



(10) **DE 10 2013 226 249 A1** 2015.06.18

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2013 226 249.3**

(22) Anmeldetag: **17.12.2013**

(43) Offenlegungstag: **18.06.2015**

(51) Int Cl.: **C08G 77/38** (2006.01)  
**A61K 8/81** (2006.01)

(71) Anmelder:  
**Wacker Chemie AG, 81737 München, DE**

(72) Erfinder:  
**Knör, Sebastian, Dr., 84547 Emmerting, DE**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Polyetherreste aufweisende Organopolysiloxangele**

(57) Zusammenfassung: Beschrieben werden neue Organopolysiloxangele hergestellt durch Umsetzung von (1a) ungesättigten Organopolysiloxanharzen und (1b) polyoxyalkylierten, endständig ungesättigten Alkoholen mit Mischungen von

(2) Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen

Formel  $H_cR_{3-c}SiO(R_2SiO)_a(RHSiO)_bSiR_{3-c}H_c$  (I),

wobei c 0 oder 1 ist,

R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen je Rest bedeutet,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe a + b 66 bis 248 ist, dass die Organopolysiloxane (2) Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,011 bis 0,044 Gew.-% enthalten, und dass die Anzahl an Si-H-Gruppen pro Molekül durchschnittlich größer 2 und kleiner 5 ist, und

(2') Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen

Formel  $H_cR_{3-c}SiO(R_2SiO)_a(RHSiO)_bSiR_{3-c}H_c$  (I'),

wobei R und c die oben dafür angegebene Bedeutung haben,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe a + b 8 bis 248 ist, und dass die Organopolysiloxane (2') Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,045 bis 0,35 Gew.-%, vorzugsweise von 0,045 bis 0,156 Gew.-%, enthalten,

in Gegenwart von (3) die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an aliphatische Mehrfachbindung fördernde Katalysatoren,

wobei (1a), (1b) und Mischungen von (2) und (2') in

(4) Verdünnungsmitteln, vorzugsweise Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen oder organischen Verdünnungsmitteln, dispergiert sind.

**Beschreibung**

**[0001]** Die Erfindung betrifft Polyetherreste aufweisende Organopolysiloxangele, Verfahren zu deren Herstellung, sowie deren Anwendung in kosmetischen Formulierungen.

**[0002]** Organopolysiloxangele können durch Vernetzung eines ungesättigten Organopolysiloxanharzes mit einem Si-H-haltigen Organopolysiloxan, im Weiteren auch Si-H-funktioneller Vernetzer genannt, in Gegenwart eines Verdünnungsmittels hergestellt werden.

**[0003]** Vernetzungen sind Verbindungen von Polymerketten in einem dreidimensionalen Netzwerk. Sie können als langkettige Verzweigungen betrachtet werden, die so zahlreich sind, dass ein kontinuierliches unlösliches Netzwerk oder Gel gebildet wird.

**[0004]** Organopolysiloxannetzwerke werden häufig über platinkatalysierte Hydrosilylierungsreaktionen hergestellt. Dabei werden häufig ein Si-H-haltiges Organopolysiloxan und ein Vinyl-funktionelles Organopolysiloxan miteinander zur Reaktion gebracht. Eine wesentliche Voraussetzung für den Aufbau eines 3-dimensionalen Netzwerkes ist dabei, dass mindestens eine der beiden Komponenten, das Si-H-haltige Organopolysiloxan oder das Vinyl-funktionelles Organopolysiloxan, in der mittleren Zusammensetzung mehr als zwei Funktionalitäten pro Molekül aufweist.

**[0005]** Die platinkatalysierte Hydrosilylierungsreaktion bietet bei der Ausbildung von Organopolysiloxannetzwerken den Vorteil, dass keine Nebenprodukte gebildet werden, und dass Verknüpfungsstellen und Netzwerkarchitektur eng definiert sind.

**[0006]** Der wichtigste Grund für die Anwendung von Organopolysiloxangelen in kosmetischen Anwendungen sind die dadurch erzielten sensorischen Vorteile, insbesondere die Verbesserung des Hautgefühls von kosmetischen Formulierungen. Darüber hinaus dienen Organopolysiloxangele als Verdickungsmittel in kosmetischen Formulierungen.

**[0007]** US 6,423,322 B1 und WO 2013/156390 A1 offenbaren Organopolysiloxangele, die durch Hydrosilylierungsreaktion eines speziellen, vinylfunktionellen MQ-Harzes mit einem Si-H-haltigen Organopolysiloxan in Gegenwart eines Verdünnungsmittels und einer kleinen Menge Platin-Hydrosilylierungskatalysator leicht hergestellt werden können. Die resultierenden Gele ziehen keine Fäden und lassen sich leicht zu einer stabilen Creme oder Paste homogenisieren. Nachteilig an solchen Gele ist jedoch, dass Sie nur eine geringe Verträglichkeit mit polaren organischen Substanzen, Alkoholen oder Wasser aufweisen. Dadurch sind solche Gele auch nicht in der Lage, wichtige Kosmetik-Inhaltsstoffe, wie Wasser oder Glycerin in hinreichenden Mengen aufzunehmen und zeigen in wässrigen oder alkoholischen Mischungen keine verdickende Wirkung. Dadurch eignen sich solche Gele auch nicht oder nur eingeschränkt für die Herstellung von wasser-basierten oder alkohol-basierten Kosmetikprodukten.

**[0008]** WO 2013/156390 A1 lehrt zudem den Zusatz eines Si-H-haltigen Organopolysiloxan mit einem besonders niedrigen Gehalts an Si-gebundenen H-Atomen zur Verbesserung des Hautgefühls, wobei besonders vorteilhafte Eigenschaften erzielt werden sollen, wenn ausschließlich ein Si-H-haltiges Organopolysiloxan mit besonders niedrigem Gehalt an Si-gebundenen H-Atomen zum Einsatz kommt.

**[0009]** EP 1 132 430 A1 offenbart Organopolysiloxangele, die durch Hydrosilylierungsreaktion eines speziellen, vinylfunktionellen MQ-Harzes und eines polyoxyethylierten oder polyoxypropylierten Allylalkohols mit einem hoch Si-H-haltigen Organopolysiloxan mit ungefähr 0,5 Gew.-% siliciumgebundenen Wasserstoffatomen in Gegenwart von Decamethylcyclopentasiloxan als Verdünnungsmittel und einer kleinen Menge Platin-Hydrosilylierungskatalysator hergestellt werden können. Die resultierenden Gele ziehen keine Fäden und lassen sich zu einer stabilen Creme oder Paste homogenisieren. Die Verwendung eines hoch Si-H-haltigen Vernetzers mit 0,54 Gew.-% Si-gebundenen Wasserstoff wird als besonders bevorzugt beschrieben. Die Verwendung eines weniger funktionellen Vernetzers in untergeordneten Mengen soll möglich sein. Ein wesentlicher Nachteil dieser Organopolysiloxangele ist jedoch insbesondere, dass das erzeugte Hautgefühl für kosmetische Anwendungen nicht ideal ist. Aufgrund des relativ hohen Anteils an vinylfunktionellen MQ-Harz sind solche Gele auch vergleichsweise teuer herzustellen. Darüber hinaus zeigt sich, dass keine geeigneten Gele hergestellt werden können, wenn lineare Organopolysiloxane als Verdünnungsmittel verwendet werden. Lineare Organopolysiloxane erlangen jedoch zunehmend Bedeutung in kosmetischen Formulierungen, nachdem cyclische Organopolysiloxane, wie in den in EP 1 132 430 A1 offenbarten Organopolysiloxangelen verwendet, aufgrund ihrer möglicherweise toxischen Wirkung zunehmend in kosmetischen Formulierungen gemieden werden.

**[0010]** Es bestand die Aufgabe, Organopolysiloxangele mit verbesserten Eigenschaften, insbesondere mit einem verbesserten Hautgefühl, bereitzustellen, welche die oben genannten Nachteile nicht aufweisen. Die Aufgabe wird durch die Erfindung gelöst.

**[0011]** Gegenstand der Erfindung sind Polyetherreste aufweisende Organopolysiloxangele hergestellt durch Umsetzung von

(1a) ungesättigten Organopolysiloxanharzen und

(1b) polyoxyalkylierten, endständig ungesättigten Alkoholen, mit der Maßgabe, dass der gewichtsmäßige Anteil, bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels, 0,01 bis 3 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 0,29 Gew.-%, ist,

mit

Mischungen von

(2) Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen Formel



wobei

c 0 oder 1, vorzugsweise 0, ist,

R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen je Rest bedeutet,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe  $a + b$  66 bis 248, vorzugsweise 98 bis 248, bevorzugt 118 bis 168 ist,

dass die Organopolysiloxane (2) Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,011 bis 0,044 Gew.-%, vorzugsweise von 0,019 bis 0,044 Gew.-%, bevorzugt von 0,022 bis 0,032 Gew.-%, enthalten,

und dass die Anzahl an Si-H-Gruppen pro Molekül in der durchschnittlichen Zusammensetzung größer 2 und kleiner als 5 ist,

und

(2') Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen Formel



wobei

c 0 oder 1, vorzugsweise 0 ist,

R die oben dafür angegebene Bedeutung hat,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe  $a + b$  8 bis 248, vorzugsweise 38 bis 248, ist, und dass die Organopolysiloxane (2') Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,045 bis 0,35 Gew.-%, vorzugsweise von 0,045 bis 0,156 Gew.-%, enthalten,

mit der Maßgabe, dass das Gewichts-Verhältnis von (2) zu (2') vorzugsweise 0,2 bis 20, bevorzugt 0,5 bis 10, besonders bevorzugt 1,1 bis 10, ist,

in Gegenwart von

(3) die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an aliphatische Mehrfachbindung fördernde Katalysatoren,

wobei (1a), (1b) und die Mischungen von (2) und (2') in (4) Verdünnungsmitteln, vorzugsweise Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen, bevorzugt Organopolysiloxanen mit 2 bis 50 Si-Atomen, besonders bevorzugt lineare Organopolysiloxanen mit einer Viskosität von 1,5 bis 50 mm<sup>2</sup>/s bei 25°C, oder organischen Verdünnungsmitteln oder Mischungen von Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen und organischen Verdünnungsmitteln, dispergiert sind.

**[0012]** Gegenstand der Erfindung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele indem

(1a) ungesättigte Organopolysiloxanharze und

(1b) polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohole, mit der Maßgabe, dass der gewichtsmäßige Anteil, bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels, 0,01 bis 3 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 0,29 Gew.-%, ist,

mit

Mischungen von

(2) Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen Formel



wobei

c 0 oder 1, vorzugsweise 0, ist,

R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen je Rest bedeutet,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe  $a + b$  66 bis 248, vorzugsweise 98 bis 248, bevorzugt 118 bis 168 ist,

dass die Organopolysiloxane (2) Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,011 bis 0,044 Gew.-%, vorzugsweise von 0,019 bis 0,044 Gew.-%, bevorzugt von 0,022 bis 0,032 Gew.-%, enthalten,

und dass die Anzahl an Si-H-Gruppen pro Molekül in der durchschnittlichen Zusammensetzung größer 2 und kleiner als 5 ist,

und

(2') Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen Formel



wobei

c 0 oder 1, vorzugsweise 0 ist,

R die oben dafür angegebene Bedeutung hat,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe  $a + b$  8 bis 248, vorzugsweise 38 bis 248, ist, und dass die Organopolysiloxane (2') Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,045 bis 0,35 Gew.-%, vorzugsweise von 0,045 bis 0,156 Gew.-%, enthalten,

mit der Maßgabe, dass das Gewichts-Verhältnis von (2) zu (2') vorzugsweise 0,2 bis 20, bevorzugt 0,5 bis 10, besonders bevorzugt 1,1 bis 10, ist,

in Gegenwart von

(3) die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an aliphatische Mehrfachbindung fördernde Katalysatoren,

umgesetzt werden,

wobei (1a), (1b) und die Mischungen von (2) und (2') in

(4) Verdünnungsmitteln, bevorzugt Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen, bevorzugt Organopolysiloxanen mit 2 bis 50 Si-Atomen, besonders bevorzugt lineare Organopolysiloxanen mit einer Viskosität von 1,5 bis 50 mm<sup>2</sup>/s bei 25°C, oder organischen Verdünnungsmitteln oder Mischungen von Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen und organischen Verdünnungsmitteln, dispergiert sind.

**[0013]** Völlig überraschend wurde gefunden, dass gerade dann besonders vorteilhafte Gele erhalten werden, wenn das Organopolysiloxangel unter Verwendung einer Mischung eines Si-H-haltigen Vernetzers mit besonders niedrigerem Si-H-Gehalt und einem Si-H-haltigen Vernetzers mit höherem Si-H-Gehalt hergestellt wird und zudem ein polyoxyalkylierter Allylalkohol kovalent an das Organopolysiloxangel gebunden ist. Solche Gele weisen in Kombination mit cyclischen und linearen Organopolysiloxanen ein exzellentes Hautgefühl auf, sie besitzen eine verbesserte Kompatibilität mit polaren organischen Substanzen und sind sogar in der Lage, äußerst hydrophile Flüssigkeiten, wie Wasser oder Glycerin aufzunehmen, ohne die viskose Gelstruktur zu verlieren. Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele sogar dann mehr als 10 Gew.-% Wasser, bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels, aufnehmen können, wenn weniger als 0,3 Gew.-% eines polyoxyalkylierten, endständig ungesättigten Alkohols (1b), beispielsweise eines Polyethylenglykolmonoallylethers mit etwa 10 Oxyethylen-Einheiten (wie Polyglycol A 500, käuflich erwerblich bei Fa. Clariant) kovalent an das Organopolysiloxangel gebunden ist.

**[0014]** Im Rahmen dieser Erfindung sollen die Formeln (I) und (I') so verstanden werden, dass a Einheiten -(R<sub>2</sub>SiO)- und b Einheiten -(RHSiO)- in beliebiger Weise im Organopolysiloxanmolekül verteilt sein können.

**[0015]** Die erfindungsgemäß eingesetzten Si-H-haltigen Organopolysiloxane (2) haben vorzugsweise eine Viskosität von 50 bis 2000 mm<sup>2</sup>/s, bevorzugt 100 bis 1000 mm<sup>2</sup>/s, besonders bevorzugt 150 bis 600 mm<sup>2</sup>/s, jeweils bei 25°C, und ein molares Verhältnis  $a:(b + c)$  von vorzugsweise 30:1 bis 150:1, bevorzugt 30:1 bis 80:1, besonders bevorzugt 40:1 bis 70:1. Die erfindungsgemäß eingesetzten Si-H-haltigen Organopolysiloxane (2') haben vorzugsweise eine Viskosität von 3 bis 2000 mm<sup>2</sup>/s, besonders bevorzugt 20 bis 1200 mm<sup>2</sup>/s, jeweils bei 25°C, und ein molares Verhältnis  $a:(b + c)$  von vorzugsweise 4:1 bis 30:1, besonders bevorzugt 8:1 bis 30:1.

**[0016]** Überraschenderweise wurde gefunden, dass die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele auf Basis der Mischung von (2) und (2') wesentlich bessere sensorische Eigenschaften, insbesondere ein besseres Hautgefühl, aufweisen, als Gele auf Basis eines Organopolysiloxans mit relativ hohem Gehalt an siliciumgebundenen Wasserstoffatomen, wie sie in EP 1 132 430 A1 offenbart sind, oder als Gele auf Basis eines Organopolysiloxans mit sehr niedrigem Gehalt an siliciumgebundenen Wasserstoffatomen, wie es WO 2013/156390 A1 lehrt. Die Mischung von (2) und (2') ist dadurch definiert, dass das Gewichts-Verhältnis von (2) zu (2') vorzugsweise 0,2 bis 20, bevorzugt 0,5 bis 10, besonders bevorzugt 1,1 bis 10 ist.

**[0017]** Die erfindungsgemäßen Gele sind außergewöhnlich gleitfähig und fühlen sich nicht unerwünscht ölig an. Nach dem Verteilen auf der Haut hinterlassen sie ein geschmeidigeres Hautgefühl und lassen kein unerwünscht öliges, filmartiges oder stumpfes Gefühl zurück.

**[0018]** Beispiele für Reste R sind Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-, 1-n-Butyl-, 2-n-Butyl-, iso-Butyl-, tert.-Butyl-, n-Pentyl-, iso-Pentyl-, neo-Pentyl-, tert.-Pentylrest, Hexylreste, wie der n-Hexylrest, Heptylreste, wie der n-Heptylrest, Octylreste, wie der n-Octylrest und iso-Octylreste, wie der 2,2,4-Trimethylpentylrest, Nonylreste, wie der n-Nonylrest, Decylreste, wie der n-Decylrest, Dodecylreste, wie der n-Dodecylrest, und Octadecylreste, wie der n-Octadecylrest; Cycloalkylreste, wie Cyclopentyl-, Cyclohexyl-, Cycloheptyl und Methylcyclohexylreste; Arylreste, wie der Phenyl-, Naphthyl-, Anthryl- und Phenanthrylrest; Alkarylreste, wie o-, m-, p-Tolylreste, Xylreste und Ethylphenylreste; und Aralkylreste, wie der Benzylrest, der  $\alpha$ - und der  $\beta$ -Phenylethylrest.

**[0019]** Beispiele für substituierte Reste R sind Halogenalkylreste, wie der 3,3,3-Trifluor-n-propylrest, der 2,2,2',2',2'-Hexafluorisopropylrest, der Heptafluorisopropylrest und Halogenarylreste, wie der o-, m- und p-Chlorphenylrest.

**[0020]** Bevorzugt handelt es sich bei dem Rest R um einen einwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, wobei der Methylrest besonders bevorzugt ist.

**[0021]** Bei den in den erfindungsgemäßen Organopolysiloxangelen eingesetzten ungesättigten Organopolysiloxanharzen (1a) handelt es sich vorzugsweise um ungesättigte Organopolysiloxanharze aufgebaut aus Einheiten der allgemeinen Formel (II)



wobei

R die oben dafür angegebene Bedeutung hat,

R' einen einwertigen Kohlenwasserstoffrest bedeutet, an den Si-H-Gruppen in einer Hydrosilylierungsreaktion angelagert werden können, vorzugsweise einen einwertigen eine terminale, aliphatische C-C-Mehrfachbindung aufweisenden Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 18 Kohlenstoffatomen, bevorzugt einen  $\omega$ -Alkenylrest mit 2 bis 12 C-Atomen, besonders bevorzugt einen Vinylrest bedeutet,

x 0, 1, 2 oder 3,

y 0, 1 oder 2, vorzugsweise 0 oder 1, ist,

mit der Maßgabe, dass die Summe x + y kleiner gleich 3 ist, und dass pro Molekül mindestens 2 Reste R', vorzugsweise mindestens 3 Reste R', mindestens 20 Mol-% T- und/oder Q-Einheiten (T-Einheiten: Summe x + y = 1; Q-Einheiten: Summe x + y = 0), vorzugsweise mindestens 20 Mol-% Q-Einheiten, vorhanden sein müssen, und daneben D-Einheiten (Summe x + y = 2) vorhanden sein können.

**[0022]** Bevorzugt handelt es sich bei den ungesättigten Organopolysiloxanharzen der Formel (II) um MQ-Harze aus Einheiten der Formeln

$SiO_2$  (Q-Einheiten) und

$R_3SiO_{1/2}$  und  $R_2R'SiO_{1/2}$  (M-Einheiten),

wobei R und R' die oben dafür angegebene Bedeutung haben. Das molare Verhältnis von M- zu Q-Einheiten liegt dabei vorzugsweise im Bereich von 0,5 bis 4,0, bevorzugt im Bereich von 0,5 bis 2,0, besonders bevorzugt im Bereich von 0,6 bis 1,5. Diese Siliconharze können außerdem bis zu 10 Gew.-% freie Hydroxy- oder Alkoxygruppen enthalten.

**[0023]** Vorzugsweise haben die ungesättigten Organopolysiloxanharze (1a) bei 25°C eine Viskosität größer als 0,7 mm<sup>2</sup>/s, besonders bevorzugt sind solche Harze, die bei 25°C eine Viskosität von größer als 1000 mm<sup>2</sup>/s haben oder Feststoffe sind. Das mit Gelpermeationschromatografie bestimmte gewichtsmittlere Molekulargewicht  $M_w$  (bezogen auf einen Polystyrolstandard) dieser Harze beträgt vorzugsweise 334 bis 200000 g/mol, bevorzugt 1000 bis 20000 g/mol.

**[0024]** Die ungesättigten Organopolysiloxanharze (1a) der erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele haben vorzugsweise eine Jodzahl kleiner 254 und bevorzugt sind Organopolysiloxanharze mit einer Jodzahl kleiner 76.

**[0025]** Der ungesättigte Kohlenwasserstoffrest ist vorzugsweise gebunden an eine M-Einheit (=  $M_{Vi}$ ) oder D-Einheit (=  $D_{Vi}$ ), bevorzugt an eine M-Einheit, wobei das molare Verhältnis  $M:(M_{Vi} + D_{Vi})$ , vorzugsweise  $M:M_{Vi}$ , vorzugsweise im Bereich 0 bis 50, bevorzugt im Bereich 0 bis 20, besonders bevorzugt im Bereich 2,5 bis 13 liegt.

**[0026]** Beispiele für Reste  $R'$  sind Alkenylreste, wie der Vinyl-, 5-Hexenyl-, Cyclohexenyl-, 1-Propenyl-, Allyl-, 3-Butenyl- und 4-Pentenylrest, und Alkenylreste, wie der Ethinyl-, Propargyl- und 1-Propinylrest. Bevorzugt handelt es sich bei dem Rest  $R'$  um Alkenylreste, besonders bevorzugt  $\omega$ -Alkenylreste, insbesondere um den Vinylrest.

**[0027]** Erfindungsgemäß eingesetzte polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohole (1b) sind vorzugsweise solche der allgemeinen Formel



wobei  $R^1$  ein zweiwertiger Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise ein Rest der Formel  $-CH_2-$ ,  $-CH(CH_3)-$  oder  $-C(CH_3)_2-$ , bevorzugt ein Rest der Formel  $-CH_2-$ , ist, und  $n$  eine ganze Zahl von 1 bis 4, bevorzugt 2 oder 3, ist und  $m$  eine ganze positive Zahl, vorzugsweise von 1 bis 40, ist.

**[0028]** Bevorzugte Beispiele für polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohole (1b) sind solche der allgemeinen Formel



wobei  $R^1$  die oben dafür angegebene Bedeutung hat und  $o$  0 oder eine ganze Zahl von 1 bis 30, vorzugsweise 2 bis 20, bevorzugt 6 bis 14 ist und  $p$  0 oder eine ganze Zahl von 1 bis 30, vorzugsweise 0 bis 10, bevorzugt 0 ist, wobei die Summe von  $o + p$  1 bis 40, vorzugsweise 2 bis 20, bevorzugt 6–14 ist.

**[0029]** Ein besonders bevorzugtes Beispiel für einen polyoxyalkylierten, endständig ungesättigten Alkohol (1b) ist Polyethylenglykolmonoallylether mit etwa 10 Oxyethylen-Einheiten, beispielsweise zu beziehen als Polyglycol A 500 bei der Fa. Clariant.

**[0030]** Die Formel (IV) soll dabei so verstanden werden, dass  $o$  Gruppen  $-(OCH_2CH_2)-$  und  $p$  Gruppen  $-[OCH_2CH(CH_3)]-$  in beliebiger Weise im Alkoholmolekül (1b) verteilt sein können.

**[0031]** Bei den erfindungsgemäßen Organopolysiloxangelen werden ungesättigte Organopolysiloxanharze (1a) und polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohole (1b) in Mengen von vorzugsweise 4,5 bis 0,1 Mol, bevorzugt 2 bis 0,8 Mol, besonders bevorzugt 1,8 bis 1,1 Mol, Kohlenwasserstoffrest mit aliphatischer C-C-Mehrfachbindung je Mol Si-gebundenem Wasserstoff in Si-H funktionellen Organopolysiloxanen (2) und (2') eingesetzt, mit der Maßgabe, dass der gewichtsmäßige Anteil des polyoxyalkylierten, endständig ungesättigten Alkohols (1b) 0,01–3 Gew.-%, bevorzugt 0,03–0,29 Gew.-% bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels, ist. Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele, die eine Kombination der Si-H funktionellen Organopolysiloxanen (2) und (2') mit einem polyoxyalkylierten Allylalkohol enthalten, sogar dann mehr als 10 Gew.-% Wasser, bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels, aufnehmen können, wenn weniger als 0,3 Gew.-% eines polyoxyalkylierten, endständig ungesättigten Alkohols (1b), beispielsweise eines Polyethylenglykolmonoallylethers mit etwa 10 Oxyethylen-Einheiten (wie Polyglycol A 500, käuflich erwerblich von der Fa. Clariant) kovalent an das Organopolysiloxangel gebunden ist. Ein wesentlicher Vorteil der Erfindung ist also, dass die Einsatzmenge an polyoxyalkylierten,

endständig ungesättigten Alkohols (1b) durch die Kombination mit den Si-H funktionellen Organopolysiloxanen (2) und (2') reduziert werden kann. Dies ist sehr bedeutsam, weil der polyoxyalkylierten Allylalkohol nicht nur vergleichsweise teuer ist, sondern auch aus außerordentlich giftigen Rohstoffen hergestellt wird.

**[0032]** Das gewichtsmäßige Verhältnis von MQ Harz zum Si-H-haltigen Organopolysiloxan in den in EP 1 132 430 A1 offenbarten Organopolysiloxangelen liegt im Bereich von 9 bis 7. Der hohe Anteil an vergleichsweise teurem Harz macht diese Gele vergleichsweise teuer. In den erfindungsgemäßen Organopolysiloxangelen liegt das gewichtsmäßige Verhältnis von ungesättigten Organopolysiloxanharzen (1) zu den Mischungen der Si-H-haltigen Organopolysiloxane (2) und (2') vorzugsweise im Bereich von 3 bis 0,1, bevorzugt im Bereich 2,5 bis 0,1, besonders bevorzugt im Bereich 2,0 bis 0,1, weswegen die erfindungsgemäßen Gele deutlich günstiger herzustellen sind.

**[0033]** Als Katalysator (3) können bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die gleichen Katalysatoren eingesetzt werden, die auch bisher zur Förderung der Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an aliphatische Mehrfachbindung eingesetzt werden konnten. Bei den Katalysatoren handelt es sich vorzugsweise um ein Metall aus der Gruppe der Platinmetalle oder um eine Verbindung oder einen Komplex aus der Gruppe der Platinmetalle. Beispiele für solche Katalysatoren sind metallisches und feinverteiltes Platin, das sich auf Trägern wie Siliciumdioxid, Aluminiumoxid oder Aktivkohle befinden kann, Verbindungen oder Komplexe von Platin, wie Platinhalogenide, z. B.  $\text{PtCl}_4$ ,  $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{PtCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , Platin-Olefin-Komplexe, Platin-Alkohol-Komplexe, Platin-Alkoholat-Komplexe, Platin-Ether-Komplexe, Platin-Aldehyd-Komplexe, Platin-Keton-Komplexe, einschließlich Umsetzungsprodukten aus  $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  und Cyclohexanon, Platin-Vinyl-siloxankomplexe, wie Platin-1,3-Divinyl-1,1,3,3-tetramethyl-disiloxankomplexe mit oder ohne Gehalt an nachweisbarem anorganisch gebundenen Halogen, Bis-( $\gamma$ -picolin)-platindichlorid, Trimethyldipyridinplatindichlorid, Dicyclopentadienplatindichlorid, Dimethylsulfoxidethylenplatin-(II)-dichlorid, Cyclooctadien-Platindichlorid, Norbornadien-Platindichlorid,  $\gamma$ -picolin-Platindichlorid, Cyclopentadien-Platindichlorid, sowie Umsetzungsprodukte von Platintetrachlorid mit Olefin und primärem Amin oder sekundärem Amin oder primärem und sekundärem Amin, wie das Umsetzungsprodukt aus in 1-Octen gelöstem Platintetrachlorid mit sec.-Butylamin oder Ammonium-Platinkomplexe. Bevorzugte Hydrosilylierungskatalysatoren sind Platinverbindungen, die in einem zur Verwendung in kosmetischen Formulierungen geeigneten Lösungsmittel vorliegen.

**[0034]** Bevorzugt wird der Katalysator (3) in Mengen 1 bis 50 Gew.-ppm (Gewichtsteilen je Million Gewichtsteilen), besonders bevorzugt 2 bis 20 Gew.-ppm, jeweils berechnet als elementares Platin und bezogen auf das Gesamtgewicht der ungesättigten Organopolysiloxanharze (1), der Mischung der Si-H funktionellen Organopolysiloxane (2) und (2') und dem Verdünnungsmittel (4).

**[0035]** Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele enthalten vorzugsweise 1 bis 98 Gew.-% Verdünnungsmittel, bevorzugt 50 bis 95 Gew.-% Verdünnungsmittel, bezogen auf das Gesamtgewicht der Organopolysiloxangele.

**[0036]** Nicht-reaktive oder relativ nicht-reaktive Verdünnungsmittel sind bevorzugt. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wird der Begriff "nicht-reaktiv" in Bezug auf die in Frage stehende Vernetzungsreaktion und die hierin eingesetzten Reaktanden verwendet. Ein relativ nichtreaktives Verdünnungsmittel ist weniger als ein Zehntel so reaktiv mit den Reaktanden der Vernetzungsreaktion im Vergleich zu den Reaktanden untereinander in der Vernetzungsreaktion.

**[0037]** Geeignete Beispiele von Verdünnungsmittel beinhalten cyclische und lineare Organopolysiloxane, organische Verdünnungsmittel oder Mischungen von Organopolysiloxanen und organischen Verdünnungsmitteln.

**[0038]** Das Organopolysiloxan kann ein einzelnes Organopolysiloxan oder eine Mischung von Organopolysiloxanen sein. Das Organopolysiloxan kann Alkyl-, Aryl-, Alkaryl- und Aralkylgruppen tragen. Solche Organopolysiloxane können beispielhaft durch Polydimethylsiloxan, Polydiethylsiloxan, Polymethylethylsiloxan, Polymethylphenylsiloxan und Polydiphenylsiloxan angegeben werden, sind aber nicht darauf beschränkt.

**[0039]** Möglich ist auch die Verwendung von funktionellen Organopolysiloxanen, beispielsweise acrylamidfunktionelle Siloxanfluide, acrylfunktionelle Siloxanfluide, amidfunktionelle Siloxanfluide, aminofunktionelle Siloxanfluide, carbinolfunktionelle Siloxanfluide, carboxyfunktionelle Siloxanfluide, chloralkylfunktionelle Siloxanfluide, epoxfunktionelle Siloxanfluide, glykolfunktionelle Siloxanfluide, ketalfunktionelle Siloxanfluide, mercaptofunktionelle Siloxanfluide, methylesterfunktionelle Siloxanfluide, perfluorofunktionelle Siloxanfluide und silanofunktionelle Siloxane.

**[0040]** Cyclische Polydimethylsiloxane können beispielhaft durch Hexamethylcyclotrisiloxan, Octamethylcyclotetrasiloxan, Decamethylcyclopentasiloxan und Dodecamethylcyclohexasiloxan angegeben werden, sind aber nicht darauf beschränkt.

**[0041]** Vorzugsweise ist das Organopolysiloxan ein Polydimethylsiloxan mit 2 bis 200 Si-Atomen, bevorzugt 2 bis 50 Si-Atomen, besonders bevorzugt sind lineare Polydimethylsiloxane mit einer Viskosität von 1,5 bis 50 mm<sup>2</sup>/s bei 25°C.

**[0042]** Als organische Verdünnungsmittel können aromatische Kohlenwasserstoffe, Alkohole, Aldehyde, Ketone, Amine, Ester, Ether, Alkylhalogenide oder aromatische Halogenide verwendet werden. Stellvertretende Beispiele sind Alkohole, wie Methanol, Ethanol, i-Propanol, Cyclohexanol, Benzylalkohol, 2-Octanol, Ethylenglykol, Propylenglykol und Glycerin; aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Pentan, Cyclohexan, Heptan, Lackbenzine; Alkylhalogenide wie Chloroform, Kohlenstofftetrachlorid, Perchlorethylen, Ethylchlorid und Chlorbenzol; aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Toluol, Ethylbenzol und Xylol; Ester von Carbonsäuren mit 2 bis 30 C-Atomen, wie Ethylacetat, Isopropylacetat, Ethylacetoacetat, Amylacetat, Isobutylisobutyrat, Benzylacetat, Isopropylpalmitat und Isopropylmyristat (= Myristinsäureisopropylester); Ether, wie Ethylether, n-Butylether, Tetrahydrofuran und 1,4-Dioxan; Ketone, wie Aceton, Methylethylketon, Cyclohexanon, Diacetonalcohol, Methylamylketon und Diisobutylketon; Fettöle einschließlich mehrfach ungesättigter  $\omega$ -3- und  $\omega$ -6-Fettsäuren, und deren Ester; pflanzliche Öle, wie Erdnuss-, Oliven-, Palm-, Canola-, Maiskeim-, Soja-, Sonnenblumenöl und dergleichen; und natürliche und synthetische Öle oder öllösliche Feststoffe, wie verschiedene Mono-, Di- und Triglyceride, polyoxyalkylierte pflanzliche Öle, Lanolin, Lecithin und dergleichen; und Erdölkohlenwasserstoffe, wie Petrolatum, Mineralöl, Benzin, Petrolether. Diese Beispiele dienen der Erläuterung und sind nicht als Einschränkung zu verstehen.

**[0043]** Andere gemischte organische Verdünnungsmittel können auch verwendet werden, wie Acetonitril, Nitromethan, Dimethylformamid, Propylenoxid, Trioctylphosphat, Butyrolacton, Furfural, Pinienöl, Terpentin und m-Cresol.

**[0044]** Geeignete organische Verdünnungsmittel sind auch flüchtige Aromastoffe, wie Pfefferminzöl, Öl von grüner Minze, Menthol, Vanille, Zimtöl, Nelkenöl, Lorbeeröl, Anisöl, Eukalyptusöl, Thymianöl, Zedernöl, Öl von der Muskatnuss, Öl von Salbei, Kassaöl, Kakao, Süßholzsaft, Stärkezuckersirup aus Mais mit hohem Fructosegehalt, Citrusöle, wie Zitronen-, Orange-, Limone und Grapefruit, Fruchtessenzen, wie Apfel, Birne, Pfirsich, Traube, Erdbeere, Himbeere, Kirsche, Pflaume, Ananas und Aprikose; und andere nützliche Aromastoffe einschließlich Aldehyde und Ester, wie Zimtsäureessigester, Zimtaldehyd, Eugenylformat, p-Methylanisol, Acetaldehyd, Benzaldehyd, Anisaldehyd, Citral, Neral, Decanal, Vanillin, Tylaldehyd, 2,6-Dimethyloctanal und 2-Ethylbutyraldehyd.

**[0045]** Ein Teil oder das gesamte organische Verdünnungsmittel kann ein oder mehrere flüchtige Duftstoffe umfassen, wie natürliche Produkte und Parfümöle. Einige stellvertretende natürliche Produkte und Parfümöle sind Amber, Benzoin, Zibet, Nelke, Zedernöl, Jasmin, Mate, Mimose, Moschus, Myrrhe, Iris, Sandelholzöl und Vetiveröl; Aromachemikalien, wie Amylsalicylat, Amylzimtaldehyd, Benzylacetat, Citronellol, Cumarin, Geraniol, Isobornylacetat, Ambrette und Terpinylacetat, und verschiedene klassische Parfümölfamilien, wie die Blumenbouquetfamilie, die orientalische Familie, die Chyprefamilie, die Holzfamilie, die Citrusfamilie, die Canoefamilie, die Lederfamilie, die Gewürzfamilie und die Kräuterfamilie.

**[0046]** Das organische Verdünnungsmittel kann auch aliphatische oder alicyclische Kohlenwasserstoffe mit 4 bis 30 C-Atomen, vorzugsweise gesättigte Kohlenwasserstoffe, umfassen. Die aliphatischen Kohlenwasserstoffe können geradkettig oder verzweigt sein, und die alicyclischen Kohlenwasserstoffe können unsubstituierte cyclische Kohlenwasserstoffe oder aliphatische kohlenwasserstoffsubstituierte Kohlenwasserstoffe darstellen. Beispiele für geeignete Kohlenwasserstoffe sind n-Heptan, n-Octan, Isooctan, n-Decan, Isodecan, n-Dodecan, Isododecan, Cyclohexan, Cycloheptan, Cyclooctan, Methylcyclohexan, Dimethylcyclohexan, Ethylcyclohexan, Nonylcyclohexan und dergleichen. Auch diese Aufzählung dient der Erläuterung und ist nicht als Einschränkung zu verstehen.

**[0047]** Weitere geeignete organische Verdünnungsmittel sind ölartige Polyether wie Bis(alkyl)ether von niedermolekularen Glykolen und flüssige oligomere und polymere Polyoxyalkylenglykole, deren Alkylmono- und -diether und Mono- und Dialkylester. Vorzugsweise wird der überwiegende Teil der Polyoxyalkylenglykole aus einem überwiegenden Teil (> 50 Mol-%) von Alkylenoxiden mit mehr als zwei Kohlenstoffatomen, d. h. Propylenoxid, 1,2- und 2,3-Butylenoxid, Tetrahydrofuran, Oxetan, Cyclohexenoxid und dergleichen, hergestellt.



**[0048]** Bevorzugte organische Verdünnungsmittel weisen eine Viskosität im Bereich von 0,5 bis 200 mm<sup>2</sup>/s (25°C) auf, wobei solche Verdünnungsmittel mit einen Siedepunkt im Bereich von 50°C bis 300°C besonders bevorzugt sind.

**[0049]** Es können zahlreiche Mischungen von Verdünnungsmittel verwenden werden, die lediglich auf diejenigen Zusammensetzungen beschränkt sind, bei denen nach der Herstellung des erfindungsgemäßen Organopolysiloxangels keine Phasentrennung auftritt.

**[0050]** Die Herstellung des Gels ist leicht durchführbar. Im Allgemeinen gibt man alle Bestandteile außer dem Katalysator zu, rührt langsam, bis sich das ungesättigte Organopolysiloxanharz gelöst hat, und setzt dann unter kontinuierlichem Rühren den Katalysator zu. Die Zusammensetzung kann bei Raumtemperatur belassen werden, bis sich ein Gel gebildet hat, oder erhitzt werden. Vorzugsweise erhitzt man die Zusammensetzung auf eine Temperatur zwischen 50°C und 130°C und bevorzugt zwischen 70°C und 120°C, bis die Mischung geliert oder fest wird. Die Gelierung erfolgt vorzugsweise innerhalb von zehn Stunden, bevorzugt innerhalb von drei Stunden. Es werden Organopolysiloxangele, welche für die Anwendung in kosmetischen Formulierungen geeignet sind, erhalten. In einem besonders bevorzugten Verfahren, werden im ersten Teilschritt der Gelherstellung zunächst die Mischung der Si-H-funktionellen Vernetzer (2) und (2') und der polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohol (1b) gemischt. Anschließend wird unter kontinuierlichem Rühren der Katalysator zugesetzt. Die Mischung wird vorzugsweise auf eine Temperatur zwischen 50°C und 130°C, bevorzugt zwischen 70°C und 120°C erhitzt, und 1 bis 480 Minuten, bevorzugt 1 bis 240, besonders bevorzugt 5 bis 60 Minuten bei dieser Temperatur gerührt. Danach wird im zweiten Teilschritt der Gelherstellung das ungesättigte Organopolysiloxanharz (1a) unter Rühren zugegeben und weiter gerührt, bis die Mischung geliert oder fest wird. Die Gelierung erfolgt vorzugsweise innerhalb von zehn Stunden, bevorzugt innerhalb von drei Stunden. Es werden Organopolysiloxangele, welche für die Anwendung in kosmetischen Formulierungen geeignet sind, erhalten. In einem alternativen besonders bevorzugten Verfahren wird im ersten Teilschritt der Gelherstellung, nur einer der beiden Si-H-funktionellen Vernetzer und der polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohol (1b) gemischt. Im zweiten Teilschritt der Gelherstellung wird vor, während oder nach der Zugabe des ungesättigten Organopolysiloxanharzes (1a) der zweite Si-H-funktionelle Vernetzer zugegeben.

**[0051]** In einem optionalen zweiten Verfahrensschritt wird das im ersten Verfahrensschritt erhaltene erfindungsgemäße Organopolysiloxangel unter Verwendung von standardmäßigen hochscherenden Mischtechniken bis zu einer cremigen Konsistenz homogenisiert. Dies kann durch intensives Mischen und Dispergieren in Rotor-Stator-Rührvorrichtungen, Kolloidmühlen, Hochdruckhomogenisatoren, Mikrokanälen, Membranen, Strahldüsen und ähnlichem, oder mittels Ultraschall erfolgen. Homogenisiergeräte und Verfahren sind z. B. in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, CD-ROM-Ausgabe 2003, Wiley-VCH Verlag, unter dem Stichwort "Emulsions" beschrieben.

**[0052]** In einem optionalen dritten Verfahrensschritt wird eine weitere Menge Verdünnungsmittel zu dem nach den ersten oder optionalen zweiten Verfahrensschritten erhaltenen Organopolysiloxangel gegeben. Dadurch ist es möglich, ausgehend von einem im ersten Verfahrensschritt erhaltenen „Basisgel“ eine Vielzahl unterschiedlicher Gele herzustellen, die in ihrer Konsistenz und ihrem Eigenschaftsprofil in einem breiten Bereich variieren. Man kann dabei das gleiche Verdünnungsmittel verwenden, welches im ersten Verfahrensschritt verwendet worden ist, oder ein zweites Verdünnungsmittel beinhaltend die vorhergehend hierin als Verdünnungsmittel beschriebenen. Alternativ kann auch eine beliebige Mischung der vorhergehend hierin beschriebenen Verdünnungsmittel und/oder ein aktiver Wirkstoff für die Körperpflege oder Gesundheitspflege oder eine Mischung eines aktiven Wirkstoffs für die Körperpflege oder Gesundheitspflege mit einem oder mehreren der hierin beschriebenen Verdünnungsmitteln zugegeben werden, mit der Maßgabe, dass keine Phasentrennung auftritt.

**[0053]** Ein "aktiver Wirkstoff für die Körperpflege oder Gesundheitspflege" bedeutet im vorliegenden Zusammenhang eine beliebige Verbindung oder Mischung von Verbindungen, die im Fachgebiet als Zusatzstoffe in Körperpflegeformulierungen bekannt sind und die typischerweise zugesetzt werden, um das Haar oder die Haut zu behandeln, um einen kosmetischen und/oder ästhetischen Nutzen zu erzielen, eine beliebige Verbindung oder Mischung von Verbindungen, die im Fachgebiet bekannt sind, um einen pharmazeutischen oder medizinischen Nutzen zu erzielen; eine beliebige Verbindung, mit der eine pharmakologische Wirksamkeit oder einen sonstigen Effekt bei der Diagnose, Heilung, Linderung, Behandlung oder Vorbeugung von Krankheiten erzielt werden soll, oder um die Struktur oder eine beliebige Funktion des Körpers eines Menschen oder eines Tiers zu beeinflussen; und jede beliebige Verbindung, die bei der Herstellung von Arzneimitteln eine chemische Veränderung erfahren kann und die in Arzneimitteln in modifizierter Form vorliegen kann, um die angegebene Wirksamkeit oder den angegebenen Effekt hervorzurufen. So umfasst ein "aktiver Wirkstoff

für die Körperpflege oder Gesundheitspflege" einen aktiven Wirkstoff oder aktiven Arzneimittelbestandteil wie allgemein von der United States Department of Health & Human Services Food and Drug Administration, Titel 21, Kapitel I, des Code of Federal Regulations, Teile 200–299 sowie Teile 300–499 definiert, ist jedoch nicht hierauf beschränkt.

**[0054]** Die aktiven Wirkstoffe für die Körperpflege oder Gesundheitspflege sind vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe der fett- oder öllöslichen Vitamine, öllöslichen Arzneimittel, wobei Antiaknemittel, antibakterielle Mittel, fungizide Mittel, entzündungshemmende Mittel, schuppenflechtebekämpfende Mittel, Betäubungsmittel, juckreizlindernde Mittel, hautentzündungshemmende Mittel und Mittel, die im Allgemeinen als Sperrfilme betrachtet werden besonders bevorzugt sind, und öllöslichen UV-Absorber.

**[0055]** Nützliche aktive Bestandteile zur Verwendung im Schritt 3 des Verfahrens gemäß der Erfindung umfassen fett- als auch öllösliche Vitamine. Nützliche, öllösliche Vitamine umfassen, sind, aber nicht beschränkt auf, Vitamin A<sub>1</sub>, RETINOL, C<sub>2</sub>- bis C<sub>18</sub>-Ester von RETINOL, Vitamin E, TOCOPHEROL, Ester von Vitamin E und Mischungen derselben. RETINOL umfasst trans-RETINOL, 13-cis-RETINOL, 11-cis-RETINOL, 9-cis-RETINOL und 3,4-Didehydro-RETINOL. Das öllösliche Vitamin kann in der Zusammensetzung gemäß der Erfindung in Mengen von 0,01 bis 50 Gewichtsprozent verwendet werden.

**[0056]** Es sollte bemerkt werden, dass RETINOL ein International Nomenclature Cosmetic Ingredient Name (INCI), vergeben von The Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association (CTFA), Washington DC, für Vitamin A ist. Andere geeignete Vitamine und die INCI-Namen für die in Betracht stehenden Vitamine, die hierin umfasst sind, sind RETINYL ACETAT, RETINYL PALMITATE, RETINYL PROPIONATE, α-TOCOPHEROL, TOCOPHEROLAN, TOCOPHERYL ACETATE, TOCOPHERYLLINOLEATE, TOCOPHERYLNICOTINATE und TOCOPHERYL SUCCINATE.

**[0057]** Einige Beispiele für kommerziell erhältliche Produkte, die zur Verwendung hierin geeignet sind, sind Vitamin-A-Acetat, Fluka Chemie AG, Buchs, Schweiz; CIOVI-OX T-50, ein Vitamin E-Produkt von Henkel Corporation, La Grange, Illinois; COVI-OX T-70, ein anderes Vitamin-E-Produkt von Henkel Corporation, La Grange Illinois, und Vitamin-E-Acetat, ein Produkt von Roche Vitamins & Fine Chemicals, Nutley, New Jersey.

**[0058]** Stellvertretende Beispiele für einige geeignete öllösliche Arzneimittel, welche als aktive Bestandteile im dritten Verfahrensschritt gemäß der Erfindung zugefügt werden können, sind Clonidin, Scopolamin, Propranolol, Estradiol, Phenylpropanolaminhydrochlorid, Ouabain, Atropin, Haloperidol, Isosorbid, Nitroglycerin, Ibuprofen, Ubichinone, Indomethacin, Prostaglandine, Naproxen, Salbutamol, Guanabenz, Labetalol, Pheniramin, Metrifonat und Steroide.

**[0059]** Ebenso hierin umfasst als ein Arzneimittel für die Zwecke der vorliegenden Erfindung sind Antiaknemittel wie Benzoylperoxid, Triclosan und Tretinoin; antibakterielle Mittel wie Chlorhexidingluconat; fungizide Mittel wie Miconazolnitrat; entzündungshemmende Mittel wie Salicylsäure; corticosteroide Arzneimittel; nichtsteroide entzündungshemmende Mittel wie Diclofenac; schuppenflechtebekämpfende Mittel wie Clobetasolpropionat und Retinoide, Betäubungsmittel wie Lidocain; juckreizlindernde Mittel wie Polidocanol; hautentzündungshemmende Mittel wie Prednisolon und Mittel, die im Allgemeinen als Sperrfilme betrachtet werden.

**[0060]** Stellvertretende Beispiele für öllösliche UV-Absorber, welche als aktive Bestandteile im dritten Verfahrensschritt gemäß der Erfindung zugefügt werden können, sind 1-(4-Methoxyphenyl)-3-(4-tert-butylphenyl)propan-1,3-dione (INCI: Butyl Methoxydibenzoylmethan), 2-Ethylhexyl-(2E)-3-(4-methoxyphenyl)prop-2-enoat (INCI: Octyl Methoxycinnamat), 4-Hydroxy-2-methoxy-5-(oxo-phenylmethyl)benzenesulfonic acid (INCI: Benzophenon-4), 2-Hydroxy-4-methoxybenzophenon-5-sulfonsäure Natriumsalz (INCI: Benzophenon-5) und 2-Ethylhexyl-2-hydroxybenzoat (INCI: Ethylhexylsalicylat).

**[0061]** Bevorzugt wird in einem vierten Verfahrensschritt das nach dem ersten oder optionalen zweiten oder optionalen dritten Verfahrensschritt erhaltene erfindungsgemäße Organopolysiloxangel unter Verwendung von standardmäßigen hochscherenden Mischtechniken bis zu einer cremigen Konsistenz homogenisiert. Hierfür geeignete Technologien sind oben genannt. Wenn im optionalen dritten Verfahrensschritt eine zusätzliche Menge Verdünnungsmittel zugegeben worden ist, so wird dieses im vierten Verfahrensschritt homogen im Gel verteilt. Das Gel quillt und verändert seine Weichheit.

**[0062]** Unter „cremig“ in Bezug auf das Gel ist zu verstehen, dass das Ausgangsgel bis zu einer cremigen Konsistenz geschert worden ist. Das resultierende cremige Gel kann je nachdem gießbar oder verhältnismäßig

steif sein. Durch das Attribut „cremig“ unterscheiden sich diese gescherten Gele, die transparent oder opak sein können, von den unmittelbar durch Gelierung der reaktiven Bestandteile hergestellten Gelen.

**[0063]** Unter „lagerstabil“ im Rahmen dieser Erfindung ist zu verstehen, dass sich die gebildeten Organopolysiloxangele innerhalb von 3 Monaten Lagerung bei Raumtemperatur, besonders bevorzugt innerhalb von 6 Monaten Lagerung bei Raumtemperatur nicht in zwei oder mehr Phasen entmischen und sich die Weichheit des Gels in diesem Zeitraum nicht wesentlich ändert.

**[0064]** Beim Einmischen von polaren oder hydrophilen Lösungsmitteln, wie Wasser oder Glycerin, in die erfindungsgemäßen, hydrophil modifizierten Gele wird das Lösemittel zunächst unter Ausbildung einer einphasigen, homogenen Mischung ins Gel aufgenommen und es werden bei Verwendung von Glycerin feste Cremes bzw. bei Verwendung von Wasser gallertartige Massen erhalten. Wird eine bestimmte Menge des polaren oder hydrophilen Lösungsmittels überschritten, so wird ein Zwei-Phasen-Gemisch aus einer weißen Creme und einer klaren Flüssigkeit erhalten, d. h. ab einer bestimmten Menge des polaren oder hydrophilen Lösungsmittels ist das Gel „gesättigt“ und nimmt keine weitere Menge des entsprechenden polaren oder hydrophilen Lösungsmittels mehr auf. Hierin unterscheiden sich die erfindungsgemäßen Gele von Emulsionen, die verdünnungsstabil sind, d. h. es können beliebige Mengen Verdünnungsmittel zugegeben werden und es entsteht eine niederviskose „Milch“. Die erfindungsgemäßen Gele unterscheiden sich daher auch von sogenannten „selbstemulgierenden Elastomergelen“.

**[0065]** Ein wesentlicher Vorteil der erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele ist ihre verbesserte Kompatibilität mit polaren oder hydrophilen organischen Substanzen, beispielsweise Glycerin, und sogar Wasser. Diese wichtigen Kosmetikinhaltsstoffe sind mit herkömmlichen Organopolysiloxangelen nicht, oder nur in sehr geringen Mengen mischbar. Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele sind in der Lage, äußerst polare Stoffe wie Wasser oder Glycerin unter Beibehalt der viskosen Gelstruktur und Ausbildung einer einphasigen, homogenen Mischung aufzunehmen. Durch ihre verbesserte Kompatibilität mit polaren und hydrophilen organischen Substanzen und sogar Wasser, zeigen die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele auch in wasser- oder alkoholbasierten Formulierungen einen verdickenden Effekt und verleihen solchen Formulierungen ein bevorzugtes seidiges Hautgefühl.

**[0066]** Gegenstand der Erfindung sind daher einphasige, homogene Mischungen enthaltend  
 (a) erfindungsgemäße Polyetherreste aufweisende Organopolysiloxangele und  
 (b) polare oder hydrophile Lösungsmittel.

**[0067]** Beispiele für polare oder hydrophile Lösungsmittel sind Wasser, Glycerin, Ethylenglycol, Diethylenglycol, Propylenglycol und deren Gemische, wobei Wasser und Glycerin besonders bevorzugt sind.

**[0068]** Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele können Wasser in Mengen von vorzugsweise mindestens 5 Gew.-%, bevorzugt mindestens 10 Gew.-%, und vorzugsweise höchstens 400 Gew.-%, bevorzugt höchstens 200 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Organopolysiloxangele, aufnehmen. Glycole können sie in Mengen von vorzugsweise mindestens 20 Gew.-%, bevorzugt mindestens 25 Gew.-%, und vorzugsweise höchstens 600 Gew.-%, bevorzugt höchstens 300 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Organopolysiloxangele aufnehmen.

**[0069]** Dem Fachmann ist verständlich, dass das Aufnahmevermögen für Verdünnungsmittel aufgrund der dreidimensionalen Netzwerkstruktur von Organopolysiloxangelen im Allgemeinen beschränkt ist und in Abhängigkeit von der Netzwerkstruktur und -zusammensetzung variieren kann. Ist das Aufnahmevermögen für Verdünnungsmittel überschritten, so ist die Bildung einer Verdünnungsmittelphase neben einer Gelphase zu erkennen. Bei den erfindungsgemäßen Organopolysiloxangelen zeigt sich die allgemeine Tendenz, dass das Aufnahmevermögen von hydrophilen Substanzen bei vergleichbaren Gelformulierungen höher ist, wenn der Substitutionsgrad mit polyoxyalkyliertem, endständig ungesättigtem Alkohol (1b) höher ist. Dies öffnet die Möglichkeit, die Hydrophilie des erfindungsgemäßen Organopolysiloxangels gezielt nach dem Anforderungsprofil der Anwendung anzupassen und zu optimieren.

**[0070]** Dem erfindungsgemäßen Organopolysiloxangel wird vorzugsweise ein Hydrosilylierungskatalysatorgift oder ein SiH-Quencher zugesetzt, wodurch die Nachhärtung, die durch verbleibende vernetzende Hydrosilylierungsreaktionen, die in den Siliconelastomeren auftreten, bewirkt wird, beendet wird. Beispielhaft für Hydrosilylierungskatalysatorgifte oder SiH-Quencher, welche geeignet sind um die Nachhärtung zu beenden, sind schwefelorganische Verbindungen. Weitere geeignete Verbindungen sind in US 6,200,581 genannt. Bevorzugte Hydrosilylierungskatalysatorgifte sind Mercaptoalkylorganopolysiloxanen, besonders bevorzugt sind mer-

captopropylfunktionelle Silsesquisiloxane oder mercaptopropylfunktionelle Polyorganosiloxane, welche vorzugsweise in Mengen von 200 bis 1,0 Mol, bevorzugt 50 bis 1,5 Mol, besonders bevorzugt 20 bis 2,0 Mol, Mercaptogruppen je Mol Platinatome eingesetzt werden. Die Zugabe des Hydrosilylierungskatalysatorgifts oder des SiH-Quenchers kann beliebig in einem oder mehreren der genannten Verfahrensschritte erfolgen.

**[0071]** Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele sind besonders bevorzugt geeignet für kosmetische Anwendungen, und werden daher bevorzugt in kosmetischen Zusammensetzungen eingesetzt. Sie eignen sich aber auch für andere Anwendungen, beispielsweise für medizinische und technische Anwendungen.

**[0072]** Die Organopolysiloxangele haben besonderen Wert in Körperpflegeprodukten. Sie können sanft auf der Haut verteilt werden und können daher alleine verwendet werden oder mit anderen Körperpflegeproduktbestandteilen gemischt werden, um eine Vielzahl von Körperpflegeprodukten zu bilden.

**[0073]** Beispiele von Körperpflegeproduktbestandteilen sind Ester, Wachse, Öle und Fette von tierischem oder pflanzlichem Ursprung, Fettalkohole, Fettsäuren, Alkylester von Fettsäuren, Kohlenwasserstoffe und -wachse, Wasser, organische Lösungsmittel, Parfüme, oberflächenaktive Mittel, öllösliche Vitamine, wasserlösliche Vitamine, öllösliche Arzneimittel, wasserlösliche Arzneimittel, UV-Absorber, aktive pharmazeutische Verbindungen und andere.

**[0074]** Insbesondere sind die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele in Antiperspirantien und Deoperspirantien geeignet, da sie ein trockenes Gefühl zurücklassen und die Haut nicht während der Verdampfung abkühlen. Sie sind gleitfähig und verbessern die Eigenschaften von Hautcremes, Hautpflegelotionen, Moisturizern, Gesichtsbehandlungen wie z. B. Akne- oder Faltenentfernern, Körper- und Gesichtsreinigern, Badeölen, Parfüms, Kölnisch Wasser, Sachets, Sonnenschutzmittel, Preshave- und Aftershave-Lotionen, flüssigen Seifen, Rasierseifen und Rasierschäumen. Sie können in Haarshampoos, Haarkonditionierern, Haarsprays, Mousses, Dauerwellenmittel, Haarentfernungsmittel und Nagelhautabdeckungen verwendet werden, um Glanz und Trockengleiten zu verbessern und Konditioniervorteile bereitzustellen.

**[0075]** In Kosmetika fungieren Sie als Verteilungsmittel für Pigmente in Make-ups, Farbkosmetika, Grundierungen, Rouge, Lippenstiften, Lippenbalsam, Lidstrich, Mascara, Ölentfernern und Farbkosmetikentfernern. Sie sind als Verabreichungssysteme für hierin beispielhaft genannte öllösliche aktive Bestandteile wie z. B. Vitamine, Arzneimittel und UV Absorber geeignet. Wenn sie in Stiften, Gelen, Lotionen, Cremes, Roll-ons eingesetzt werden, verleihen die Elastomere ein trockenes, seidig sanftes Gefühl. Wenn in Kosmetika und anderen Hautpflegeprodukten eingebracht, verleihen die Elastomere einen Mattierungseffekt.

**[0076]** Zusätzlich zeigen die Organopolysiloxangele eine Vielzahl vorteilhafter Eigenschaften wie z. B. Klarheit, Lagerstabilität und Einfachheit der Herstellung. Daher haben sie einen breiten Anwendungsbereich, insbesondere in Antiperspirantien, Deodorantien, Hautpflegeprodukten, in Parfüms als Träger und für die Haarkonditionierung, beispielsweise in Hair-Balm oder Hair-Mask Conditioner.

**[0077]** Die Organopolysiloxangele haben Verwendung über den Körperpflegebereich hinaus, einschließlich deren Verwendung als Füllstoff oder Isolierungsmaterial für elektrische Kabel, Boden- oder Wasserbarrieren für Bodenstabilisierung oder als Ersatz für Epoxymaterialien die in Bauteilen in der elektronischen Industrie verwendet werden. Sie sind ebenfalls als Träger für vernetzte Siliconkautschukteilchen geeignet. In diesen Anwendungen erlauben sie (i) die Einfachheit des Einbringens von Teilchen in solche Silicon- oder organische Phasen, wie Dichtmittel, Farben, Beschichtungen, Fetten, Klebstoffen, Antischaummitteln und Gießharzverbindungen, und (ii) stellen modifizierte rheologische, physikalische oder energieabsorbierende Eigenschaften solcher Phasen, entweder in ihrem reinen oder in ihrem Endzustand, bereit.

**[0078]** Zusätzlich sind die Organopolysiloxangele in der Lage, als Träger für Pharmazeutika, Biozide, Herbizide, Pestizide und andere biologische aktive Substanzen zu wirken.

**[0079]** Weiterhin finden die Zusammensetzungen Anwendung als Additive für nichtgewebte Trägersubstrate auf Cellulosebasis oder nichtgewebte synthetische Trägersubstrate, die in feuchten Reinigungstüchern wie Feuchttüchern, feuchten Papiertüchern und feuchten Handtüchern verwendet werden, die im Allgemeinen für Körperhygiene- und Haushaltsreinigungszwecke vermarktet werden.

**[0080]** Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele können als Träger zur gesteuerten und leicht regulierten Freisetzung einer flüchtigen aktiven organischen Substanz in die freie Atmosphäre verwendet werden, wenn sie mit dieser vermischt werden. Die flüchtige Substanz kann insbesondere ein Parfüm sein oder ein

Insektizid oder ein Stoff, der Insekten abwehrt. In dieser Verwendung finden die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele breite Anwendung, beispielsweise bei der Ausrüstung von Fasern, Textilien und Stoffen aus Baumwolle oder Kunstfasern, Geweben, Tüchern, auch Papiertücher Toilettenpapier oder Wischpapier, wie Servietten oder Küchenrolle, oder Vlies, zur langanhaltenden, kontrollierten Beduftung oder Insektenabwehr. Die Mischung aus dem erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele und der flüchtigen aktiven organischen Substanz kann auch in Waschmaschinen und Wäschetrockner direkt als solche oder als Zusatz zu Waschmitteln und Weichspülern auf Stoffe und Textilien appliziert werden.

**[0081]** Die Verwendung der erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele als Träger zur gesteuerten und leicht regulierten Freisetzung einer flüchtigen aktiven organischen Substanz findet insbesondere Anwendung in den oben genannten kosmetischen Anwendungen, wo sie einen Zusatzeffekt zum dort beschriebenen Effekt bewirken können, indem sie beispielsweise ein Parfüm gesteuert abgeben. Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele können auch in Insektenabwehrpräparaten eingesetzt werden, wo sie ein Insektizid oder ein Stoff, der Insekten abwehrt, abgeben. Solche Produkte können beispielsweise direkt auf die Haut oder auf die Kleidung aufgebracht werden.

**[0082]** In einer weiteren Anwendung können die Mischung aus dem erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele und der flüchtigen aktiven organischen Substanz zur kontrollierten Beduftung oder Insektenabwehr in geschlossenen Räumen, wie zum Beispiel in Wohnräumen, Geschäftsräumen, WCs oder Fahrzeugen wie Busse und Autos, eingesetzt werden.

#### Gelzubereitung, Allgemeine Vorschrift (A und B)

**[0083]** Nach Methode A wird zunächst ein „Basisgel“ hergestellt, welches nach der Gelierung durch Zugabe einer weiteren Menge Verdünnungsmittel verdünnt wird. Methode B unterscheidet sich von Methode A grundsätzlich dadurch, dass von Beginn an die volle Menge Verdünnungsmittel zugegeben wird. Es findet keine nachträgliche Verdünnung des erhaltenen Gels statt. Die Hydrosilylierung wird in einem Schritt H1 oder in zwei aufeinanderfolgenden Schritten H1 und H2 durchgeführt.

#### Vorschrift A:

**[0084]** Ein 2000 ml-Reaktionsgefäß aus Glas wird mit einem Kühler mit aufgesetzter Stickstoffeinleitung, Heizmantel, Ankerrührer und Temperaturregelung ausgestattet. Das Reaktionsgefäß wird vor Beginn der Reaktion 5 min mit Stickstoff gespült. Eine entsprechende Menge Verdünnungsmittel, der(die) Si-H-haltige(n) Vernetzer für Verfahrensschritt H1 und der polyoxyethylierte Allylalkohol werden zugegeben. Anschließend werden 5 ppm Hydrosilylierungskatalysator zugegeben und die Reaktionsmischung wird bei einer Rührgeschwindigkeit von etwa 200 U/min 1 h auf 95°C erhitzt. Nun wird zunächst der optionale Si-H-haltige Vernetzer für Verfahrensschritt H2 und anschließend das ungesättigte Organopolysiloxanharz zugegeben und bis zur vollständigen Lösung des Harzes gerührt. 5 ppm Hydrosilylierungskatalysator werden zugegeben und die Reaktionsmischung wird bei einer Rührgeschwindigkeit von etwa 200 U/min 2,5 Stunden bei 95°C gerührt. Anschließend wird der Heizmantel entfernt und unter reduzierter Rührgeschwindigkeit (ca. 50 U/min) auf Raumtemperatur abgekühlt und Katalysatorgift zugesetzt. Das erhaltene Gel wird unter Schwenken eine Minute mit einem ULTRA-TURRAX® T 50 bei 6000 U/min homogenisiert. Man erhält ein „Basisgel“, welches eine cremige bis feste oder bröckelige Konsistenz haben kann und für die Verwendung in Kosmetikprodukten geeignet ist.

**[0085]** Für die Verdünnung wird die gewünschte Menge Verdünnungsmittel zugegeben und bei 50 U/min mit dem Ankerrührer gerührt, bis das Verdünnungsmittel vollständig vom Gel aufgenommen worden ist (ca. 10 Minuten). Anschließend wird wie erneut unter Schwenken eine Minute mit einem ULTRA-TURRAX® T 50 bei 6000 U/min homogenisiert. Auf diesem Weg erhält man ein lagerstabiles, cremiges, transparentes, transluzentes oder opakes Gel mit sehr glatter Konsistenz, das zur Verwendung in Kosmetikprodukten geeignet ist.

#### Vorschrift B:

**[0086]** Ein 2000 ml-Reaktionsgefäß aus Glas wird mit einem Kühler mit aufgesetzter Stickstoffeinleitung, Heizmantel, Ankerrührer und Temperaturregelung ausgestattet. Das Reaktionsgefäß wird vor Beginn der Reaktion 5 min mit Stickstoff gespült. Das Verdünnungsmittel, der(die) Si-H-haltige(n) Vernetzer für Verfahrensschritt H1 und der polyoxyethylierter Allylalkohol werden zugegeben. Anschließend wird 5 ppm Hydrosilylierungskatalysator zugegeben und die Reaktionsmischung wird bei einer Rührgeschwindigkeit von etwa 200 U/min 1 h auf 95°C erhitzt. Nun wird zunächst der optionale Si-H-haltige Vernetzer für Verfahrensschritt H2 und anschließend das ungesättigte Organopolysiloxanharz zugegeben und bis zur vollständigen Lösung des Harzes ge-

rührt. 5 ppm Hydrosilylierungskatalysator werden zugegeben und die Reaktionsmischung wird bei einer Rührgeschwindigkeit von etwa 200 U/min 2,5 Stunden bei 95°C gerührt. Anschließend wird der Heizmantel entfernt und unter reduzierter Rührgeschwindigkeit (ca. 50 U/min) auf Raumtemperatur abgekühlt und Katalysatorgift zugesetzt. Das erhaltene Gel wird unter Schwenken zwei Minuten mit einem ULTRA-TURRAX® T 50 bei 6000 U/min homogenisiert. Auf diesem Weg erhält man ein lagerstabiles, cremiges, transparentes, transluzentes oder opakes Gel mit sehr glatter Konsistenz, das zur Verwendung in Kosmetikprodukten geeignet ist.

#### Analytische Methoden:

**[0087]** Die Viskositäten der Organopolysiloxangele wurden nach DIN EN ISO 3219 bei Schergeschwindigkeit 1/s und 25°C bestimmt.

**[0088]** Die Viskosität der Organopolysiloxane, wie Si-H-haltigen Vernetzer, Organopolysiloxanharze und Polydimethylsiloxane, wurden nach DIN 53019 im linearen Bereich bei 25°C bestimmt.

**[0089]** Die Jodzahl wurde nach DIN 53241-1 gemäß dem Verfahren nach Wijs bestimmt.

**[0090]** Gelpermeationschromatografie zur Bestimmung des gewichtsmittleren Molekulargewichts  $M_w$  wurde durchgeführt nach ISO 16014-1 und ISO 16014-3.

#### Beispiel 1–8 und Vergleichsbeispiel V1–V9:

**[0091]** Nach den Vorschriften A und B wurde eine Reihe von Gelen hergestellt. Die Eigenschaften der in den Beispielen und Vergleichsbeispielen verwendeten Si-H-funktionellen Vernetzer sind in Tabelle 1 dargestellt. Vernetzer 1 und 2 (Tabelle 1) wurden im Schritt H1 zugegeben, Vernetzer 3 (Tabelle 1) wurde im Schritt H2 zugegeben. Die verwendeten Substanzen, deren Mengen und die Eigenschaften der hergestellten Gele sind in den nachstehenden Tabellen 2 bis 4 wiedergegeben.

TABELLE 1 – EIGENSCHAFTEN DER IN BEISPIEL 1–8 und Vergleichsbeispielen V1–V9

#### VERWENDETEN SI-H-HALTIGEN VERNETZER:

Nr.	Verteilung a:(b + c)	Summe a + b	Viskosität (mm <sup>2</sup> /s bei 25°C)	% H
1	2:1	138	331	0.47
2	9:1	60	58	0.14
3	55:1	134	321	0.026

**[0092]** Beispiele 1–5 sind Beispiele für erfindungsgemäße Gele, bei denen ein Vernetzer mit einem sehr niedrigen Gehalt an Si-H Gruppen in Kombination mit einem weiteren Vernetzer mit höherem Gehalt an Si-H Gruppen verwendet wird. Als Verdünnungsmittel wurde nicht-flüchtiges, lineares Polydimethylsiloxan (5 mm<sup>2</sup>/s bei 25°C) gewählt. Es werden lagerstabile, cremige Gele erhalten, welche für die Verwendung in kosmetischen Formulierungen geeignet sind und signifikante Mengen hydrophiler Flüssigkeit aufnehmen können. Die Vergleichsbeispiele V1 und V2 zeigen Gele im gleichen Verdünnungsmittel, wie es in den Beispielen 1–5 verwendet wurde. Vergleichsbeispiel V1 enthält jedoch ausschließlich einen Vernetzer mit sehr hohem Gehalt an Si-H-Gruppen, wie in EP 1 132 430 A1 offenbart. Vergleichsbeispiel V2 enthält einen Vernetzer mit sehr hohem Gehalt an Si-gebundenen Wasserstoff in Kombination mit 20 Gew.-% eines weniger funktionellen Vernetzers. In beiden Fällen werden weiche Gele erhalten, die nicht lagerstabil sind und sich in zwei Phasen trennen. Vergleichsbeispiel V3 verwendet ausschließlich einen Vernetzer mit einem sehr niedrigen Gehalt an Si-H Gruppen und wurde zudem ohne die erfindungsgemäße Verbindung (1b), also ohne einen polyoxyethylierten, endständig ungesättigten Alkohol, hergestellt. Solche Gele sind in WO 2013/156390 A1 offenbart. Das Gel weist zwar ein sehr seidiges Hautgefühl auf, kann jedoch weder Wasser noch Glycerin aufnehmen, wie die Vergleichsbeispiele V10 (Tabelle 5) und V12 (Tabelle 7) zeigen. Die Vergleichsbeispiele V4 und V5 verwenden analog V3 ausschließlich einen Vernetzer mit einem sehr niedrigen Gehalt an Si-H Gruppen, wurden aber unter Verwendung eines polyoxyethylierten Allylalkohols hergestellt. Es bildet sich ein Gel, welches sich unerwünscht ölig anfühlt und für die Verwendung in kosmetischen Produkten nicht geeignet ist.

TABELLE 2 – ELASTOMERGEL FORMULIERUNGEN:

Beispiel:	V1	V2	1	2	3
Verdünnungsmittel (g)	760	770	760	850	760
ungesättigtes Silikonharz <sup>2</sup> (g)	217	215	167	167	127
Si-H-haltiger Vernetzer (g)	Nr. 1 (0,46 % H)	21,2			
	Nr. 2 (0,14 % H)	5,3	58	58	32,4
	Nr. 3 (0,026 % H)		14,3	14,3	78,6
Polyoxyethylierter Allylalkohol (g) <sup>3</sup>	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Platingift (g)	6,9	6,9	6,9	6,9	6,9
Katalysator (Gew. -ppm)	5 + 5	5 + 5	5 + 5	5 + 5	5 + 5
Ansatzgröße (g)	1000	1013,4	1001	1001	1000
Mol Vinyl / Mol Si-H	1,43	1,39	1,40	1,40	1,43
Viskosität (mPa*s bei 25°C)	77700	76600	155000	93000	164000

TABELLE 2 (Fortsetzung) :

Beispiel:		V1	V2	1	2	3
Eigenschaften		cremig, weich	cremig, weich	cremig, stand- fest	cremig, stand- fest	cremig, stand- fest
Aussehen		trans- luzent	trans- parent	trans- parent	trans- parent	trans- parent
Lagerstabil		nein	nein	ja	ja	ja
Gew.-% Gehalt polyoxyethylierter Allylkohol <sup>6</sup>		0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Gew.-% Elastomer im „Basisgel“ (bei Methode A)		-	-	-	24	-
Gew.-% Elastomer im fertigen Gel		24	24	24	22	24
Verwendete Vorschrift		B	B	B	A	B

<sup>1</sup>WACKER-BELSIL® DM 5 zu beziehen bei Wacker Chemie AG; Viskosität bei 25°C;

<sup>2</sup>Verhältnis  $M / M^{Vi} / Q = 7,6 / 1 / 11,4$ ,  $M_n = 2570$ ,  $M_w = 5440$ , Jodzahl = 18;

<sup>3</sup>Polyglycol A 500:  $n = \text{ca. } 10$ ; zu beziehen bei Clariant

<sup>4</sup>Polysiloxan mit 3-Mercaptopropylgruppen; Viskosität 190 mm<sup>2</sup>/s bei 25 °C, Mercaptangehalt 0,29 Gew.-%;

<sup>5</sup>WACKER® CATALYST OL zu beziehen bei Wacker Chemie AG;

<sup>6</sup>Bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels;



TABELLE 3 – ELASTOMER GEL FORMULIERUNGEN:

Beispiel:		4	5	V3	V4	V5
Verdünnungsmittel (g)	Polydimethylsiloxan (5 mm <sup>2</sup> /s) <sup>1</sup>	759	1100	940	760	960
ungesättigtes Silikonharz <sup>2</sup> (g)		107	107	63	79	79
Si-H-haltiger Vernetzer (g)	Nr. 1 (0,46 % H)					
	Nr. 2 (0,14 % H)	20	20			
	Nr. 3 (0,026 % H)	113	113	117	159,2	159,2
Polyoxyethylierter Allylalkohol (g) <sup>3</sup>		1,5	1,5		1,5	1,5
Platingift (g)	Mercaptoöl <sup>4</sup>	6,9	6,9	3,23	6,9	6,9
Katalysator (Gew.-%ppm)	Platin-Komplex <sup>5</sup>	5 + 5	5 + 5	5	5 + 5	5 + 5
Ansatzgröße (g)		1000	1341	1120	1000	1200
Mol Vinyl / Mol Si-H		1,42	1,42	1,59	1,47	1,47
Viskosität (mPa*s bei 25°C)		350000	106000	105000	160000	99300

**TABELLE 3 (Fortsetzung) :**

Beispiel:			4	5	V3	V4	V5
Eigenschaften			cremig, stand- fest	cremig, stand- fest	cremig, stand- fest	ölig, stand- fest	ölig, stand- fest
Aussehen			trans- parent	trans- parent	transpa- rent	trans- parent	trans- parent
Lagerstabil			ja	Ja	ja	ja	ja
Gew.-% Gehalt polyoxyethylierter Allylalkohol <sup>6</sup>			0,15	0,11	0	0,15	0,13
Gew.-% Elastomer im „Basisgel“ (bei Methode A)			-	24	24	-	24
Gew.-% Elastomer im fertigen Gel			24	18	16	24	20
Verwendete Vorschrift			B	A	A	B	A

<sup>1</sup>WACKER-BELSIL® DM 5 zu beziehen bei Wacker Chemie AG; Viskosität bei 25°C;

<sup>2</sup>Verhältnis  $M / M^{Vi} / Q = 7,6 / 1 / 11,4$ ,  $M_n = 2570$ ,  $M_w = 5440$ , Jodzahl = 18;

<sup>3</sup>Polyglycol A 500:  $n = \text{ca. } 10$ ; zu beziehen bei Clariant

<sup>4</sup>Polysiloxan mit 3-Mercaptopropylgruppen; Viskosität 190 mm<sup>2</sup>/s bei 25 °C, Mercaptangehalt 0,29 Gew.-%;

<sup>5</sup>WACKER® CATALYST OL zu beziehen bei Wacker Chemie AG;

<sup>6</sup>Bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels;

**[0093]** Beispiele 6–8 sind Beispiele für Gele, bei denen ein Vernetzer mit einem sehr niedrigen Gehalt an Si-H Gruppen in Kombination mit einem weiteren Vernetzer mit höherem Gehalt an Si-H Gruppen verwendet wird. Als Verdünnungsmittel wurde flüchtiges, lineares Polydimethylsiloxan (2 mm<sup>2</sup>/s bei 25°C) gewählt. Es werden lagerstabile, cremige Gele erhalten, welche für die Verwendung in kosmetischen Formulierungen geeignet sind und signifikante Mengen hydrophiler Flüssigkeit aufnehmen können. Die Vergleichsbeispiele V6 und V7 zeigen Gele im gleichen Verdünnungsmittel, wie es in den Beispielen 6–8 verwendet wurde. Vergleichsbeispiel V6

enthält jedoch ausschließlich einen Vernetzer mit sehr hohem Gehalt an Si-H-Gruppen, wie in EP 1 132 430 A1 offenbart. Vergleichsbeispiel V7 enthält einen Vernetzer mit sehr hohem Gehalt an Si-gebundenen Wasserstoff in Kombination mit 20 Gew.-% eines weniger funktionellen Vernetzers. In beiden Fällen wird ein niederviskoses, fließendes Gel mit öligem Gefühl erhalten, welches für die beschriebenen Anwendungen nicht geeignet ist. Beide Gele sind nicht lagerstabil und trennen sich in zwei Phasen. Vergleichsbeispiel V8 wurde ausschließlich mit einem Vernetzer mit einem sehr niedrigen Gehalt an Si-H Gruppen und zudem ohne die erfindungsgemäße Verbindung (1b), also ohne einen polyoxyethylierten, endständig ungesättigten Alkohol, hergestellt. Solche Gele sind in WO 2013/156390 A1 offenbart. Das Gel ist cremig, lagerstabil und transparent und weist ein sehr seidiges Hautgefühl auf, kann jedoch weder Wasser noch Glycerin aufnehmen, wie die Vergleichsbeispiele V11 (Tabelle 6) und V13 (Tabelle 8) zeigen. Vergleichsbeispiel V9 wurde analog V8 ausschließlich mit einem Vernetzer mit einem sehr niedrigen Gehalt an Si-H Gruppen, aber unter Verwendung eines polyoxyethylierten Allylalkohols hergestellt. Es bildet sich ein Gel, welches sich ausgesprochen ölig anfühlt und für die Verwendung in kosmetischen Produkten nicht geeignet ist.

**TABELLE 4 - ELASTOMERGEL FORMULIERUNGEN:**

Beispiel:	V6	V7	6	7	8	V8	V9
Verdünnungsmittel l (g)	760	770	760	760	1100	940	760
ungesättigtes Silikonharz <sup>2</sup> (g)	217	215	167	127	127	63	79
Si-H-haltiger Vernetzer (g)	22	21,2					
	Nr. 1 (0,46 % H)						
	Nr. 2 (0,14 % H)	5,3	58	32,4	32,4		
	Nr. 4 (0,026 % H)		14,3	78,6	78,6	117	159,2
Polyoxy- ethylierter Allylalkohol (g) <sup>3</sup>	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25	-	2,25
Platingift (g)	6,9	6,9	6,9	6,9	6,9	3,23	6,9
Katalysator (Gew. -ppm)	5 + 5	5 + 5	5 + 5	5 + 5	5 + 5	5	5 + 5
Ansatzgröße (g)	1000	1013,4	1001	1000	1000	1120	1000
Mol Vinyl / Mol Si-H	1,43	1,39	1,40	1,43	1,43	1,59	1,47
Viskosität (mPa*s bei 25°C)	50000	23000	70000	215000	89000	86000	90000

**TABELLE 4 (Fortsetzung) :**

Beispiel:	V6	V7	6	7	8	V8	V9
Eigenschaften	cremig, weich	cremig, weich	cremig, stand- fest	cremig, stand- fest	cremig, stand- fest	cremig, stand- fest	ölig, stand- fest
Aussehen	trans- luzent	trans- parent	trans- parent	trans- parent	trans- parent	transpa- rent	trans- parent
Lagerstabil	nein	nein	ja	ja	ja	ja	ja
Gew.-% Gehalt polyoxyethyliert er Allylalkohol <sup>6</sup>	0,23	0,22	0,23	0,23	0,23	0	0,23
Gew.-% Elastomer im „Basisgel“ (bei Methode A)	-	-	-	-	24	24	-
Gew.-% Elastomer im fertigen Gel	24	24	24	24	18	16	24
Verwendete Vorschrift	B	B	B	B	A	A	B

<sup>1</sup>PSF-2cSt Pure Silicone Fluid Dodecamethylpentasiloxane zu beziehen bei CLEARCO PRODUCTS CO.  
INC., U.S.A.; Viskosität bei 25°C;

<sup>2</sup>Verhältnis  $M / M^{Vi} / Q = 7,6 / 1 / 11,4$ ,  $M_n = 2570$ ,  $M_w = 5440$ , Jodzahl = 18;

<sup>3</sup>Polyglycol A 500:  $n = \text{ca. } 10$ ; zu beziehen bei Clariant

<sup>4</sup>Polysiloxan mit 3-Mercaptopropylgruppen; Viskosität 190 mm<sup>2</sup>/s bei 25 °C, Mercaptangehalt 0,29 Gew.-%;

<sup>5</sup>WACKER® CATALYST OL zu beziehen bei Wacker Chemie AG;

<sup>6</sup>Bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels;

## Beispiele 12–16 und Vergleichsbeispiel V10–V11: Wasserhaltige Mischungen

**[0094]** Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele gemäß den Beispielen 1, 3, 4, 6 und 7, sowie die Gele aus den Vergleichsbeispielen V3 und V8 wurden zur Herstellung von wasserhaltigen Mischungen eingesetzt. Hierfür wurden die Gele mit variablen Mengen Wasser versetzt. Das Wasser wurde mit einem Ultra-Turrax®-Mischer bei 1000 U/min und Raumtemperatur portionsweise in das Gel eingeschert. Die Zusammensetzungen und Ergebnisse sind in den Tabellen 5 und 6 aufgeführt. Die Beispiele 12 bis 16 zeigen homogene, stabile, cremige, weiße Mischungen aus erfindungsgemäßen Organopolysiloxangel und Wasser. Die cremigen Organopolysiloxangele aus den Vergleichsbeispielen V3 und V8 wurden ohne die erfindungsgemäße Verbindung (1b), also ohne Verwendung eines polyoxyethylierten Allylalkohols hergestellt. Sie nehmen kein Wasser auf und trennen sich in 2 Phasen, eine klare Wasserphase und eine klare Gelphase (Vergleichsbeispiele V10 und V11).

**TABELLE 5 – Wässrige Mischungen:**

Beispiel:	12	13	14	V10
Gel aus Beispiel	1	3	4	V3
Wasser Gew.-% <sup>1</sup>	11	11	11	11
Gesamtmasse (g)	100	100	100	100
Mischung gebildet	ja	Ja	ja	nein
Viskosität (mPa*s bei 25°C)	172000	165000	350000	-
Aussehen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	2-phasig, Gelphase und Wasserphase klar

<sup>1</sup> Gew.-% Wasser bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels.

**TABELLE 6 – Wässrige Mischungen:**

Beispiel:	15	16	V11
Gel aus Beispiel	6	7	V8
Wasser Gew.-% <sup>1</sup>	25	18	10
Gesamtmasse (g)	100	100	100
Mischung gebildet	ja	ja	nein
Viskosität (mPa*s bei 25°C)	86000	229000	-
Aussehen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	2-phasig, Gelphase und Wasserphase klar

<sup>1</sup> Gew.-% Wasser bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels.

Beispiele 17–20 und Vergleichsbeispiele V12 und V13: Glycerin-haltige Mischungen

**[0095]** Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele gemäß den Beispielen 1, 3, 4 und 7 und die Gele aus den Vergleichsbeispielen V3 und V8 wurden zur Herstellung von Glycerin-haltigen Mischungen eingesetzt. Hierfür wurden die Gele mit variablen Mengen Glycerin versetzt. Das Glycerin wurde mit einem Ultra-Turrax®-Mischer bei 1000 U/min und Raumtemperatur portionsweise in das Gel eingeschert. Die Zusammensetzungen

und Ergebnisse sind in den Tabellen 7 und 8 aufgeführt. Die Beispiele 17–20 zeigen 1-phasige, homogene, stabile, cremige, weiße Mischungen aus erfindungsgemäßen Organopolysiloxangel und Glycerin. Vergleichsbeispiele V3 und V8 sind cremige Organopolysiloxangele, welche ohne die erfindungsgemäße Verbindung (1b), also ohne Verwendung eines polyoxyethylierten Allylalkohols hergestellt worden sind. Sie mischen sich nicht mit Glycerin und trennen sich in 2 klare Phasen (Vergleichsbeispiele V12 und V13).

**TABELLE 7 – Mischungen mit Glycerin:**

Beispiel:	17	18	19	V12
Gel aus Beispiel	1	3	4	V3
Glycerin Gew.-% <sup>1</sup>	43	43	25	20
Gesamtmasse (g)	100	100	100	100
Mischung gebildet	ja	Ja	ja	nein
Viskosität (mPa*s bei 25°C)	177000	173000	139000	-
Aussehen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	2-phasig

<sup>1</sup> Gew.-% Glycerin bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels.

**TABELLE 8 – Mischungen mit Glycerin:**

Beispiel:	20	V13
Gel aus Beispiel	7	V8
Glycerin Gew.-% <sup>1</sup>	25	20
Gesamtmasse (g)	100	100
Mischung gebildet	ja	nein
Viskosität (mPa*s bei 25°C)	270000	-
Aussehen	cremig, weiß, 1-phasig, homogen	2-phasig

<sup>1</sup> Gew.-% Glycerin bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels.



**[0096]** Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele eignen sich hervorragend für die Herstellung unterschiedlicher Kosmetikprodukte:

Beispiel 21: Hair-Mask-Conditioner

**[0097]** Ein Hair-Mask-Conditioner wurde unter Verwendung von Beispiel 3 nach folgendem Verfahren hergestellt (unter Teile sind im Folgenden Gewichtsteile zu verstehen):

Wasser wird vorgelegt und unter Rühren 1,5 Teile Hydroxyethylcellulose zugegeben. Anschließend wird 1 Teil PEG-40 Hydrogenated Castor Oil gelöst und 2 Teile Beispiel 3 zugegeben. Diese Mischung wird auf 75°C aufgeheizt. Während des Aufheizens werden 1,5 Teile Cetyl Alcohol, 3 Teile Stearyl Alcohol, 1 Teil Stearamidopropyl Dimethylamine, 3 Teile Behentrimonium Chloride, 2 Teile Glycerin und 1 Teil Simmondsia Chinensis (Jojoba) Seed Oil zugegeben. Die Mischung wird gerührt bis 75°C erreicht sind und die Inhaltsstoffe gelöst vorliegen. Dann wird die Mischung abgekühlt. Bei 40°C werden 0,2 Teile Citric Acid, 1 Teil Ethylhexyl Methoxycinnamate, 0,1 Teil Vitis Vinifera (Grape) Seed Oil und 0,1 Teil Panthenol zugegeben. Anschließend wird die Mischung mit 0,1 Teil Methylchloroisothiazolinone, Methylisothiazolinone konserviert. Die Formulierung wird 5 Minuten unter Rühren homogenisiert.

TABELLE 9 – Bestandteile Hair-Mask-Conditioner

Phase	Handelsname	INCI-Name	Teile
A	Cremophor RH 40 <sup>1)</sup>	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil	1,00
A	Beispiel 3		2,00
A	Natrosol 250 HHR <sup>2)</sup>	Hydroxyethylcellulose	1,50
A	Wasser	Aqua (DI Water)	82,50
B	Cetylalkohol <sup>3)</sup>	Cetyl Alcohol	1,50
B	Genamin KDMP <sup>4)</sup>	Behentrimonium Chloride	3,00
B	Glycerin <sup>5)</sup>	Glycerin	2,00
B	Incromine® SD-PA-(MH) <sup>6)</sup>	Stearamidopropyl Dimethylamine	1,00
B	Jojoba Oil Colorless <sup>7)</sup>	Simmondsia Chinensis (Jojoba) Seed Oil	1,00
B	Stearylalkohol <sup>8)</sup>	Stearyl Alcohol	3,00
C	Zitronensäure <sup>9)</sup>	Citric Acid	0,20
C	Escalol 557 <sup>10)</sup>	Ethylhexyl Methoxycinnamate	1,00
C	Grape Seed Oil <sup>11)</sup>	Vitis Vinifera (Grape) Seed Oil	0,10
C	Panthenol <sup>12)</sup>	Panthenol	0,10
D	Kathon CG <sup>13)</sup>	Methylchloroisothiazolinone, Methylisothiazolinone	0,10

**[0098]** Die Rohstoffe sind unter folgenden Herstellern erhältlich:

<sup>1)</sup>BASF AG

<sup>2)</sup>Ashland Inc.

<sup>3)</sup>Merck KGaA

<sup>4)</sup>Clariant GmbH

<sup>5)</sup>Bernd Kraft GmbH

<sup>6)</sup>Croda GmbH

<sup>7)</sup>Desert Whale Jojoba Co., Inc.

<sup>8)</sup>Merck-Schuchardt

<sup>9)</sup>Sigma

<sup>10)</sup>Ashland Inc.

<sup>11)</sup>Henry Lamotte GmbH

<sup>12)</sup>BASF AG

<sup>13)</sup>Rohm and Haas Company, Inc.

## Beispiel 22: Hair-Balm

**[0099]** Ein Hair-Balm wurde unter Verwendung von Beispiel 3 nach folgendem Verfahren hergestellt: Es werden 0,6 Teile Aminomethyl Propanol vorgelegt und 10 Teile BELSIL® P 1101 zugefügt. Unter Rühren werden 27,5 Teile Wasser und 0,4 Teile PEG-40 Hydrogenated Castor Oil zugegeben. Anschließend werden 2 Teile Beispiel 3 zugegeben. In einem zweiten Gefäß werden 11 Teile Wasser vorgelegt und 0,1 Teil Disodium EDTA unter Rühren gelöst. Dann werden 3 Teile Glycerin und 0,5 Farnesol, Linalool zugegeben. Diese Mischung wird unter Rühren zur Mischung im ersten Gefäß gegeben. In einem dritten Gefäß werden 43,8 Teile Wasser vorgelegt und 0,7 Teile Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer gelöst. Dann werden 0,1 Teil Methylchloroisothiazolinone, Methylisothiazolinone und 0,3 Teile Parfum zugegeben. Diese Mischung wird unter Rühren in das erste Gefäß gegeben.

TABELLE 10 – Bestandteile Hair-Balm

Phase	Handelsname	INCI-name	Teile
A	AMP-95 <sup>1)</sup>	Aminomethyl Propanol	0,62
A	BELSIL® P 1101	Alcohol, Crotonic Acid/Vinyl C8-12 Isoalkyl Esters/VA/Bis-Vinyldimethicone Crosspolymer	10,00
B	Cremophor RH 40 <sup>2)</sup>	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil	0,40
B	Beispiel 3		2,00
B	Wasser	Aqua (DI Water)	27,50
C	Glycerin <sup>3)</sup>	Glycerin	3,00
C	Unistab S-69 <sup>4)</sup>	Farnesol, Linalool	0,50
C	Versene NA <sup>5)</sup>	Disodium EDTA	0,10
C	Wasser	Aqua (DI Water)	11,00
D	Carbopol Ultrez 21 <sup>6)</sup>	Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer	0,70
D	Kathon CG <sup>7)</sup>	Methylchloroisothiazolinone, Methylisothiazolinone	0,05
D	Parfum	Parfum	0,30
D	Wasser	Aqua (DI Water)	43,83

**[0100]** Die Rohstoffe sind unter folgenden Herstellern erhältlich:

<sup>1)</sup>Angus Chemical Company

<sup>2)</sup>BASF AG

<sup>3)</sup>Bernd Kraft GmbH

<sup>4)</sup>Induchem AG

<sup>5)</sup>Dow Chemical USA

<sup>6)</sup>BF Goodrich Performance Materials

<sup>7)</sup>Rohm and Haas Company, Inc.

## Beispiel 23: Nourishing Night Cream

**[0101]** Eine Nourishing Night Cream wurde unter Verwendung von Beispiel 3 nach folgendem Verfahren hergestellt:

Phase A und B wurden separat eingewogen und auf 75°C erhitzt. Phase A wurde zu Phase B gegeben und mit einem Ultra Turrax T 25 basic 10 Minuten bei 15000 Umdrehungen pro Minute homogenisiert. Die Emulsion wurde unter Rühren mit einem Magnetrührer bei 350 UpM auf Raumtemperatur gebracht. Dabei wurden nach dem Unterschreiten einer Temperatur von 40°C die Stoffe der Phase C zugegeben und eingerührt. Als letzte Komponente wurde Beispiel 3 zunächst mit einer Spatel in die Emulsion gerührt. Danach wird die Mischung erneut mit dem Ultra Turrax homogenisiert, 3 Minuten bei 11000 Umdrehungen pro Minute.

Tabelle 11 – Bestandteile Nourishing Night Cream

Phase	INCI	Handelsname (Hersteller/Lieferant)	Teile
A	Glycerin	Glycerin 100% wasserfrei (Merck KGaA)	5,00
A	Aqua (DI Water)	Wasser	52,42
A	Sodium Chloride	Natriumchlorid (Merck KGaA)	1,00
B	Diethylhexyl Carbonate	Tegosoft DEC (Evonik Goldschmidt GmbH)	6,00
B	Argania Spinosa Kernel Oil	Arganoil (Henry Lamotte GmbH)	1,00
B	Isopropyl Myristate	Isopropylmyristat (Merck-Schuchardt)	7,00
B	C12-15 Alkyl Benzoate	Tegosoft TN (Goldschmidt Chemical Corporation)	1,00
B	Coco-Caprylate	Cetiol C5 (Cognis Deutschland GmbH)	6,00
B	Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate	Dehymuls PGPH (Cognis Corporation)	6,00
B	Vitis Vinifera (Grape) Seed Oil	Grape Seed Oil (A & E Connock Perfumery & Cosmetics)	3,00
B	Aloe Barbadensis Leaf Juice	TN001 Aloe Vera Powder (Terry Laboratories, Inc.)	0,03
B	Magnesium Stearate	Magnesiumstearat (Riedel de Haen)	2,00
B	Cera Alba	Bienenwachs (Fluka Chemie AG)	3,00
C	Parfum	Parfum 671 217 C Amor Girl (Fragrance Resources)	0,25
C	Phenoxyethanol, Methylparaben, Butylparaben, Ethylparaben, Propylparaben, Isobutylparaben	Euxyl K 300 (Schülke & Mayr)	0,30
D		Beispiel 3	6,00

Beispiel 24: Satin Liquid Foundation SPF 10

**[0102]** Eine Satin Liquid Foundation SPE 10 wurde unter Verwendung von Beispiel 3 nach folgendem Verfahren hergestellt:

Die Öle der Phase A werden eingewogen und verrührt. Das Harz wird mit einem Magnetrührer bei 350 UpM eingerührt bis es sich gelöst hat. Die Stoffe der Phase B werden zu Phase A gewogen und unter Rühren auf 75°C aufgeheizt. Die Wasserphase D wird unter Rühren auf 75°C geheizt. Die Pigmente und Komponenten der Phase C werden mit einem Spatel vermischt und dann unter Rühren zu Phase D gegeben. Die Mischung wird auf 75°C gehalten. In einem großen Becherglas wird die Phase C + D mit der Phase A + B bei 75°C mit einem Ultra Turrax T 25 basic 10 Minuten bei 15000 Umdrehungen pro Minute homogenisiert. Dabei wird auf die homogene Verteilung der Pigmente geachtet. Die Emulsion wurde unter Rühren mit einem Magnetrührer bei 350 UpM auf Raumtemperatur gebracht. Dabei wurden nach dem Unterschreiten einer Temperatur von

40°C die Stoffe der Phase E zugegeben und eingerührt. Als letzte Komponente wurde Beispiel 3 zunächst mit einer Spatel in die Emulsion gerührt. Danach wird die Mischung erneut mit dem Ultra Turrax homogenisiert, 3 Minuten bei 11000 Umdrehungen pro Minute.

TABELLE 12 – Bestandteile Satin Liquid Foundation SPF 10

Phase	INCI	Handelsname (Hersteller/Lieferant)	Teile
A	PPG-2 Myristyl Ether Propionate	Crodamol PMP (Croda GmbH)	0,80
A	Ethylhexyl Salicylate	Eusolex OS (Merck KGaA)	4,80
A	Trimethylsiloxysilicate	BELSIL® TMS 803 (Wacker Chemie AG)	1,90
A	Caprylic/Capric Triglyceride	Miglyol 812 N (Sasol Germany GmbH)	1,90
A	Isopropyl Myristate	Isopropylmyristat (Merck-Schuchardt)	5,00
A	Octyldodecyl Neopentanoate	Elefac I-205 (Alzo International Inc.)	1,00
B	C26-28 Alkyl Dimethicone	BELSIL® CDM 3526 VP (Wacker Chemie AG).	1,90
B	Glyceryl Stearate SE	Tegin (Evonik Goldschmidt GmbH)	1,90
B	Butyl Methoxydibenzoylmethane	Eusolex 9020 (Merck KGaA)	1,90
B	Sorbitan Trioleate	Span 85 (Uniqema)	1,90
C	CI 77891	Unipure White LC 981 (LCW)	3,91
C	CI 77492	Unipure Yellow LC 181 (LCW)	0,51
C	Aluminum Starch Octenylsuccinate	Covafluid AMD (LCW)	0,90
C	Titanium Dioxide, Alumina, Sime- thicone	Eusolex T 2000 (Merck KGaA)	2,90
C	Magnesium Aluminum Silicate	Magnabrite 5 (AMCOL Health & Beauty Solu- tion)	0,46
C	CI 77499	Unipure Black LC 989 (LCW)	0,03
C	CI 77491+CI 77492+CI 77499	Unipure Brown LC 887 (LCW)	0,11
C	CI 77491	Unipure Red LC 383 (LCW)	0,17
C	Boron Nitride	Très BN PUHP1109 (Saint-Gobain Advanced Cera- mics Boron)	0,10
C	Talc	Luzenac Pharma UM (Luzenac Europe SAS)	1,90
D	Aqua (DI Water)	Water	48,76

D	Butylene Glycol	1,3 Butandiol	2,90
D	Glycerin	Glycerin 100% waterless (Merck KGaA)	2,90
D	Polysorbate 60	Tween 60. (Merck KGaA)	1,90
D	Tetrasodium EDTA	EDETA B Pulver (BASF Corporation)	0,30
D	Xanthan Gum	Keltrol SF (CP Kelco)	0,50
E	Tocopheryl Acetate	Copherol 1250 (Cognis Corporation)	0,30
E	Parfum	Parfum SCE 243993 Pitanga (Scentec)	0,25
E	Phenoxyethanol, Methylparaben, Butylparaben, Ethylparaben, Propylparaben, Isobutylparaben	Euxyl K 300 (Schülke & Mayr)	0,50
F		Beispiel 3	7,70

Beispiel 25: Anhydrous Sun Gel SPF 20

**[0103]** Eine Anhydrous Sun Gel SPF 20 Formulierung wurde unter Verwendung von Beispiel 3 nach folgendem Verfahren hergestellt:

Phase A wird mit einem Magnetrührer 10 Minuten bei 350 UpM gerührt und auf 75°C erhitzt bis alle Komponenten geschmolzen sind. Die Phase B wird mit Phase A unter Rühren mit einem Dissolver bei 2000 Umdrehungen pro Minute für 15 Minuten homogenisiert. Die Formulierung wurde unter Rühren mit dem Dissolver auf Raumtemperatur abgekühlt. Dabei wurden nach dem Unterschreiten einer Temperatur von 40°C die Stoffe der Phase C zugegeben und und bei 1000 Umdrehungen pro Minute eingerührt.

TABELLE 13 – Bestandteile Anhydrous Sun Gel SPF 20

Phase	INCI	Handelsname (Hersteller/Lieferant)	Teile
A	Caprylyl Methicone	Silcare Silicone 41M15 (Clariant GmbH)	0,30
A	Ethylhexyl Salicylate	Eusolex OS (Merck KGaA)	5,00
A	Polymethylsilsesquioxane	BELSIL® PMS MK Powder (Wacker Chemie AG)	0,70
A	Diisobutyl Adipate	Crodamol Diba (Croda GmbH)	0,70
A	Octocrylene	Eusolex OCR (Merck KGaA)	3,00
A	Sorbitan Olivat	Oliver 900 (Quantiq)	16,00
A	Butyl Methoxydibenzoylmethane	Eusolex 9020 (Merck KGaA)	1,50
A	Trimethylsiloxysilicate	BELSIL® TMS 803 (Wacker Chemie AG)	4,00
A	Ethylhexyl Methoxycinnamate	Escalol 557 (Ashland Inc.)	7,50

B	Silica Dimethyl Silylate	HDK® H15 (Wacker Chemie AG)	1,30
C	Cyclopentasiloxane	Cyclopentasiloxane (Wacker Chemie AG)	6,30
C		Beispiel 3	26,00
C	Disiloxane	BELSIL® DM 0.65 (Wacker Chemie AG)	4,80
C	Parfum	Delight 71 028 (Fragrance Resources)	0,20
C		Beispiel 3	22,70

Beispiel 26: Tropical Summer Butter

**[0104]** Eine Tropical Summer Butter wurde unter Verwendung von Beispiel 3 nach folgendem Verfahren hergestellt:

Zur Herstellung von Phase A wurden Wasser und Propandiol in einem großen Becherglas gemischt. Danach wurde langsam unter Rühren mit einem Magnetrührer Xanthan Gum zugegeben und auf 80–85°C geheizt. Die Bestandteile der Phase B wurden in einem Becherglas mit einem Magnetrührer gemischt und auf 80–85°C geheizt. Die Phase B wurde langsam zur Phase A gegeben und mit einem Ultra Turrax T 25 basic bei 13000 UpM 10 Minuten homogenisiert. Die Formulierung wurde unter langsamem Rühren mit einem Magnetrührer bei 350 UpM auf Raumtemperatur abgekühlt. Dabei wurden nach dem Unterschreiten einer Temperatur von 40°C die Stoffe der Phase C nacheinander zugegeben. Beispiel 3 wurde als letzte Komponente zugegeben. Danach wurde 3 Minuten mit einem Ultra Turrax T 25 basic bei 11000 UpM homogenisiert.

TABELLE 14 – Bestandteile Tropical Summer Butter

Phase	INCI	Handelsname (Hersteller/Lieferant)	Teile
A	Aqua (DI Water)	Wasser	51,35
A	Xanthan Gum	Keltrol CG-SFT (CP Kelco)	0,20
A	Propylene, Glycol	Propandiol 1.2 (BASF Corporation)	3,00
B	Butyrospermum Parkii (Shea Butter)	Cetiol SB 45 (Cognis Corporation)	3,50
B	Olea Europaea (Olive) Fruit Oil	Olivenöl (Henry Lamotte GmbH)	5,00
B	Persea Gratissima (Avocado) Oil	Avocadoöl (Henry Lamotte GmbH)	4,00
B	PPG-15 Stearyl Ether	Cetiol E (BASF Corporation)	2,50
B	Cetyl Alcohol	Cetylalkohol (Merck KGaA)	3,50
B	Ozokerite	Ozokerit	1,00
B	Steareth-2	Eumulgin S2 (BASF Corporation)	3,00
B	C26-28 Alkyl Methicone	BELSIL® CM 7026 VP (Wacker Chemie AG)	2,00
B	Dimethicone	BELSIL® DM 10 (Wacker Chemie AG)	4,00

B	Dicaprylyl Ether	Cetiol OE (Cognis Corporation)	3,00
B	BHT	Ionol CP (Oxiris Chemicals S. A)	0,05
B	Cetearyl Olivat, Sorbitan Olivat	Oliver 1000 (Quantiq)	3,00
B	Isopropyl Myristate	Isopropylmyristat (Merck-Schuchardt)	2,00
B	Cetareth-20	Eumulgin B2 (Cognis Corporation)	2,10
C	Phenoxyethanol, Methylparaben, Butylparaben, Ethylparaben, Propylparaben, Isobutylparaben	Euxyl K 300 (Schülke & Mayr)	0,30
C	Disiloxane	BELSIL® DM 0.65 (Wacker Chemie AG)	2,00
C	Parfum	Parfum Mangoo (Fragrance Recources)	0,50
D		Beispiel 3	4,00

Beispiel 27: BB Cream

**[0105]** Eine BB Cream wurde unter Verwendung von Beispiel 3 nach folgendem Verfahren hergestellt: Die öligen Bestandteile der Phase A wurden mit einem Magnetrührer bei 350 UpM gemischt. Dann wurde zunächst BELSIL® TMS 803 und bis zum vollständigen Auflösen weiter gerührt. Anschließend wurden die restlichen Komponenten der Phase A zugegeben. Danach wurden die Bestandteile der Phase B zugegeben und auf 75°C geheizt. Die Bestandteile von Phase C wurden gesondert gemischt, auf 75°C geheizt und langsam zur Phase AB gegeben. Danach wurde mit einem Ultra Turrax T 25 basic 13 bei 15000 UpM homogenisiert. Die Mischung wird unter Rühren mit einem Magnetrührer bei 350 UpM auf Raumtemperatur gekühlt. Dabei wurden nach dem Unterschreiten einer Temperatur von 40°C die Stoffe der Phase D nacheinander zugegeben. Beispiel 3 wurde als letzte Komponente zugegeben. Danach wurde 3 Minuten mit einem Ultra Turrax T 25 basic bei 11000 UpM homogenisiert.

TABELLE 15 – Bestandteile BB Cream

Phase	INCI	Handelsname (Hersteller/Lieferant)	Teile
A	Panthenol	D-Panthenol USP (BASF AG)	1,00
A	Butyl Methoxydibenzoylmethane	Eusolex 9020 (Merck KGaA)	3,00
A	Ethylhexyl Salicylate	Eusolex OS (Merck KGaA)	4,00
A	Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate	Dehymuls PGPH (Cognis Corporation)	4,00
A	Isododecane, Distearidimonium, Hectorite	Bentone Gel ISDV (Elementis Specialties)	5,00
A	Trimethylsiloxysilicate	BELSIL® TMS 803 (Wacker Chemie AG)	2,00
A	Cyclopentasiloxane, Caprylyl Dimethicone Ethoxy Glucoside	BELSIL® SPG 128 VP (Wacker Chemie AG)	5,00

A	Octocrylene	Eusolex OCR (Merck KGaA)	10,00
A	Aloe Barbadensis Leaf Juice	TN001 Aloe Vera Powder 200* Conc. (Terry Laboratories, Inc.)	0,03
A	Isopropyl Myristate	Isopropylmyristat (Merck-Schuchardt)	4,00
B	Talc, CI 77891, CI 77492, Hydrogen Dimethicone, Aluminum Hydroxide	FDP-C-Yellow3 (Prodotti Gianni S. p. A)	0,60
B	Talc, CI 77891, CI 77499, Hydrogen Dimethicone, Aluminum Hydroxide	FDP-C-Black3 (Prodotti Gianni S. p. A)	0,15
B	Talc	Talc Superiore M10 DEC (Imerys Talc)	6,00
B	Talc, CI 77891, CI 77491, Hydrogen Dimethicone, Aluminum Hydroxide	FDP-C-Red3 (Prodotti Gianni S. p. A)	0,20
B	Titanium Dioxide, Alumina, Sime-thicone	Eusolex T 2000 (Merck KGaA)	5,00
B	Nylon-12 (and) sodium hyaluronate	Orgasol Hydra + (Arkema)	1,00
B	Boron Nitride	Très BN PUHP500 (Saint-Gobain Advanced Ceramics Boron)	1,00
C	Glycerin	Glycerin (Bernd Kraft GmbH)	2,50
C	Sodium Chloride	Natriumchlorid (Merck KGaA)	1,00
C	Aqua (DI Water)	Wasser	32,02
D	Phenoxyethanol, Methylparaben, Butylparaben, Ethylparaben, Propylparaben, Isobutylparaben	Euxyl K 300 (Schülke & Mayr)	0,30
D	Parfum	Parfum SCE 243993 Pitanga (Scentec)	0,20
D	Disiloxane	BELSIL® DM 0.65 (Wacker Chemie AG)	6,00
D	Glycerin (and) Water (and) Alcohol (and) Leontopodium Alpinum Extract	Alpaflor Edelweiss B. (DSM Nutritional Products AG)	1,00
E		Beispiel 3	5,00

Beispiele 28–32 und Vergleichsbeispiel V14:

Skin-Care Lotionen enthaltend Beispiele 2, 3, 5, 6 und 8, sowie Vergleichsbeispiel V9

**[0106]** Es wurden verschiedene Skin-Care Lotionen unter Verwendung von Beispiel 2, 3, 5, 6 oder 8, bzw. Vergleichsbeispiel V9 nach folgendem Verfahren hergestellt:

Phase A wird unter Rühren auf 75°C geheizt. Phase B wird unter Rühren auf 50°C geheizt. Man lässt langsam Xanthan Gum in Phase B einrieseln. Danach wird Phase B stark gerührt, bis die Phase homogen ist und weiter



auf 75°C geheizt. Phase A wird langsam zu Phase B gegeben, während mit einem Ultra Turrax T 25 basic bei 13 UpM homogenisiert wird. Die Emulsion wird auf Raumtemperatur abgekühlt und die Inhaltsstoffe der Phase C eingerührt. Das Elastomergel der Phase C wird mit dem Ultra Turrax T 25 basic für 3 Minuten bei 11000 UpM in die fertige Mischung eingearbeitet.

TABELLE 16 – Bestandteile Skin-Care Lotion

Phase	Handelsname (Hersteller/Lieferant)	INCI-Name	Beispiel					
			28	29	30	31	32	V14
A	Emulgade SE-PF (Cognis Corporation)	Glyceryl Stearate, Ceteareth-20, Ceteareth-12, Cetearyl Alcohol, Cetyl Palmitate	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
A	Isopropylmyristat (Merck-Schuchardt)	Isopropyl Myristate	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
A	Lanette O (Cognis Corporation)	Cetearyl Alcohol	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
A	Myritol 331 (Cognis Deutschland GmbH)	Cocoglycerides	3,75	3,75	3,75	3,75	3,75	3,75
A	Tegosoft DEC (Evonik Goldschmidt GmbH)	Diethylhexyl Carbonate	3,25	3,25	3,25	3,25	3,25	3,25

B	Dekaben MEP (IMCD Deutschland GmbH & Co. KG)	Phenoxyethanol, Ethylparaben, Methylparaben, Propylparaben	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
B	Glycerin (Bernd Kraft GmbH)	Glycerin	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
B	Keltrol CG-SFT (CP Kelco)	Xanthan Gum	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
B	Wasser	Aqua (DI Water)	70,80	70,80	70,80	70,80	70,80	70,80	70,80
C	Beispiel 2		8,00						
C	Beispiel 3			8,00					
C	Beispiel 5				8,00				
C	Beispiel 6					8,00			
C	Beispiel 8						8,00		
C	Vergleichsbeispiel V9								8,00
C	Parfum 671 217 C Amor Girl (Fragrance Resources)	Parfum	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20

**[0107]** Organopolysiloxangele bewirken in kosmetischen Anwendungen sensorischen Vorteile, indem sie die Verteilbarkeit des Produkts auf der Haut verbessern und dem Produkt ein seidig sanftes Gefühl verleihen. Als besonders vorteilhaft hat sich hierfür eine Viskosität im Bereich von 75000–120000 mPa·s bei 25°C erwiesen. Die Beurteilung der sensorischen Eigenschaften erfolgte durch eine geschulte Gruppe von 5 Probanden.

#### Beispiel 40: Sensorische Beurteilung

**[0108]** Die Panelisten haben auf den gereinigten Unterarm auf einer kreisrunden Fläche von 20 cm<sup>2</sup> jeweils 0,05 g des Produktes aufgetragen und die Organopolysiloxangele bzw. die daraus hergestellten Skin-Care Lotionen im Hinblick auf ihre Verteilbarkeit relativ zueinander verglichen. Das Auftragen erfolgte mit dem Zeigefinger oder Mittelfinger und einer Rotationsgeschwindigkeit von zwei Umdrehungen pro Sekunde. Insgesamt wurden 30 Umdrehungen durchgeführt. Nach einer Wartezeit von 60 Sekunden wurden die Rückstände der Organopolysiloxangele nach verschiedenen Kriterien, beispielsweise Seidigkeit, Öligkeit, Gesamteindruck, relativ zueinander verglichen. Aus Gründen der Vergleichbarkeit wurden nur Organopolysiloxangele bzw. die daraus hergestellten Skin-Care Lotionen gegeneinander verglichen, die das gleiche Verdünnungsmittel enthalten.

**[0109]** Bei der Untersuchung der nicht erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele aus den Vergleichsbeispielen V1, V2, V6 und V7 zeigte sich, dass diese Materialien den Test nicht regulär durchlaufen können, da keine standfesten Gele gebildet worden sind und das Material aufgrund der ungeeigneten, fließenden Beschaffenheit nach dem Auftragen auf die Haut bereits von alleine verläuft. Diese Organopolysiloxangele wurden unter Verwendung eines Vernetzers mit sehr hohem Gehalt an Si-H-Gruppen oder unter Verwendung einer Mischung eines Vernetzers mit sehr hohem Gehalt an Si-gebundenen Wasserstoff in Kombination mit 20 Gew.-% eines weniger funktionellen Vernetzers hergestellt. Die Vergleichsbeispiele konnten daher nicht gemäß den oben genannten Kriterien in Detail bewertet werden. Im Allgemeinen zeigte sich, dass die Vergleichsbeispiele V1, V2, V6 und V7 im Gegensatz zu den erfindungsgemäßen Gelen keinen matten, seidigen Film, sondern eine ölige, glänzende Schicht, hinterlassen, die von keinem der Panelisten als seidig bewertet worden ist.

Sensorische Beurteilung der Organopolysiloxangele 6 und 8, sowie Vergleichsbeispiel V9 mit nicht-flüchtigem, linearem Polydimethylsiloxan (5 mm<sup>2</sup>/s bei 25°C) als Verdünnungsmittel

**[0110]** Die Ergebnisse der sensorischen Vergleichstests sind in den Tabellen 17 bis 20 wiedergegeben.

**[0111]** Die erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele aus den Beispielen 6 und 8 wurden im direkten Vergleich beide als sehr gut verteilbar bewertet und beide zeigen ein sehr seidiges Hautgefühl. Beispiel 8 wurde in der Verteilbarkeit noch etwas besser bewertet, als Beispiel 6 (Tabelle 17).

TABELLE 17 – Sensorische Bewertung der Organopolysiloxangele aus Beispiel 6 und 8

Beispiel	Viskosität [mPa·s bei 25°C]	Festgehalt [%]	Verteilbarkeit	Seidigkeit
6	70000	24	+	++
8	89000	18	++	++

**[0112]** Beispiel 6 wurde im direkten Vergleich mit Vergleichsbeispiel V9 bewertet. V9 wurde unter ausschließlicher Verwendung eines Vernetzers mit sehr niedrigem Gehalt an Si-H Gruppen hergestellt. Beide Organopolysiloxangele wurden zwar als sehr gut verteilbar beschrieben. Beispiel 6 wurde aber von den Prüfern einstimmig als „seidig“ beschrieben, während Vergleichsbeispiel V9 von allen Prüfern einstimmig als „ölig“ beschrieben worden ist (Tabelle 18).

TABELLE 18 – Sensorische Bewertung der Organopolysiloxangele aus Beispiel 6 und Vergleichsbeispiel V9

Beispiel	Viskosität [mPa·s bei 25°C]	Festgehalt [%]	Verteilbarkeit	Seidigkeit	Öligkeit
6	70000	24	+	++	–
V9	90000	24	+	–	++

**[0113]** Nach dem direkten Vergleich der puren Organopolysiloxangele wurde der Test mit den unter Verwendung der Organopolysiloxangele hergestellten Skin-Care Lotionen wiederholt. Die Skin-Care Lotion aus Beispiel 31 enthält das erfindungsgemäße Organopolysiloxangel aus Beispiel 6, die Skin-Care Lotion aus Beispiel 32 enthält das erfindungsgemäße Organopolysiloxangel aus Beispiel 8 und die Skin-Care Lotion aus Vergleichsbeispiel V14 enthält das nicht erfindungsgemäße Organopolysiloxangel aus Vergleichsbeispiel V9. Es zeigt sich, dass die Ergebnisse für die puren Gele sehr gut in den daraus hergestellten Skin-Care Lotionen wieder gefunden werden können:

Die Skin-Care Lotionen aus den Beispielen 31 und 32 wurden im direkten Vergleich beide als sehr gut verteilbar bewertet und beide zeigen ein sehr seidiges Hautgefühl. Beispiel 32 wurde in beiden Merkmalen als noch etwas besser beschrieben, als Beispiel 31 (Tabelle 19).

TABELLE 19 – Sensorische Bewertung der Skin-Care Lotionen aus den Beispielen 31 und 32

Beispiel	enthaltend 8% von Beispiel	Verteilbarkeit	Seidigkeit
31	6	+	+
32	8	++	++

**[0114]** Beispiel 32 wurde im direkten Vergleich mit Vergleichsbeispiel V14 bewertet. Beide Skin-Care Lotionen wurden als sehr gut verteilbar beschrieben. Während jedoch Beispiel 32 von den Prüfern einstimmig als „seidig“ beschrieben worden ist, wurde das Vergleichsbeispiel V14 von der Mehrzahl der Prüfer als „ölig“ beschrieben (Tabelle 20).

TABELLE 20 – Sensorische Bewertung der Skin-Care Lotionen aus Beispiel 32 und Vergleichsbeispiel V14

Beispiel	enthaltend 8% von Beispiel	Verteilbarkeit	Seidigkeit	Öligkeit
32	6	++	++	–
V14	V9	++	+	++

Sensorische Beurteilung der Organopolysiloxangele mit flüchtigem, linearem Polydimethylsiloxan (2 mm<sup>2</sup>/s bei 25°C) als Verdünnungsmittel

**[0115]** Wie oben beschrieben, wurden die nicht erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele aus den Vergleichsbeispielen V1 und V2 aufgrund der ungeeigneten, fließenden Konsistenz in diesem Test nicht miteinbezogen. Ebenso wurden die Vergleichsbeispiele V4 und V5, welche analog V9 unter ausschließlicher Verwendung eines Vernetzers mit sehr niedrigem Gehalt an Si-H Gruppen hergestellt worden sind, nicht im Detail bewertet. Das Hautgefühl der Vergleichsbeispiele V4 und V5 gleicht dem vom Vergleichsbeispiel V9 und wurde von allen Prüfern einstimmig als „ölig“ und damit ungeeignet bewertet.

**[0116]** In dieser Vergleichsstudie haben die Panelisten die Organopolysiloxangele bzw. die daraus hergestellten Skin-Care Lotionen erneut im Hinblick auf ihre Verteilbarkeit relativ zueinander verglichen. Nach einer Wartezeit von 60 Sekunden wurden diesmal nicht die Einzelparameter (Seidigkeit, Öligkeit) als solche bewertet, sondern die Prüfer sollten die sensorischen Eigenschaften anhand ihrer persönlichen Vorlieben bewerten, d. h. sie sollten ihren persönlichen Favoriten benennen.

**[0117]** Die beiden erfindungsgemäßen Organopolysiloxangele aus Beispiel 2 und Beispiel 5 wurden beide als sehr gut verteilbar beschrieben. Das Hautgefühl beider Organopolysiloxangele wurde sehr gut und seidig bewertet. Von der persönlichen Vorliebe entschieden sich 3 von 5 Prüfern für Beispiel 5.

TABELLE 21 – Sensorische Bewertung der Organopolysiloxangele aus Beispiel 2 und 5

Beispiel	Viskosität [mPa·s bei 25°C]	Festgehalt [%]	Verteilbarkeit	Favorit
2	93000	22	++	2/5
5	106000	18	++	3/5

**[0118]** Die Prüfer bewerteten nun verschiedene Skin-Care Lotionen, die unter Verwendung erfindungsgemäßer Organopolysiloxan-Formulierungen hergestellt worden sind. Die Skin-Care Lotion aus Beispiel 28 enthält das erfindungsgemäße Organopolysiloxan-Formulierung aus Beispiel 2, die Skin-Care Lotion aus Beispiel 29 enthält das erfindungsgemäße Organopolysiloxan-Formulierung aus Beispiel 3 und die Skin-Care Lotion aus dem Beispiel 30 enthält das erfindungsgemäße Organopolysiloxan-Formulierung aus Beispiel 5.

**[0119]** Im Vergleich der Beispiele 28 und 29 wurden beide als sehr gut verteilbar bewertet, wobei Beispiel 29 von der Verteilbarkeit her als noch etwas besser beschrieben worden ist. Das Hautgefühl beider Skin-Care Lotionen wurde als sehr gut und seidig bewertet. Von der persönlichen Vorliebe entschieden sich 3 von 5 Prüfern für Beispiel 29.

TABELLE 22 – Sensorische Bewertung der Skin-Care Lotionen aus den Beispielen 28 und 29

Beispiel	enthaltend 8% von Beispiel	Verteilbarkeit	Favorit
28	2	+	2/5
29	3	++	3/5

**[0120]** Ebenso wurden die Beispiele 28 und 30 im Vergleich getestet. Beide wurden als sehr gut verteilbar beschrieben. Das Hautgefühl beider Skin-Care Lotionen wurde als sehr gut und seidig bewertet. Von der persönlichen Vorliebe entschieden sich 3 von 5 Prüfern für Beispiel 30.

TABELLE 23 – Sensorische Bewertung der Skin-Care Lotionen aus den Beispielen 28 und 30

Beispiel	enthaltend 8% von Beispiel	Verteilbarkeit	Favorit
28	2	++	2/5
30	5	++	3/5

## ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

### Zitierte Patentliteratur

- US 6423322 B1 [0007]
- WO 2013/156390 A1 [0007, 0008, 0016, 0092, 0093]
- EP 1132430 A1 [0009, 0009, 0016, 0032, 0092, 0093]
- US 6200581 [0070]

### Zitierte Nicht-Patentliteratur

- Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, CD-ROM-Ausgabe 2003, Wiley-VCH Verlag, unter dem Stichwort "Emulsions" [0051]
- United States Department of Health & Human Services Food and Drug Administration, Titel 21, Kapitel I, des Code of Federal Regulations, Teile 200–299 sowie Teile 300–499 [0053]
- DIN EN ISO 3219 [0087]
- DIN 53019 [0088]
- DIN 53241-1 [0089]
- ISO 16014-1 [0090]
- ISO 16014-3 [0090]

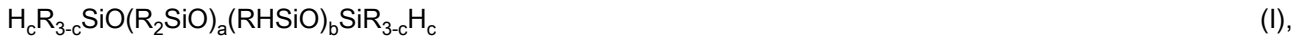
## Patentansprüche

1. Polyetherreste aufweisende Organopolysiloxangele hergestellt durch Umsetzung von  
 (1a) ungesättigten Organopolysiloxanharzen und  
 (1b) polyoxyalkylierten, endständig ungesättigten Alkoholen, mit der Maßgabe, dass der gewichtsmäßige Anteil, bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels, 0,01 bis 3 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,03 bis 0,29 Gew.-%, ist,

mit

Mischungen von

(2) Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen Formel



wobei

c 0 oder 1, vorzugsweise 0, ist,

R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen je Rest bedeutet,

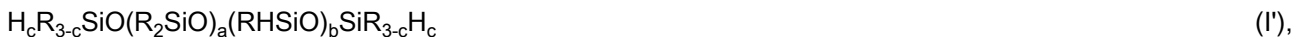
a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe a + b 66 bis 248, vorzugsweise 98 bis 248, bevorzugt 118 bis 168 ist,

dass die Organopolysiloxane (2) Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,011 bis 0,044 Gew.-%, vorzugsweise von 0,019 bis 0,044 Gew.-%, bevorzugt von 0,022 bis 0,032 Gew.-%, enthalten,

und dass die Anzahl an Si-H-Gruppen pro Molekül in der durchschnittlichen Zusammensetzung größer 2 und kleiner als 5 ist,

und

(2') Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen Formel



wobei

c 0 oder 1, vorzugsweise 0 ist,

R die oben dafür angegebene Bedeutung hat,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe a + b 8 bis 248, vorzugsweise 38 bis 248, ist, und dass die Organopolysiloxane (2') Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,045 bis 0,35 Gew.-%, vorzugsweise von 0,045 bis 0,156 Gew.-%, enthalten,

mit der Maßgabe, dass das Gewichts-Verhältnis von (2) zu (2') vorzugsweise 0,2 bis 20, bevorzugt 0,5 bis 10,

besonders bevorzugt 1,1 bis 10, ist,

in Gegenwart von

(3) die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an aliphatische Mehrfachbindung fördernde Katalysatoren,

wobei (1a), (1b) und die Mischungen von (2) und (2') in

(4) Verdünnungsmitteln, vorzugsweise Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen oder organischen Verdünnungsmitteln oder Mischungen von Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen und organischen Verdünnungsmitteln, dispergiert sind.

2. Organopolysiloxangele nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass nach der Umsetzung durch anschließendes Homogenisieren cremige, lagerstabile Organopolysiloxangele erhalten werden.

3. Organopolysiloxangele nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die so erhaltenen Organopolysiloxangele durch Zugabe von weiteren Verdünnungsmitteln (4) und/oder aktiven Wirkstoffen für die Körperpflege oder Gesundheitspflege und ggf. anschließend Homogenisieren weiter verdünnt werden.

4. Organopolysiloxangele nach Anspruch 1, 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass als (1a) ungesättigte Organopolysiloxanharze MQ-Harze aus Einheiten der Formeln

$\text{SiO}_2$  (Q-Einheiten) und

$\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$  und  $\text{R}_2\text{R}'\text{SiO}_{1/2}$  (M-Einheiten),



wobei

R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen je Rest bedeutet,

R' einen einwertigen Kohlenwasserstoffrest bedeutet, an den Si-H-Gruppen in einer Hydrosilylierungsreaktion angelagert werden können, vorzugsweise ein  $\omega$ -Alkenylrest mit 2 bis 12 C-Atomen, bevorzugt ein Vinylrest ist, mit der Maßgabe, dass die MQ-Harze mindestens 2 Reste R', vorzugsweise mindestens 3 Reste R', enthalten und dass das molare Verhältnis von M-Einheiten zu Q-Einheiten im Bereich von 0,5 bis 4,0, vorzugsweise im Bereich von 0,5 bis 2,0, bevorzugt im Bereich von 0,6 bis 1,5, liegt, eingesetzt werden.

5. Organopolysiloxangele nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass als polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohole (1b) solche der allgemeinen Formel



wobei

R<sup>1</sup> ein zweiwertiger Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, bevorzugt ein Rest der Formel -CH<sub>2</sub>-, ist, und

n eine ganze Zahl von 1 bis 4, bevorzugt 2 oder 3, ist und

m eine ganze positive Zahl, vorzugsweise von 1 bis 40, ist, eingesetzt werden.

6. Organopolysiloxangele nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Verdünnungsmittel (4) Polydimethylsiloxane mit 2 bis 50 Si-Atomen, aliphatische oder alicyclische Kohlenwasserstoffe mit 4 bis 30 C-Atomen oder Ester von Carbonsäuren mit 2 bis 30 C-Atomen eingesetzt werden.

7. Einphasige, homogene Mischungen enthaltend

(a) Polyetherreste aufweisende Organopolysiloxangele nach einem der Ansprüche 1 bis 6 und

(b) polare oder hydrophile Lösungsmittel.

8. Mischungen nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die polaren oder hydrophilen Lösungsmittel (b) solche sind ausgewählt sind aus der Gruppe von Wasser, Glycerin, Ethylenglycol, Diethylenglycol, Propylenglycol und deren Gemische.

9. Verfahren zur Herstellung der Polyetherreste aufweisenden Organopolysiloxangele nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass

(1a) ungesättigte Organopolysiloxanharze und

(1b) polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohole, mit der Maßgabe, dass der gewichtsmäßige Anteil, bezogen auf das Gesamtgewicht des Organopolysiloxangels, 0,01 bis 3 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 0,29 Gew.-%, ist,

mit

Mischungen von

(2) Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen Formel



wobei

c 0 oder 1, vorzugsweise 0, ist,

R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen je Rest bedeutet,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe a + b 66 bis 248, vorzugsweise 98 bis 248, bevorzugt 118 bis 168 ist,

dass die Organopolysiloxane (2) Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,011 bis 0,044 Gew.-%, vorzugsweise von 0,019 bis 0,044 Gew.-%, bevorzugt von 0,022 bis 0,032 Gew.-%, enthalten,

und dass die Anzahl an Si-H-Gruppen pro Molekül in der durchschnittlichen Zusammensetzung größer 2 und kleiner als 5 ist,

und

(2') Si-H funktionellen Organopolysiloxanen der allgemeinen Formel



wobei

c 0 oder 1, vorzugsweise 0 ist,

R die oben dafür angegebene Bedeutung hat,

a und b ganze Zahlen sind, mit der Maßgabe, dass die Summe  $a + b$  8 bis 248, vorzugsweise 38 bis 248, ist, und dass die Organopolysiloxane (2') Si-gebundenen Wasserstoff in Mengen von 0,045 bis 0,35 Gew.-%, vorzugsweise von 0,045 bis 0,156 Gew.-%, enthalten,

mit der Maßgabe, dass das Gewichts-Verhältnis von (2) zu

(2') vorzugsweise 0,2 bis 20, bevorzugt 0,5 bis 10, besonders bevorzugt 1,1 bis 10, ist,

in Gegenwart von

(3) die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an aliphatische Mehrfachbindung fördernde Katalysatoren,

umgesetzt werden,

wobei (1a), (1b) und die Mischungen von (2) und (2') in

(4) Verdünnungsmitteln, vorzugsweise Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen oder organischen Verdünnungsmitteln oder Mischungen von Organopolysiloxanen mit 2 bis 200 Si-Atomen und organischen Verdünnungsmitteln, dispergiert sind.

10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die nach der Umsetzung erhaltenen Organopolysiloxangele homogenisiert werden, wobei cremige, lagerstabile Organopolysiloxangele erhalten werden.

11. Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass die so erhaltenen Organopolysiloxangele mit weiteren Verdünnungsmittel (4) und/oder aktiven Wirkstoffen für die Körperpflege oder Gesundheitspflege verdünnt werden und ggf. anschließend homogenisiert werden.

12. Verfahren nach Anspruch 9, 10 oder 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass als

(1a) ungesättigte Organopolysiloxanharze

MQ-Harze aus Einheiten der Formeln

$\text{SiO}_2$  (Q-Einheiten) und

$\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$  und  $\text{R}_2\text{R}'\text{SiO}_{1/2}$  (M-Einheiten),

wobei R und R' die in Anspruch 4 dafür angegebene Bedeutung haben,

mit der Maßgabe, dass die MQ-Harze mindestens 2 Reste R', vorzugsweise mindestens 3 Reste R', enthalten und dass das molare Verhältnis von M-Einheiten zu Q-Einheiten im Bereich von 0,5 bis 4,0, vorzugsweise im Bereich von 0,5 bis 2,0, bevorzugt im Bereich von 0,6 bis 1,5, liegt, eingesetzt werden.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass als polyoxyalkylierte, endständig ungesättigte Alkohole (1b) solche der allgemeinen Formel

$\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\text{R}^1-(\text{OC}_n\text{H}_{2n})_m-\text{OH}$  (III),

wobei  $\text{R}^1$ , n und m die im Anspruch 5 dafür angegebene Bedeutung haben, eingesetzt werden.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Verdünnungsmittel (4) Polydimethylsiloxane mit 2 bis 50 Si-Atomen, aliphatische oder alicyclische Kohlenwasserstoffe mit 4 bis 30 C-Atomen oder Ester von Carbonsäuren mit 2 bis 30 C-Atomen eingesetzt werden.

15. Kosmetische Zusammensetzungen enthaltend Polyetherreste aufweisende Organopolysiloxangele nach einem der Ansprüche 1 bis 6 oder Mischungen nach Anspruch 7 oder 8 oder Organopolysiloxangele hergestellt nach einem der Ansprüche 7 bis 12.

Es folgen keine Zeichnungen