

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4768902号  
(P4768902)

(45) 発行日 平成23年9月7日(2011.9.7)

(24) 登録日 平成23年6月24日(2011.6.24)

(51) Int.Cl. F I  
**CO8L 83/14 (2006.01)** CO8L 83/14  
**CO8K 5/00 (2006.01)** CO8K 5/00  
**CO8G 77/50 (2006.01)** CO8G 77/50  
**CO8L 83/05 (2006.01)** CO8L 83/05  
**CO8L 83/07 (2006.01)** CO8L 83/07

請求項の数 5 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2000-114703 (P2000-114703)  
 (22) 出願日 平成12年4月17日(2000.4.17)  
 (65) 公開番号 特開2001-294755 (P2001-294755A)  
 (43) 公開日 平成13年10月23日(2001.10.23)  
 審査請求日 平成19年4月6日(2007.4.6)

(73) 特許権者 000110077  
 東レ・ダウコーニング株式会社  
 東京都千代田区大手町一丁目5番1号  
 (72) 発明者 近藤 秀俊  
 千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
 コーニング・シリコン株式会社 研究開  
 発本部内  
 (72) 発明者 高橋 昌弘  
 千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
 コーニング・シリコン株式会社 研究開  
 発本部内

審査官 吉備永 秀彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 オルガノポリシロキサン組成物およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 水中に乳化した状態で下記(a)成分～(d)成分からなる架橋性オルガノポリシロキサン組成物を架橋させてなるオルガノポリシロキサン架橋物であり、常温において液状またはゼリー状であり、かつ架橋物を形成するケイ素原子に一般式： $-R^1(OC_2H_4)_p(OC_3H_6)_qOH$  (式中、 $R^1$ はアルキレン基であり、 $p$ は0～20の範囲の数であり、 $q$ は20～80の範囲の数であり、 $p < q$ である。)で表されるポリオキシアルキレン基が結合したオルガノポリシロキサン架橋物 40～99重量%と(B)香料 60～1重量%とからなることを特徴とするオルガノポリシロキサン組成物のエマルジョン。

(a) 一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサン 1重量部、

(b) 一般式： $R^4(OC_2H_4)_p(OC_3H_6)_qOH$  (式中、 $p$ は0～20の範囲の数であり、 $q$ は20～80の範囲の数であり、かつ、 $p < q$ である。 $R^4$ はアルケニル基である。

)で表されるポリオキシアルキレン 1～40重量部、

(c) 一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合アルケニル基を有するオルガノポリシロキサン 1～50重量部 および

(d) ヒドロシリル化反応用触媒 触媒量

【請求項2】

上記(a)成分～(d)成分からなる架橋性オルガノポリシロキサン組成物 40～99重量%と香料 60～1重量%を水中で乳化状態で架橋させることを特徴とする、請求

10

20

項 1 に記載のオルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンの製造方法。

【請求項 3】

( a ) 成分 ~ ( c ) 成分と香料を水中で乳化した後、( d ) 成分を添加して架橋させることを特徴とする、請求項 2 に記載のオルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンの製造方法。

【請求項 4】

上記 ( a ) 成分 ~ ( d ) 成分からなる架橋性オルガノポリシロキサン組成物を水中で乳化状態で架橋した後、香料を添加することを特徴とする、請求項 1 に記載のオルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンの製造方法。

【請求項 5】

( a ) 成分 ~ ( c ) 成分を水中で乳化した後、( d ) 成分を添加して前記 ( a ) 成分 ~ ( c ) 成分を架橋させ、次いで、香料を添加することを特徴とする、請求項 4 に記載のオルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は香料を含有するオルガノポリシロキサン組成物およびその製造方法に関し、詳しくは、香料の保持力と配合安定性に優れたオルガノポリシロキサン組成物およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

香料を含有するオルガノポリシロキサン組成物としては、室温硬化型オルガノポリシロキサン組成物の硬化物と香料からなるオルガノポリシロキサン組成物(特開昭 6 1 - 1 3 9 6 1 号公報参照)、シリコーンゴム粒子とシリコーンオイルと香料からなるオルガノポリシロキサン組成物(特開平 1 0 - 3 6 2 2 8 号公報参照)、シリコーンオイルと香料からなるオルガノポリシロキサン組成物(特開平 1 1 - 1 1 4 0 4 2 号公報参照)が知られている。

【0003】

しかしこれらのオルガノポリシロキサン組成物は香料の保持力に乏しく、例えばこれを、化粧料、洗浄剤、艶出し剤、表面仕上げ剤、繊維処理剤、塗料等に添加した場合に芳香が持続しないという欠点があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者らは、上記欠点を解消すべく鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち、本発明の目的は、香料の保持力に優れ、かつ、化粧料、洗浄剤、艶出し剤、表面仕上げ剤、繊維処理剤、塗料等の添加剤として使用した場合の配合安定性が良好であり、さらに配合物に良好な使用感、仕上がり性、表面の滑り特性、表面保護性等の特性を付与できるオルガノポリシロキサン組成物およびその製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明は、( A ) 水中に乳化した状態で下記 ( a ) 成分 ~ ( d ) 成分からなる架橋性オルガノポリシロキサン組成物を架橋させてなるオルガノポリシロキサン架橋物であり、常温において液状またはゼリー状であり、かつ架橋物を形成するケイ素原子に一般式： $-R^1(OC_2H_4)_p(OC_3H_6)_qOH$  (式中、 $R^1$  はアルキレン基であり、 $p$  は 0 ~ 20 の範囲の数であり、 $q$  は 20 ~ 80 の範囲の数であり、 $p < q$  である。) で表されるポリオキシアルキレン基が結合したオルガノポリシロキサン架橋物 40 ~ 99 重量%と ( B ) 香料 60 ~ 1 重量%とからなることを特徴とするオルガノポリシロキサン組成物およびその製造方法に関する。

( a ) 一分子中に少なくとも 2 個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサン 1 重量部、

10

20

30

40

50

(b) 一般式： $R^4(OC_2H_4)_p(OC_3H_6)_qOH$  (式中、 $p$ は0～20の範囲の数であり、 $q$ は20～80の範囲の数であり、かつ、 $p < q$ である。 $R^4$ はアルケニル基である。

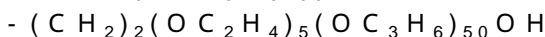
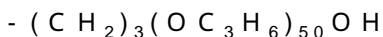
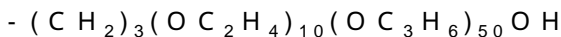
)で表されるポリオキシアルキレン 1～40重量部、

(c) 一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合アルケニル基を有するオルガノポリシロキサン 1～50重量部 および

(d) ヒドロシリル化反応用触媒 触媒量

【0006】

最初に、本発明のオルガノポリシロキサン組成物について詳細に説明する。本発明組成物に使用される(A)成分のオルガノポリシロキサン架橋物は、常温における性状が液状またはゼリー状であり、かつ、架橋物を形成するケイ素原子に、一般式： $-R^1(OC_2H_4)_p(OC_3H_6)_qOH$ で表されるポリオキシアルキレン基が結合していることを特徴とする。上式中、 $R^1$ は同一もしくは異種のアルキレン基であり、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、イソブチレン基、ペンタメチレン基、オクタメチレン基、デカメチレン基、ドデカメチレン基、シクロヘキシレン基が例示される。これらの中でも、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基が好ましい。 $R^3$ は水素原子、アルキル基、アシル基およびイソシアン基からなる群より選択される基であり、アルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、イソブチル基、ペンチル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基が例示され、アシル基としては、ホルミル基、アセチル基、プロピオニル基、ブチリル基、イソブチリル基、バレリル基、オキサリル基、マロニル基、スクシニル基、グルタリル基が例示される。 $p$ は0または正の整数であり、0～20の範囲内が好ましい。 $q$ は正の整数であり、20～80の範囲内が好ましい。但し、 $p$ は常に $q$ より小さいことが必要である。尚、 $p$ が正の整数である場合に、オキシエチレン基とオキシプロピレン基との結合状態は、ブロック結合でもランダム結合でもよい。具体的には、次式で示される基が例示される。



また、この架橋物中、上記ポリオキシアルキレン基以外のケイ素原子に結合する基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基等のアルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基；フェニル基、トリル基、キシリル基等のアリール基；ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基；3-クロロプロピル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基等のハロゲン化アルキル基のような置換もしくは非置換の一価炭化水素基が例示される。これらの他にも、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等のアルコキシ基や水酸基が少量存在してもよい。尚、本発明でいう液状とは、常温における粘度が、1～10,000,000mPa・sの範囲内であることを示し、特に、100,000～10,000,000mPa・sの範囲内であることが好ましい。また、ゼリー状とは、自己流動性は有さないが、外力が加わることにより非可逆的に変形する性状を示している。

【0007】

このような(A)成分のオルガノポリシロキサン架橋物としては、付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物を架橋させたものが好ましい。具体的には、上記(a)成分と(b)成分と(c)成分のヒドロシリル化反応による架橋物が挙げられ、特に、上記(a)成分～(d)成分からなる架橋性オルガノポリシロキサン組成物の架橋物が挙げられる。尚、架橋は室温でも進行するが、必要により加熱してもよい。

【0008】

(a)成分は、(b)成分および(c)成分とヒドロシリル化反応によって架橋する。このオルガノポリシロキサン中、水素原子以外のケイ素原子に結合する基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基等のアルキ

10

20

30

40

50

ル基；シクロペンチル基，シクロヘキシル基等のシクロアルキル基；フェニル基，トリル基，キシリル基等のアリール基；ベンジル基，フェネチル基等のアラルキル基；3-クロロプロピル基，3,3,3-トリフルオロプロピル基等のハロゲン化アルキル基のような置換もしくは非置換の一価炭化水素基が例示される。これらの他にも、メトキシ基，エトキシ基，プロポキシ基等のアルコキシ基や水酸基が少量存在してもよい。ただし、ポリオキシアルキレン基は含有しない。(a)成分の分子構造は限定されず、例えば、直鎖状、一部分岐を有する直鎖状、分岐鎖状、環状が挙げられ、好ましくは、直鎖状または一部分岐を有する直鎖状である。(a)成分の25における粘度は限定されないが、1~100,000mPa・sの範囲内であることが好ましく、1~10,000mPa・sの範囲内であることがより好ましい。このような(a)成分としては、分子鎖両末端ジメチルヒドロジェンシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端ジメチルヒドロジェンシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体の他、これらのシロキサン中のメチル基の一部をフェニル基，エチル基，ラウリル基，ステアリル基，3,3,3-トリフルオロプロピル基等で置換したオルガノポリシロキサンが例示される。

10

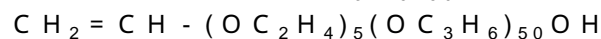
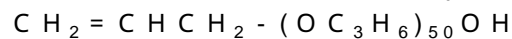
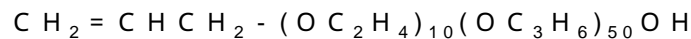
## 【0009】

(b)成分は本発明の特徴的な成分であり、本発明組成物の香料の保持性、即ち、芳香の持続性を向上させる成分である。この(b)成分は、一般式： $R^4(OC_2H_4)_p(OC_3H_6)_qOH$ で表されるポリオキシアルキレンである。

20

## 【0010】

上記(b)成分のポリオキシアルキレンは、一般式： $R^4(OC_2H_4)_p(OC_3H_6)_qOH$ で表されるポリオキシアルキレンである。式中、 $R^4$ はアルケニル基であり、ビニル基，アリル基，ブテニル基，ペンテニル基，ヘキセニル基が例示される。pおよびqは前記と同じである。具体的には、次式で示されるオキシアルキレン化合物が例示される。



## 【0012】

(b)成分の配合量は、(a)成分1重量部に対して、1~40重量部の範囲内である。これは、(b)成分の配合量が0.1重量部未満であると、本発明組成物の香料の保持性が低下する傾向があり、一方、100重量部を超えると、本発明組成物を化粧品、洗浄剤、艶出し剤、表面仕上げ剤、繊維処理剤、塗料等に添加した場合に、その配合物の使用感、仕上り性、表面の滑り特性、表面保護性等の特性が低下する傾向があるためである。

30

## 【0013】

(c)成分のオルガノポリシロキサンは一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合アルケニル基を有するオルガノポリシロキサンである。アルケニル基としては、ビニル基，アリル基，ブテニル基，ペンテニル基，ヘキセニル基が例示される。このオルガノポリシロキサン中、アルケニル基以外のケイ素原子に結合する基としては、メチル基，エチル基，プロピル基，ブチル基，ペンチル基，ヘキシル基，ヘプチル基，オクチル基，ノニル基，デシル基等のアルキル基；シクロペンチル基，シクロヘキシル基等のシクロアルキル基；フェニル基，トリル基，キシリル基等のアリール基；ベンジル基，フェネチル基等のアラルキル基；3-クロロプロピル基，3,3,3-トリフルオロプロピル基等のハロゲン化アルキル基のような置換もしくは非置換の一価炭化水素基が例示される。これらの他にも、メトキシ基，エトキシ基，プロポキシ基等のアルコキシ基や水酸基が少量存在していてもよい。ただし、ポリオキシアルキレン基は含有しない。またその分子構造としては、直鎖状、一部分岐を有する直鎖状、分岐鎖状、環状が挙げられ、特に、直鎖状か一部分岐を有する直鎖状が好ましい。(c)成分の25における粘度は限定されないが、10~100,000mPa・sの範囲内であることが好ましく、10~10,000mPa・sの範囲内であることがより好ましい。このような(c)成分としては、分子鎖両末端ジメチルビニル

40

50

シロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン，分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体，分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体の他、これらのシロキサン中のメチル基の一部をフェニル基，エチル基，ラウリル基，ステアリル基，3，3，3-トリフルオロプロピル基等で置換したオルガノポリシロキサンが例示される。(c)成分の配合量は、(a)成分1重量部に対して、1～50重量部の範囲内である。これは、0.01重量部未満であると、本発明組成物を化粧品、洗浄剤、艶出し剤、表面仕上げ剤、繊維処理剤、塗料等に添加した場合に、その配合物の使用感、仕上り性、表面の滑り特性、表面保護性等の特性が若干低下する傾向があり、一方、100重量部を超えると、本発明組成物の香料の保持性が低下する傾向があるためである。

10

## 【0014】

(d)成分のヒドロシリル化反応用触媒は、上記(a)成分～(c)成分のヒドロシリル化反応を促進するための触媒である。このような触媒としては、例えば、白金系触媒，ロジウム系触媒，パラジウム系触媒が挙げられる。これらの中でも白金系触媒が好ましく、具体的には、塩化白金酸，塩化白金酸のアルコール溶液，白金のオレフィン錯体，白金のアルケニルシロキサン錯体，白金のカルボニル錯体，白金黒，シリカに担持した白金触媒，およびこれらの混合物が挙げられる。(d)成分の配合量は触媒量であるが、白金系触媒を用いる場合には、(a)成分～(c)成分の合計100万重量部に対して白金金属量が0.01～1,000重量部の範囲内となる量であることが好ましい。これは、0.01重量部未満であるとヒドロシリル化反応が十分に進行せず、一方、1,000重量部を

20

## 【0015】

本発明組成物に使用される(B)成分の香料としては、天然香料、合成香料またはこれらの混合物である調合香料が挙げられる。具体的には、オルガノポリシロキサン架橋物に対する溶解性の点から、ヘキサノール，ヘプタノール，オクタノール，ノナノール，デカノール，シス-3-ヘキセノール等の脂肪族アルコール；ヘキサナール，ヘプタナール，オクタナール，ノナナール，デカナール，10-ウンデセナール等の脂肪族アルデヒド；2-オクタノン，メチルヘプテノン等の脂肪族ケトン；酢酸イソペンチル，酢酸シス-3-ヘキセニル，シクロヘキシルプロピオン酸アリル等の脂肪族エステル；イソパラフィン等の脂肪族炭化水素；D-リモネン，P-サイメン等のテルペン系炭化水素；リナロール，ターピネオール，シトロネロール等のテルペン系アルコール；シトラール，シトロネラール等のテルペン系アルデヒド；カンファー，L-カルボン，メンソン等のテルペン系ケトン；酢酸ゲラニル，プロピオン酸リナリル，イソ酪酸シトロネリル等のテルペン系エステル；ローズオキシド，リナロールオキシド等のテルペン系エーテル；レモン油，オレンジ油，ライム油等の柑橘精油；ラベンダー油，ローズマリー油，ペパーミント油等のハーブ精油；ローズ油，ネロリ油等の花精油；シクロペンタデカノリド等の合成ムスク香料が例示される。このような香料は1種類を単独で使用してもよく、2種以上の混合物を使用してもよい。尚、これらの香料は、通常、常温において液状である。

30

## 【0016】

上記した(A)オルガノポリシロキサン架橋物と(B)香料の配合比率は、40～99:60～1重量%の範囲内である。これは、香料の含有量が0.1重量%未満であると、本発明組成物を化粧品、洗浄剤、艶出し剤、表面仕上げ剤、繊維処理剤、塗料等に添加した場合に芳香を付与できず、一方、95重量%を超えると本発明組成物の香料の保持力が低下する傾向があるためである。

40

## 【0017】

本発明組成物の形態は限定されないが、水中に乳化したエマルジョンであることが好ましい。エマルジョンの調製には、前記した架橋性オルガノポリシロキサン組成物の乳化安定性を向上させるために界面活性剤を用いることが好ましい。使用される界面活性剤としては、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，デ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，ミリスチルベンゼンス

50

ルホン酸やそのナトリウム塩等のアニオン系界面活性剤；オクチルトリメチルアンモニウムヒドロキシド，ドデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド，ヘキサデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド，オクチルジメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド，デシルジメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド，ジオクタデシルジメチルアンモニウムヒドロキシド，牛脂トリメチルアンモニウムヒドロキシド，ヤシ油トリメチルアンモニウムヒドロキシド等のカチオン系界面活性剤；ポリオキシアルキレンアルキルエーテル，ポリオキシアルキレンアルキルフェノール，ポリオキシアルキレンアルキルエステル，ポリオキシアルキレンソルビタンエステル，ポリエチレングライコール，ポリプロピレングライコール，ジエチレングライコールトリメチルノナールのエチレンオキサイド付加物やポリエステル系のノニオン系界面活性剤が例示される。このような界面活性剤は一種類を単独で使用してもよく、二種以上を混合して使用してもよい。特に、本発明組成物を化粧品の添加剤として使用する場合には、ノニオン系界面活性剤を用いて乳化したものが好ましい。界面活性剤の配合量は限定されないが、本発明組成物 100 重量部に対して 0.01 ~ 50 重量部の範囲内であることが好ましく、0.1 ~ 20 重量部の範囲内であることがより好ましい。これは、0.01 重量部未満であるとエマルジョンの安定性が低下し、一方、50 重量部を超えると、化粧料、洗浄剤、艶出し剤、表面仕上げ剤、繊維処理剤、塗料等に添加した場合に配合物の特性に悪影響を及ぼすことがあるためである。また、水の配合量も限定されないが、本発明組成物 100 重量部に対して 10 ~ 1,000 重量部の範囲内であることが好ましい。これは、10 重量部未満であるとエマルジョンの安定性が低下し、一方、1,000 重量部を超えると、化粧料、洗浄剤、艶出し剤、表面仕上げ剤、繊維処理剤、塗料等に十分な芳香を付与できないためである。

10

20

**【0018】**

次に、本発明のオルガノポリシロキサン組成物の製造方法について詳述する。本発明の製造方法としては、前記した(a)成分~(d)成分からなる架橋性オルガノポリシロキサン組成物 40 ~ 99 重量%と香料 60 ~ 1 重量%を水中に乳化した状態で架橋する方法、または、前記(a)成分~(d)成分からなる架橋性オルガノポリシロキサン組成物を水中に乳化した状態で架橋させた後、香料を添加する方法が挙げられる。

**【0019】**

前者の方法において、架橋性オルガノポリシロキサン組成物と香料のエマルジョンを調製する方法としては、前記(a)成分~(c)成分と香料を予め乳化してエマルジョンとした後、これに(d)成分を添加する方法が好ましい。乳化には、コロイドミル，ホモジナイザー，ホモミキサー等の乳化機や、高粘度液体用高せん断攪拌装置等を用いることが好ましい。このとき、前記したような界面活性剤を添加配合することが好ましく、特に、ノニオン系界面活性剤を用いることが好ましい。乳化後の架橋反応は室温でも進行するが、必要により加熱してもよい。

30

**【0020】**

また、後者の方法において、架橋性オルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンを調製する方法としては、前記(a)成分~(c)成分を予め水中に乳化してエマルジョンを調製し、次いで、このエマルジョンに(d)成分を添加する方法が好ましい。乳化には、コロイドミル，ホモジナイザー，ホモミキサー等の乳化機や、高粘度液体用高せん断攪拌装置等を用いることが好ましい。このとき、前記したような界面活性剤を添加配合することが好ましく、特に、ノニオン系界面活性剤を用いることが好ましい。乳化後の架橋反応は室温でも進行するが、必要により加熱してもよい。このようにしてオルガノポリシロキサン架橋物の水系エマルジョンを調製した後、香料を添加するが、このときのオルガノポリシロキサン架橋物と香料の混合比率は、40 ~ 99 : 60 ~ 1 重量%の範囲である。

40

**【0021】**

以上のような本発明のオルガノポリシロキサン組成物は香料の保持力に優れているので、例えばこれを各種化粧料、洗浄剤、艶出し剤、表面仕上げ剤、繊維処理剤、塗料等の添加剤として使用した場合に、長期間にわたって芳香が持続するという特徴を有する。さらに本発明組成物は各種材料に対する配合安定性に優れ、かつ、配合物に良好な使用感、仕上

50

がり性、表面の滑り特性、表面保護性等の特性を付与することができる。また、本発明の製造方法によれば、本発明組成物の水性エマルジョンが得られるが、必要に応じて水分を除去することができる。

【0022】

【実施例】

以下、本発明を実施例により詳細に説明する。実施例中、粘度は25 における値である。香料としては、リモネンとシクロヘキシルアルデヒドとアリルヘブテートを1：1：1の割合で混合した液状の調合香料を使用した。また、芳香持続性、配合安定性および柔軟性・平滑性は下記の測定方法に従って測定した。

芳香持続性

長さ15cmの束ねた毛髪15gをポリオキシエチレンアルキル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄して濯いだ後、試料1gを全体に塗布した。この毛髪を温度20、湿度40%の室内に放置して、1日後、2日後および3日後のそれぞれの芳香の有無を次のように評価した。

- A：芳香が強く感じられた。
- B：芳香がわずかに感じられた。
- C：芳香が全く感じられなかった。

配合安定性

試料を50 で1日静置した後、外観の状態を目視により次のように評価した。

- A：均一であった。
- B：わずかに分離が認められた。
- C：完全に分離していた。

柔軟性・平滑性

長さ15cmの束ねた毛髪15gをポリオキシエチレンアルキル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄して濯いだ後、試料1gを全体に塗布した。この毛髪を室内に放置して乾燥した後、毛髪の柔軟性および平滑性を次の評価基準により指触評価した。

- A：良好であった。
- B：やや良好であった。
- C：やや不良であった。
- D：不良であった。

【0023】

【実施例1】

粘度15mPa・sの分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルヒドロジェンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(ケイ素原子結合水素原子含有量0.8重量%)1.7重量部、式： $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2(\text{OC}_3\text{H}_6)_{50}\text{OH}$ で表される分子鎖片末端アリル基封鎖ポリオキシプロピレン25.3重量部、粘度400mPa・sの分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン(ビニル基含有量0.5重量%)20.0重量部および香料10重量部を混合した後、ポリオキシエチレンラウリルエーテル(HLB=13.1)3重量部と水40重量部を加えて乳化してエマルジョンを調製した。次いでこれに、白金の1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体溶液(白金金属濃度0.04重量%)を、上記エマルジョン中のメチルヒドロジェンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体とポリオキシプロピレンとジメチルポリシロキサンの合計重量に対して白金金属量が20ppmとなる量添加して、これらを均一に混合した。次いでこれを室温で1日間静置することによりヒドロシリル化反応させて、オルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンを調製した。このようにして得られたエマルジョン20重量部にヘアコンディショナー80重量部(アルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン15重量部、脂肪酸モノエタノールアミド5重量部、モノステアリン酸エチレングリコール2重量部および水78重量部の混合物)を配合して試料を作成した。この試料について芳香持続性、配合安定性および柔軟性・平滑性を測定して、それらの結果を表1に示した。また、得られたエマルジョンの一部を採取して105 で2時間乾燥させることにより水を除去したところ、粘度200万mPa・

10

20

30

40

50

sの液状物が得られた。

【0024】

【実施例2】

粘度15mPa・sの分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルヒドロジェンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(ケイ素原子結合水素原子含有量0.8重量%)1.2重量部、式： $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2(\text{OC}_2\text{H}_4)_{10}(\text{OC}_3\text{H}_6)_{50}\text{OH}$ で表される分子鎖片末端アシル基封鎖オキシエチレン・オキシプロピレン共重合体14.8重量部、粘度400mPa・sの分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン(ビニル基含有量0.5重量%)7.5重量部を混合した後、ポリオキシエチレンラウリルエーテル(HLB=13.1)1.5重量部と水25重量部を加えて乳化してエマルジョンを調製した。次いでこれに、白金の1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体溶液(白金金属濃度0.04重量%)を、上記エマルジョン中のメチルヒドロジェンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体とオキシエチレン・オキシプロピレン共重合体とジメチルポリシロキサンの合計重量に対して、白金金属量が20ppmとなる量添加してこれらを均一に混合した。次いでこれを室温で1日間静置してヒドロシリル化反応させた後、香料50重量部を徐々に滴下しながら攪拌して、白色の均一なオルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンを調製した。このようにして得られたエマルジョン20重量部にヘアコンディショナー80重量部(アルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン15重量部, 脂肪酸モノエタノールアミド5重量部, モノステアリン酸エチレングリコール2重量部および水78重量部の混合物)を配合して試料を作成した。この試料について芳香持続性、配合安定性および柔軟性・平滑性を測定して、それらの結果を表1に示した。また、得られたエマルジョンの一部を採取して105℃で2時間乾燥させることにより水を除去したところ、粘度100万mPa・sの液状物が得られた。

10

20

【0025】

【比較例1】

粘度1,000mPa・sの分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン42重量部と香料5重量部を混合した後、ポリオキシエチレンラウリルエーテル(HLB=13.1)3重量部と水50重量部を加えて乳化することによりオルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンを調製した。このようにして得られたエマルジョン20重量部にヘアコンディショナー80重量部(アルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン15重量部, 脂肪酸モノエタノールアミド5重量部, モノステアリン酸エチレングリコール2重量部および水78重量部の混合物)を配合して試料を作成した。この試料について芳香持続性、配合安定性および柔軟性・平滑性を測定して、それらの結果を表1に示した。またこのエマルジョンの一部を採取して105℃で2時間乾燥させることにより水を除去したところ、粘度900mPa・sの液状物が得られた。

30

【0026】

【比較例2】

粘度15mPa・sの分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルヒドロジェンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(ケイ素原子結合水素原子含有量0.1重量%)1.7重量部、粘度400mPa・sの分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖メチルビニルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(ビニル基含有量0.5重量%)40重量部、香料5重量部および白金の1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体溶液を、上記のメチルヒドロジェンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体とメチルビニルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体の合計重量に対して白金金属量が20ppmとなる量添加してこれらを均一に混合した。次いでこれに、ポリオキシエチレンセチルエーテル(HLB=17.0)3重量部と水50重量部を加えて乳化してエマルジョンを調製した。このエマルジョンを室温で1日間静置することによりヒドロシリル化反応させて、オルガノポリシロキサン組成物のエマルジョンを得た。このようにして得られたエマルジョン20重量部にヘアコンディショナー80重量部(アルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン15重量部, 脂肪酸モノエタノールアミド5重量部, モノステアリン酸エチレングリコール2重

40

50

量部および水 78 重量部の混合物)を配合して試料を作成した。この試料について芳香持続性、配合安定性および柔軟性・平滑性を測定して、それらの結果を表 1 に示した。またこのエマルジョンの一部を採取して 105 で 2 時間乾燥させることにより水を除去したところ、粘度 100 万 mPa・s の液状物が得られた。

【0027】

【表 1】

区分 評価項目	実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2
芳香持続性 1日後	A	A	B	A
2日後	A	A	C	C
3日後	A	A	C	C
配合安定性	A	A	C	B
柔軟性	B	A	D	C
平滑性	A	A	C	A

10

20

【0028】

【発明の効果】

本発明のオルガノポリシロキサン組成物は、上記(A)成分と(B)成分からなり、特に、(A)成分のオルガノポリシロキサン架橋物がポリオキシアルキレン基を含有しているため、香料の保持力に優れ、かつ、各種材料に対する配合安定性が良好であるという特徴を有する。また、本発明の製造方法は、このようなオルガノポリシロキサン組成物を効率よく製造することができるという特徴を有する。

---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平09 - 175928 (JP, A)  
特開平05 - 262987 (JP, A)  
特開2001 - 002521 (JP, A)  
特表2003 - 507551 (JP, A)  
特開平04 - 272932 (JP, A)  
特開平05 - 140320 (JP, A)  
特開平11 - 106388 (JP, A)  
特開平11 - 246769 (JP, A)  
特開平11 - 286574 (JP, A)  
特開2000 - 044921 (JP, A)  
特開2000 - 034205 (JP, A)  
特開2001 - 294756 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08L 1/00-101/16  
C08K 3/00- 13/08  
C08G 77/00- 77/62  
A61K 8/00- 8/99  
A61Q 1/00- 99/00