Verdünnen des Gels aus Beispiel 3 mit 20 Gew.-% Isostearinsäure hergestellt. Die Isostearinsäure wird absorbiert, um ein klares, homogenes Gel mit einer Viskosität von 76000 cSt zu erzeugen.

[0071] Die Zusammensetzung von Vergleichsbeispiel C6 wird durch Verdünnen von Vergleichsbeispiel C1 mit 20 Gew.-% Isostearinsäure hergestellt. Die erhaltene Mischung ist eine wolkige, freifließende Flüssigkeit von weniger als 100 cSt.

Beispiel 9

[0072] Die Make-up-Grundlagen-Zusammensetzung aus Beispiel 9 wird hergestellt durch Kombination der aufgeführten Bestandteile in den relativen Mengen (in pbw), wie sie unten in Tabelle I aufgetragen sind.

Tabelle I

<u>Ölphase</u>	
Cyclopentasiloxan und Dimethiconcopolyol	10
Silikonelastomer aus Beispiel 1	10
C30-45 Alkyldimethicon	2
Cyclopentasiloxan	20
Bis-Phenylpropyldimethicon	10
Sorbitanoleat	0,5
Pigmentdispersion WE (Kobo)	5
<u>Wasserphase</u>	
Wasser	42,3
Polysorbat 20	0,2
NaCl	1

[0073] Die Silikonphase und die Wasserphase werden getrennt hergestellt. Die Komponenten der Silikonphase werden in ein Mischgefäß in der angegebenen Reihenfolge zusammengegeben und unter moderatem Rühren miteinander vermischt. Die Komponenten der Wasserphase werden in ein Mischgefäß in der angegebenen Reihenfolge zusammengegeben und miteinander unter moderatem Rühren vermischt. Die Wasserphase wird dann zu der Silikonphase mit einer Geschwindigkeit der Zugabe zugegeben, die ausreichend langsam ist, um der Wasserphase zu erlauben, vollständig in die Silikonphase aufgenommen zu werden, um eine Wasser-in-Silikon-Emulsion mit einem im Wesentlichen homogenen Aussehen zur Verfügung zu stellen.

[0074] Die Make-up-Grundlagen-Zusammensetzung aus Beispiel 9 stellt ausgezeichnete sensorische Eigenschaften für eine Öl-in-silikonartige Grundlage zur Verfügung. Das alkyl-funktionalisierte Elastomer stabilisiert die Emulsion und ergibt ein weiches, samtartiges Gefühl mit gleichmäßiger Bedeckung.

Beispiele 10–12

[0075] Die wasserfreien Emulsionen der Beispiele 10–12 werden durch Zusammengeben der angegebenen Bestandteile in den in Tabelle II unten angegebenen relativen Mengen (pbw) hergestellt.

Tabelle II

<u>Silikonphase</u>			
Cyclopentasiloxan und Dimethiconcopolyol	10	10	10
Silikonelastomer aus Beispiel 1	10	10	10
<u>Organische Phase</u>			
Butylenglycol	80	--	--
Propylenglycol	--	80	--
2-Methyl-1,3-propandiol	--	--	80

[0076] Die Bestandteile der Silikonphase werden in einem Mischgefäß in der angegebenen Reihenfolge zusammengegeben und miteinander durch moderates Rühren vermischt. Die organische Phase wird dann zu der Silikonphase mit einer Zugabegeschwindigkeit zugegeben, die ausreichend gering ist, um der organischen

Phase zu erlauben, vollständig in die Silikonphase aufgenommen zu werden, um eine Glycol-in-Silikon-Emulsion zur Verfügung zu stellen, die ein im Wesentlichen homogenes Aussehen hat.

[0077] Die wasserfreien Emulsionen aus den Beispielen 10–12 stellen ein ausgezeichnetes, nicht-klebriges weiches Gefühl zur Verfügung.

Beispiel 13

[0078] Eine schweißhemmende Zusammensetzung aus Beispiel 13 wird durch Kombination der Bestandteile in den relativen Mengen (in pbw) wie unten in Tabelle III angegeben hergestellt.

Tabelle III

Silikonelastomer aus Beispiel 1	80
Aluminiumchlorhydrat	20

[0079] Aluminiumchlorhydrat wird dann zu dem Elastomer zugegeben und vermischt.

[0080] Die schweißhemmende Zusammensetzung aus Beispiel 13 zeigt die stabilisierenden und verdicken- den Wirkungen des alkyl-funktionalisierten Elastomeren der vorliegenden Erfindung. Die erhaltene Formel ist cremig. Im Gegensatz zu den meisten mit organischem Wachs oder Ton verdickten Systemen zeigt diese Formulierung kein Ausschwitzen oder Abtrennen mit zunehmender Zeit. Zusätzlich ist die Formel weich und leicht anzuwenden mit nahezu keinem nachweisbaren Rückstand.

Beispiel 14

[0081] Die klaren, wasserfreien gelartigen schweißhemmenden Zusammensetzungen aus Beispiel 10–12 werden durch Kombinationen der aufgeführten Bestandteile in den relativen Mengen (in pbw) wie in Tabelle IV unten aufgeführt hergestellt.

Tabelle IV

<u>Silikonphase</u>	
Cyclomethicon und Dimethiconcopolyol	2,5
Silikonelastomer aus Beispiel 1	7,0
Bis-Phenylpropyldimethicon	14,5
<u>Glycolphase</u>	
Polysorbat 80	0,25
Propylenglycol	47,42
30% ZAG-Lösung in Propylenglycol	23,33
(Westchlor A2Z 8106)	
Ethanol	5,0

[0082] Die Bestandteile von Teil A werden zusammengemischt, wobei 3% des Propylenglycols für spätere Verwendung reserviert werden. Das Polysorbat 80 und Ethanol werden dann in dem verbliebenen Propylenglycol gelöst. Die ZAG-Lösung wird zu der Propylenglycollösung zugegeben und vermischt, um Teil B zu bilden. Die Brechungsindizes von Teil A und Teil B werden jeweils gemessen. Das reservierte Propylenglycol wird inkrementell zu Teil B zugegeben, um den Brechungsindex von Teil B dem von Teil A auf innerhalb von ~ 0,00010 Einheiten anzupassen. Wenn einmal die gewünschte Brechungsindexanpassung erreicht ist, wird Teil

B langsam zu Teil A mit moderatem Schermischen zugegeben. Die Vermischung wird stufenweise zu hoher Scherung erhöht, wenn sich die Mischung verdickt, und dann für ~ 5 Minuten fortgeführt. Die Mischung wird dann für ~ 2 Minuten in einem Hochgeschwindigkeits-Hochscherungsmischer homogenisiert.

[0083] Dieses Beispiel zeigt ein klares schweißhemmendes Gel unter Verwendung einer wasserfreien Glycol-in-Silikon-Form. Die Formulierung ist stabil und hat ausgezeichnete sensorische Eigenschaften und stellt ein nicht-klebriges, weiches und seidenartiges Gefühl zur Verfügung.

Beispiel 15

[0084] Die Öl-in-Wasser-Gelzusammensetzung aus Beispiel 13 wird durch Kombination der aufgeführten Komponenten in relativen Mengen (in pbw) wie in Tabelle V unten angegeben hergestellt.

Tabelle V

<u>Teil A</u>	
Wasser	88,79
Disodium EDTA	0,03
Zitronensäure (10% Lösung)	0,03
Carbomer	0,4
<u>Teil B</u>	
1,3 Butylenglycol	2,0
Glycerin (99%)	3,5
<u>Teil C</u>	
Bis-Phenylpropyldimethicon	0,35
Silikonelastomer aus Beispiel 1	3,0
<u>Teil D</u>	
Natriumhydroxid (10% Lösung)	1,6

[0085] Das EDTA und die Zitronensäure werden unter moderatem Rühren zu dem Wasser zugegeben, bis sie aufgelöst sind. Das Carbomer wird dann zu der Wassermischung langsam zugegeben, bis es aufgelöst ist. Die Komponenten aus B werden dann zu dem Teil A unter moderatem Rühren zugegeben. Die Bestandteile von Teil C werden dann zu der Mischung aus den Teilen A und B in der angegebenen Reihenfolge zugegeben. Teil D wird dann zu der Mischung mit schnellem Rühren zugegeben und der pH auf 7,2 eingestellt.

[0086] Die Öl-in-Wasser-Gelzusammensetzung aus Beispiel 15 verdeutlicht die stabilisierenden und antiklebrigen Wirkungen des Elastomers in einer carbomer-verdickten Öl-in-Wasser-Emulsion. Die Formulierung verleiht der Haut ein seidenartiges, nicht-klebriges und leichtes Gefühl.

Patentansprüche

1. Eine Silikonzusammensetzung umfassend ein flüssiges Medium, wobei das flüssige Medium eine organische Flüssigkeit, ein Silikonfluid oder Mischungen daraus aufweist; und ein Silikonelastomer dispergiert im flüssigen Medium, wobei das Elastomer das vernetzte Hydrosilylierungsreaktionsprodukt aus (i) einer alkenyl-funktionalen Silikonverbindung; (ii) einer silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung; und (iii) einem oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen aufweist.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusammensetzung das vernetzte Hydrosilylierungsreaktionsprodukt aufweist aus, bezogen auf 100 Gewichtsteile der vereinigten alkenyl-funktionalen Silikonverbindung, silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung und α,β -ethylenisch ungesättig-

ten Alkenen, zwischen 10 Gewichtsteilen und 99,9 Gewichtsteilen der vereinigten alkenyl-funktionalen Silikonverbindung und silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung und zwischen größer als 0,1 Gewichtsteilen und 90 Gewichtsteilen der einen oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkene.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die alkenyl-funktionale Silikonverbindung eine oder mehrere Verbindungen der Formel aufweist:



worin

$M R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2}$ ist;

$M^{vi} R^4 R^5 R^6 SiO_{1/2}$ ist;

$D R^7 R^8 SiO_{2/2}$ ist;

$D^{vi} R^9 R^{10} SiO_{2/2}$ ist;

$T R^{11} SiO_{3/2}$ ist;

$T^{vi} R^{12} SiO_{3/2}$ ist; und

$Q SiO_{4/2}$ ist;

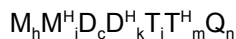
R^1, R^2, R^3, R^7, R^8 und R^{11} jeweils unabhängig Alkyl, Aryl oder Aralkyl sind; R^4, R^9 und R^{12} jeweils unabhängig monovalente terminal ungesättigte Kohlenwasserstoffreste sind;

R^5, R^6 und R^{10} jeweils unabhängig monovalente terminal ungesättigte Kohlenwasserstoffreste, Alkyl, Aryl oder Aralkyl sind;

a, b, c, d, e, f und g jeweils ganze Zahlen sind, wobei a, b, e, f und g jeweils größer als oder gleich 0 und kleiner als oder gleich 50 sind, $0 \leq c \leq 2000$, $0 \leq d \leq 200$ und vorausgesetzt dass: $(a + b) \leq (2 + 3e + 3f + 4g)$ und $(b + d + f) \leq 200$.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass R^4 ein monovalenter terminal ungesättigter (C_2-C_6)Kohlenwasserstoffrest ist; R^5, R^6, R^7 und R^8 jeweils unabhängig (C_1-C_6)Alkyl sind; R^5, R^6, R^7 und R^8 jeweils unabhängig (C_1-C_6)Alkyl sind; $b \geq 2$ ist; $100 \leq c \leq 2000$; und a, d, e, f und g jeweils 0 sind.

5. Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die silylhydrid-funktionale Silikonverbindung eine oder mehrere Verbindungen der Formel aufweist:



worin:

$M R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2}$ ist;

$M^H R^{13} R^{14} R^{15} SiO_{1/2}$ ist;

$D R^7 R^8 SiO_{2/2}$ ist;

$D^H R^{16} R^{17} SiO_{2/2}$ ist;

$T R^{11} SiO_{3/2}$ ist;

$T^H R^{18} SiO_{3/2}$ ist; und

$Q SiO_{4/2}$ ist;

R^1, R^2, R^3, R^7, R^8 und R^{11} jeweils unabhängig Alkyl, Aryl oder Aralkyl sind; R^{13}, R^{16} und R^{18} jeweils unabhängig H sind; R^{14}, R^{15} und R^{17} jeweils unabhängig H, Alkyl, Aryl oder Aralkyl sind; und

h, i, j, k, l, m , und n jeweils ganze Zahlen sind, wobei h, i, l, m und n jeweils größer als oder gleich 0 sind und kleiner als oder gleich 50, $0 \leq j \leq 2000$, $0 \leq k \leq 200$ und vorausgesetzt dass: $(h + i) \leq (2 + 3l + 3m + 4n)$ und $1,5 < (i + k + m) \leq 200$.

6. Verfahren zur Herstellung eines vernetzten alkyl-substituierten Silikonelastomers, bei welchem man das Hydrosilylierungsreaktionsprodukt aus (i) einer alkenyl-funktionalen Silikonverbindung; (ii) einer silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung; und (iii) einem oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Alkenen formt, wobei das vernetzte alkyl-substituierte Silikonelastomer geformt wird, indem man die alkenyl-funktionale Silikonverbindung, silylhydrid-funktionale Silikonverbindung und das eine oder mehrere α,β -ethylenisch ungesättigte Alken unter Hydrosilylierungsbedingungen in einem Medium in Berührung bringt, welches ein oder mehrere Silikonfluide, ein oder mehrere organische Flüssigkeiten oder eine Mischung daraus aufweist.

7. Eine Silikonemulsion umfassend eine Emulsion aus einer ersten flüssigen Phase und einer zweiten flüssigen Phase und weiterhin aufweisend ein Silikonelastomer, das in der Emulsion dispergiert ist, wobei das Silikonelastomer das vernetzte Hydrosilylierungsreaktionsprodukt aus (i) einer alkenyl-funktionalen Silikonverbindung; (ii) einer silylhydrid-funktionalen Silikonverbindung; und (iii) einem oder mehreren α,β -ethylenisch un-

gesättigten Alkenen umfasst.

8. Silikonemulsion nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die erste Flüssigkeit ein Silikonfluid, eine im Wesentlichen nicht-polare organische Flüssigkeit oder eine Mischung daraus aufweist und die zweite Flüssigkeit Wasser, eine im Wesentliche polare organische Flüssigkeit oder eine Mischung daraus aufweist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen