

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4155609号
(P4155609)

(45) 発行日 平成20年9月24日(2008.9.24)

(24) 登録日 平成20年7月18日(2008.7.18)

(51) Int.Cl.	F I
CO8L 83/07 (2006.01)	CO8L 83/07
A61K 8/89 (2006.01)	A61K 8/89
BO1F 17/54 (2006.01)	BO1F 17/54
BO1J 13/00 (2006.01)	BO1J 13/00
CO8L 83/06 (2006.01)	CO8L 83/06

D

請求項の数 8 (全 17 頁) 最終頁に続く

- (21) 出願番号 特願平9-237557
- (22) 出願日 平成9年9月3日(1997.9.3)
- (65) 公開番号 特開平10-168318
- (43) 公開日 平成10年6月23日(1998.6.23)
- 審査請求日 平成16年9月3日(2004.9.3)
- (31) 優先権主張番号 08/708436
- (32) 優先日 平成8年9月5日(1996.9.5)
- (33) 優先権主張国 米国 (US)

- (73) 特許権者 506390498
モーメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・インク
アメリカ合衆国 コネチカット州 ウィルトン ダンバリーロード 187
- (74) 代理人 100116872
弁理士 藤田 和子
- (72) 発明者 ジョン・アルフレッド・キルゴ
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、クリフトン・パーク、ロイヤル・オーク・ドライブ、18番

最終頁に続く

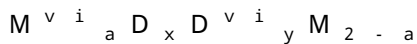
(54) 【発明の名称】揮発性低分子量シリコン含有エラストマーゲル

(57) 【特許請求の範囲】

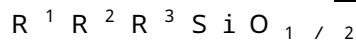
【請求項1】

下記成分(A)及び(B)：

(A)(1)次式：

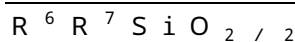


[式中、符号xは500を上回る数であり、a+yが1~20の範囲内にあるという限定条件の下で、符号yは0~20の数であり、符号aは0~2の数であり、M^{v i}は

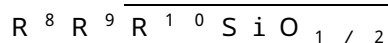


(R¹は炭素原子数2~10の一価不飽和炭化水素基であり、R²及びR³は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義され、Dは

R⁴R⁵SiO_{2/2}(R⁴及びR⁵は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義され、D^{v i}は



(R⁶は炭素原子数2~10の一価不飽和炭化水素基であり、R⁷は独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義され、Mは



(R⁸、R⁹及びR¹⁰は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義される]の線状アルケニル停止ポリオルガノシロキサン

と(2)次式：

$(M^H_w Q_z)_j$
 [式中、Qは式 $SiO_{4/2}$ を有するものであり、 M^H は $H_b R^{1^1}_{3-b} SiO_{1/2}$ (R^{1^1} は炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基であり、符号bは1~3の数である)として定義され、符号wのzに対する比は0.5~4.0であり、符号jは2.0~100の数である]の樹脂との、(3)25で1000センチストークス未満の粘度を有する第一のシリコーンの存在下でのヒドロシリル化によって生じるASTM D-2240-91によるデュロメーター硬度が5以上のゲル、及び
 (B)25で1000センチストークス未満の粘度を有する第二のシリコーンを含んでなるシリコーン組成物であって、上記ゲルを上記第二のシリコーン中に懸濁してかつ該第二のシリコーンとの混合処理に付したものであり、
 ここで、前記第一のシリコーンが、次式：

D_f

[式中、符号fは3~6の整数であり、Dは

$R^4 R^5 SiO_{2/2}$

(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義される]の環状シリコーン、及び次式：

$M D_i M$

[式中、Dは

$R^4 R^5 SiO_{2/2}$

(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義され、符号iは0~300であり、Mは

$R^{1^2} R^{1^3} R^{1^4} SiO_{1/2}$

(R^{1^2} 、 R^{1^3} 及び R^{1^4} は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義される]の線状シリコーンからなる群から選択され

、
 前記第二のシリコーンが、次式：

D_f [式中、符号fは3~6の整数であり、Dは

$R^4 R^5 SiO_{2/2}$

(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義される]の環状シリコーン、及び次式：

$M D_i M$

[式中、Dは

$R^4 R^5 SiO_{2/2}$

(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義され、符号iは0~300であり、Mは

$R^{1^2} R^{1^3} R^{1^4} SiO_{1/2}$

(R^{1^2} 、 R^{1^3} 及び R^{1^4} は各々独立に炭素原子数1~40の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である)として定義される]の線状シリコーンからなる群から選択され

、
 それによって上記第二のシリコーンと上記ゲルを含んでなる均一な液体を生じさせた、組成物。

【請求項2】

前記線状アルケニル停止ポリオルガノシロキサンにおける R^1 が炭素原子数2の一価不飽和炭化水素基である、請求項1記載の組成物。

【請求項3】

前記線状アルケニル停止ポリオルガノシロキサンが1500~150000のビニル当量を有する、請求項2記載の組成物。

【請求項4】

前記樹脂が80~190のハイドライド当量を有する、請求項3記載の組成物。

【請求項5】

10

20

30

40

50

前記第一のシリコーンが環状シリコーンであって、 f が 4 である、請求項 4 記載の組成物。

【請求項 6】

前記第二のシリコーンが環状シリコーンであって、 f が 4 である、請求項 5 記載の組成物。

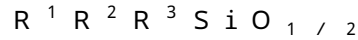
【請求項 7】

A S T M D - 2 2 4 0 - 9 1 によるデュロメーター硬度が 5 以上のシリコーンゲルを液体シリコーン中に分散させるための方法であって、当該方法が、

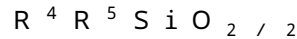
(A) (1) 次式：



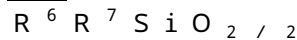
[式中、符号 x は 5 0 0 を上回る数であり、 $a + y$ が 1 ~ 2 0 の範囲内にあるという限定条件の下で、符号 y は 0 ~ 2 0 の数であり、符号 a は 0 ~ 2 の数であり、 $M^{\nu i}$ は



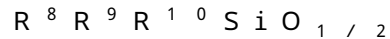
(R^1 は炭素原子数 2 ~ 1 0 の一価不飽和炭化水素基であり、 R^2 及び R^3 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 4 0 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、 D は



(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 4 0 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、 $D^{\nu i}$ は



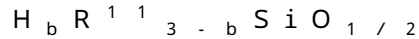
(R^6 は炭素原子数 2 ~ 1 0 の一価不飽和炭化水素基であり、 R^7 は独立に炭素原子数 1 ~ 4 0 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、 M は



(R^8 、 R^9 及び R^{10} は各々独立に炭素原子数 1 ~ 4 0 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の線状アルケニル停止ポリオルガノシロキサンと、(2) 次式：

($M^H w Q_z$) $_j$

[式中、 Q は式 $S i O_{4/2}$ を有するものであり、 M^H は



(R^{11} は炭素原子数 1 ~ 4 0 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基であり、符号 b は 1 ~ 3 の数である) として定義され、符号 w の z に対する比は 0 . 5 ~ 4 . 0 であり、符号 j は 2 . 0 ~ 1 0 0 の数である] の樹脂とを、(3) 2 5 で 1 0 0 0 センチスト

ークス未満の粘度を有する第一のシリコーンの存在下でヒドロシリル化し、それにより、

(B) A S T M D - 2 2 4 0 - 9 1 によるデュロメーター硬度が 5 以上のゲルを生じさせ、

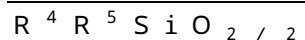
(C) 上記ゲルを、2 5 で 1 0 0 0 センチストークス未満の粘度を有する第二のシリコーンで懸濁し、かつ

(D) 上記ゲルを上記第二のシリコーンと混合処理し、

ここで、前記第一のシリコーンが、次式：



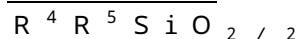
[式中、符号 f は 3 ~ 6 の整数であり、 D は



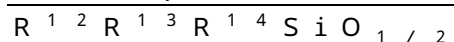
(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 4 0 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の環状シリコーン、及び次式：



[式中、 D は



(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 4 0 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、符号 i は 0 ~ 3 0 0 であり、 M は



10

20

30

40

50

(R^{12} 、 R^{13} 及び R^{14} は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の線状シリコンからなる群から選択され

前記第二のシリコンが、次式：

$$D_f$$

[式中、符号 f は 3 ~ 6 の整数であり、 D は

$$R^4 R^5 Si O_{2/2}$$

(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の環状シリコン、及び次式：

$$M D_i M$$

[式中、 D は $R^4 R^5 Si O_{2/2}$ (R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、符号 i は 0 ~ 300 であり、 M は

$$R^{12} R^{13} R^{14} Si O_{1/2}$$

(R^{12} 、 R^{13} 及び R^{14} は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の線状シリコンからなる群から選択され

それにより
(E) 上記第二のシリコンと上記ゲルを含んでなる均一な液体を生じさせることを含んでなる方法。

【請求項 8】

下記成分 (A) 及び (B) :

(A) (1) 次式：

$$M^v i_a D_x D^v i_y M_{2-a}$$

[式中、符号 x は 500 を上回る数であり、 $a + y$ が 1 ~ 20 の範囲内にあるという限定条件の下で、符号 y は 0 ~ 20 の数であり、符号 a は 0 ~ 2 の数であり、 $M^v i$ は

$$R^1 R^2 R^3 Si O_{1/2}$$

(R^1 は炭素原子数 2 ~ 10 の一価不飽和炭化水素基であり、 R^2 及び R^3 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、 D は

$$R^4 R^5 Si O_{2/2}$$

(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、 $D^v i$ は

$$R^6 R^7 Si O_{2/2}$$

(R^6 は炭素原子数 2 ~ 10 の一価不飽和炭化水素基であり、 R^7 は独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、 M は

$$R^8 R^9 R^{10} Si O_{1/2}$$

(R^8 、 R^9 及び R^{10} は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の線状アルケニル停止ポリオルガノシロキサン

と (2) 次式：

$$(M^H_w Q_z)_j$$

[式中、 Q は式 $Si O_{4/2}$ を有するものであり、 M^H は

$$H_b R^{11} Si O_{1/2}$$

(R^{11} は炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基であり、符号 b は 1 ~ 3 の数である) として定義され、符号 w の z に対する比は 0.5 ~ 4.0 であり、符号 j は 2.0 ~ 100 の数である] の樹脂との、(3) 25 度 1000 センチストークス未満の粘度を有する第一のシリコンの存在下でのヒドロシリル化によって生じる、ASTM D-2240-91 によるデュロメーター硬度が 5 以上のゲル、及び

(B) 25 度 1000 センチストークス未満の粘度を有する第二のシリコンを含んでなるシリコン組成物を含んでなる化粧組成物であって、上記ゲルを上記第二のシリコー

10

20

30

40

50

ン中に懸濁してかつ該第二のシリコーンとの混合処理に付したものであり、
ここで、前記第一のシリコーンが、次式：

$$\frac{D_f}{R^4 R^5 SiO_{2/2}}$$

[式中、符号 f は 3 ~ 6 の整数であり、D は

$$\frac{R^4 R^5 SiO_{2/2}}$$

(R⁴ 及び R⁵ は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の環状シリコーン、及び次式：

$$\frac{M D_i M}{R^4 R^5 SiO_{2/2}}$$

[式中、D は R⁴ R⁵ SiO_{2/2}

(R⁴ 及び R⁵ は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、符号 i は 0 ~ 300 であり、M は

$$\frac{R^{12} R^{13} R^{14} SiO_{1/2}}$$

(R¹²、R¹³ 及び R¹⁴ は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の線状シリコーンからなる群から選択され

、

前記第二のシリコーンが、次式：

$$\frac{D_f}{R^4 R^5 SiO_{2/2}}$$

[式中、符号 f は 3 ~ 6 の整数であり、D は

$$\frac{R^4 R^5 SiO_{2/2}}$$

(R⁴ 及び R⁵ は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の環状シリコーン、及び次式：

$$\frac{M D_i M}{R^4 R^5 SiO_{2/2}}$$

[式中、D は

$$\frac{R^4 R^5 SiO_{2/2}}$$

(R⁴ 及び R⁵ は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義され、符号 i は 0 ~ 300 であり、M は

$$\frac{R^{12} R^{13} R^{14} SiO_{1/2}}$$

(R¹²、R¹³ 及び R¹⁴ は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価飽和脂肪族又は一価芳香族炭化水素基である) として定義される] の線状シリコーンからなる群から選択され

、

それによって上記第二のシリコーンと上記ゲルを含んでなる均一な液体を生じさせた、化粧組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は低分子量揮発性シリコーンに対する増粘剤として有用なシリコーン組成物に関する。本発明は、また、低分子量シリコーンをシリコーン含有ゲルと混合し、該混合物を処理することによって、シリコーン含有ゲルを流動性にするための方法にも関する。

【0002】

【従来の技術】

シリコーンは様々な分野において数々の用途を有している。シリコーンは、シーラント、シリコーンゴム、接着剤及び化粧品など多岐にわたる製品に商業的に広く応用されている。シリコーンオイルは、見掛けの艶（もしくは光沢）を増すなどの長所をもつほか化粧組成物にドライかつ滑らかで一様な感触を与える材料であるので、化粧組成物の特に望ましい成分であることが分かっている。低分子量シリコーンは組成物に望ましい性質を与えるものの揮発性で粘度が低く、また、こうした欠点の克服されたシリコーンは余りに粘稠すぎることから、シリコーンを化粧品全般に広く使用するのには幾分面倒である。

【0003】

例えば、化粧品用途に低粘度シリコーンオイルを利用することが望まれる場合、溶液粘度を増加させるとともに揮発性低分子量シリコーンオイルの蒸発による損失を遅らせるため

10

20

30

40

50

に増粘剤が使用されてきた。こうした処置は、有効ではあるが、シリコンオイルの塗布性(spreadability)を減じて肌に重いグリース様の感触を残すという欠点をもつ。塗布性及びドライで滑らかな感触は低粘度シリコンに付随した性質であって、これを化粧品として適用すると組成物に望ましい感触又は手触りを与える。高い揮発性による蒸発損を減少しつつ化粧組成物における低分子量シリコンオイルの望ましい性質を保持する試みに応用されている材料には、数ある中でも特に、デキストリンの脂肪酸エステル、スクロースの脂肪酸エステル、トリメチルシリル置換ポリビニルアルコール、トリメチルシリル置換多糖類、脂肪酸エステルを含んだセルロースエーテル、及び有機物で修飾した無機クレーがある。これらの材料は、低粘度シリコンオイルの与える軽い感触及び塗布性が変化するという欠点を有しており、こうした性質が組成物から失われるという結果を伴うので、はなから低粘度シリコンオイルを使用するのが最もよいことを示唆している。これらの増粘剤もしくは揮発防止剤のもう一つの短所は、その多くが水溶性であって、水分散液又は水溶液として使用しなければならないことである。疎水性のシリコンオイルと共に水を導入するには乳化剤及び相溶化剤の使用が必要であり、化粧品の配合が複雑になるとともに、成分相の分離に関して配合物の安定性が概して低下する。

10

【0004】

最近、化粧組成物における低粘度シリコンオイルの性質を保持するための別の方法が提案されており、その方法では、低粘度シリコンオイルをオルガノハイドロジェンポリシロキサンとアルケニル官能化オルガノポリシロキサンとの付加重合生成物と組み合わせる(米国特許第4987169号)。その配合物に利用されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンは、 $\text{HSiO}_{1.5}(\text{T}^{\text{H}})$ 基、 $\text{RSiO}_{1.5}(\text{T})$ 基、 $\text{RHSiO}(\text{D}^{\text{H}})$ 基、 $\text{R}_2\text{SiO}(\text{D})$ 基、 $\text{R}_2\text{HSiO}_{0.5}(\text{M}^{\text{H}})$ 基及び $\text{R}_3\text{SiO}_{0.5}(\text{M})$ 基を含んでいる。利用される架橋用ハイドライド化合物はしたがって一般式： $\text{M}_a\text{M}^{\text{H}}_b\text{D}_c\text{D}^{\text{H}}_d\text{T}_e\text{T}^{\text{H}}_f$ の化合物である。この架橋用化合物ではT基がハイドライドでもRで置換されたものでもよいとされているが、この技術における優先順位は、付加重合がよりスムーズに進行することから線状ハイドライド材料のほうが高い。これらの式におけるR基は当技術分野で公知の典型的な有機置換基である。次いで、この架橋付加重合生成物に低分子量シリコンオイルを加え、剪断力を適用して混合物を処理する。この材料はそれだけで化粧品成分として又は増粘剤として使用でき、グリースの性質を有していて、化粧用途だけでなく広範な工業用潤滑用途に使用することができる。このようにして製造された材料は、揮発性低分子量シリコンオイルの溶解した低架橋度エラストマーとみなすことができる。前駆物質としての架橋用ハイドライドは好ましくは線状であり、T基が組み込まれていたとしてもほどほどにしか枝分れしていないので、付加重合生成物は、生成ポリマー中に密な架橋ネットワークをもたない。線状で低架橋度の網状構造は低分子量シリコンの増粘効率が低いという不利益を被る。製品のコストを上昇させることに加えて、高濃度の架橋シリコンは使用中揮発性の低分子量シリコンが蒸発する際に多量の残留物を残していくという結果を生じる。デオドラントや発汗抑制剤のような幾つかの化粧用途では、残留物の量が増えることは衣服のしみの一因となるために著しく不都合である。

20

30

【0005】

さらに、線状で低架橋度のシリコンは、より密に架橋したシリコンのように簡単には膜を生じない。膜形成の欠如は化粧用途において不利である。線状シリコンの重く余り望ましくない感触に比べて、膜はソフトで滑らかな感触を与えるからである。

40

【0006】

【発明の概要】

今回、化粧組成物に望ましい成分を提供するには、アルケニルオルガノポリシロキサンと $\text{M}^{\text{H}}\text{Q}$ 樹脂との付加重合で製造される密に架橋したエラストマーを揮発性低分子量シリコンオイルと組み合わせることで処理すればよいことを開示する。

【0007】

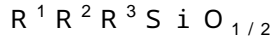
本発明は、下記成分(A)及び(B)：

50

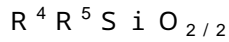
(A)(1)次式:



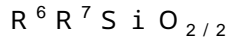
[式中、符号xは500を上回る数であり、a+yが1~約20の範囲内にあるという限定条件の下で、符号yは0~約20の数であり、符号aは0~2の数であり、M^{vi}は



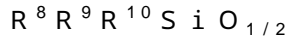
(R¹は炭素原子数2~10の一価不飽和炭化水素基であり、R²及びR³は各々独立に炭素原子数1~40の一価炭化水素基である)として定義され、Dは



(R⁴及びR⁵は各々独立に炭素原子数1~40の一価炭化水素基である)として定義され、D^{vi}は

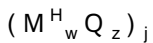


(R⁶は炭素原子数2~10の一価不飽和炭化水素基であり、R⁷は独立に炭素原子数1~40の一価炭化水素基である)として定義され、Mは

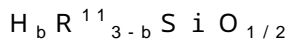


(R⁸、R⁹及びR¹⁰は各々独立に炭素原子数1~40の一価炭化水素基である)として定義される]の線状アルケニル停止ポリオルガノシロキサンと

(2)次式:



[式中、Qは式SiO_{4/2}を有するものであり、M^Hは



(R¹¹は炭素原子数1~40の一価炭化水素基であり、符号bは1~3の数である)として定義され、符号wとzの比は0.5~4.0であり、符号jは約2.0~約100の数である]の樹脂との、

(3)25で約1000センチストークス未満の粘度を有する第一のシリコーンの存在下でのヒドロシリル化によって生じる、ASTM D-2240-91によるデュロメーター硬度が5以上のゲル、及び

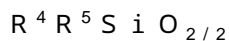
(B)25で約1000センチストークス未満の粘度を有する第二のシリコーンを含んでなるシリコーン組成物であって、上記ゲルを上記第二のシリコーン中に懸濁してかつ該第二のシリコーンとの混合処理に付したものであり、それによって上記第二のシリコーンと上記ゲルを含んでなる均一な液体で、25において500~150000センチストークスの粘度を有する均一な液体を生じさせた、シリコーン組成物を提供する。

【0008】

上記ゲル(5以上のASTM D-2240-91デュロメーター硬度を有する)は、好ましくは、次式:



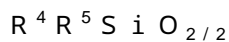
[式中、符号fは約3~約6の整数であり、Dは



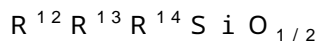
(R⁴及びR⁵は各々独立に炭素原子数1~40の一価炭化水素基である)として定義される]の環状シリコーン及び次式:



[式中、Dは



(R⁴及びR⁵は各々独立に炭素原子数1~40の一価炭化水素基である)として定義され、符号iは0~約300であり、Mは



(R¹²、R¹³及びR¹⁴は各々独立に炭素原子数1~40の一価炭化水素基である)として定義される]の線状シリコーンからなる群から選択されるシリコーン中で製造される。

【0009】

ゲルは、好ましくは、次式:



10

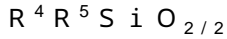
20

30

40

50

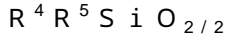
[式中、符号 f は約 3 ~ 約 6 の整数であり、D は



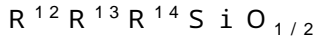
(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価炭化水素基である) として定義される] の環状シリコン及び次式 :



[式中、D は



(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価炭化水素基である) として定義され、符号 i は 0 ~ 約 300 であり、M は



(R^{12} 、 R^{13} 及び R^{14} は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価炭化水素基である) として定義される] の線状シリコンからなる群から選択されるシリコン中に懸濁かつ混合される。

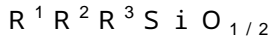
【 0 0 1 0 】

本発明は、また、ASTM D - 2240 - 91 によるデュロメーター硬度が 5 以上のシリコンゲルを液体シリコン中に分散させるための方法であって、当該方法が、

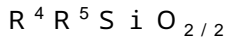
(A) (1) 次式 :



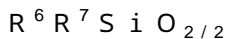
[式中、符号 x は 500 を上回る数であり、 $a + y$ が 1 ~ 約 20 の範囲内にあるという限定条件の下で、符号 y は 0 ~ 約 20 の数であり、符号 a は 0 ~ 2 の数であり、 $M^v{}_i$ は



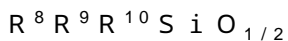
(R^1 は炭素原子数 2 ~ 10 の一価不飽和炭化水素基であり、 R^2 及び R^3 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価炭化水素基である) として定義され、D は



(R^4 及び R^5 は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価炭化水素基である) として定義され、 $D^v{}_i$ は

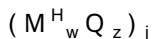


(R^6 は炭素原子数 2 ~ 10 の一価不飽和炭化水素基であり、 R^7 は独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価炭化水素基である) として定義され、M は

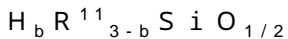


(R^8 、 R^9 及び R^{10} は各々独立に炭素原子数 1 ~ 40 の一価炭化水素基である) として定義される] の線状アルケニル停止ポリオルガノシロキサンと、

(2) 次式 :



[式中、Q は式 $Si O_{4/2}$ を有するものであり、 M^H は



(R^{11} は炭素原子数 1 ~ 40 の一価炭化水素基であり、符号 b は 1 ~ 3 の数である) として定義され、符号 w と z の比は 0.5 ~ 4.0 であり、符号 j は約 2.0 ~ 約 100 の数である] の樹脂とを、

(3) 25 で約 1000 センチストークス未満の粘度を有する第一のシリコンの存在下でヒドロシリル化し、それにより、

(B) ASTM D - 2240 - 91 によるデュロメーター硬度が 5 以上のゲルを生じさせ、

(C) 上記ゲルを、25 で約 1000 センチストークス未満の粘度を有する第二のシリコンで懸濁し、かつ

(D) 上記ゲルを上記第二のシリコンと混合処理し、それにより

(E) 上記第二のシリコンと上記ゲルを含んでなる均一な液体で、25 において 500 ~ 150000 センチストークスの粘度を有する均一な液体を生じさせる

ことを含んでなる方法も提供する。

【 0 0 1 1 】

10

20

30

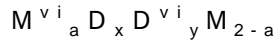
40

50

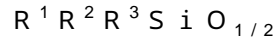
【発明の実施の形態】

本発明の組成物は、下記(1)～(3)：

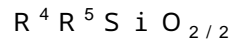
(1) 次式：



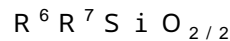
[式中、符号xは500を上回る数、好ましくは600を上回る数、さらに好ましくは700を上回る数、最も好ましくは800を上回る数であり、a+yが1～約20、好ましくは1～約10、さらに好ましくは約1.5～約10、最も好ましくは約1.5～約6の範囲内にあるという限定条件の下で、符号yは0～約20、好ましくは0～約10、さらに好ましくは0～約5、最も好ましくは0～約4の数であり、符号aは0～2の数であり、M^{vi}は



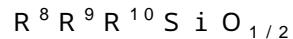
(R¹は炭素原子数2～10の一価不飽和炭化水素基であって、好ましくはスチリル、アリル及びビニル基、さらに好ましくはアリル及びビニル基、最も好ましくはビニル基であり、R²及びR³は各々独立に炭素原子数1～40の一価炭化水素基、好ましくは炭素原子数1～20の一価炭化水素基、さらに好ましくはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、フェニル、ベンジル及びメシチル基からなる群、最も好ましくはメチル及びフェニルからなる群から選択されるものである)として定義され、Dは



(R⁴及びR⁵は各々独立に炭素原子数1～40の一価炭化水素基、好ましくは炭素原子数1～20の一価炭化水素基、さらに好ましくはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、フェニル、ベンジル及びメシチル基からなる群、最も好ましくはメチル及びフェニルからなる群から選択されるものである)として定義され、D^{vi}は



(R⁶は炭素原子数2～10の一価不飽和炭化水素基であって、好ましくはスチリル、アリル及びビニル基、さらに好ましくはアリル及びビニル基、最も好ましくはビニル基であり、R⁷は独立に炭素原子数1～40の一価炭化水素基、好ましくは炭素原子数1～20の一価炭化水素基、さらに好ましくはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、フェニル、ベンジル及びメシチル基からなる群、最も好ましくはメチル及びフェニルからなる群から選択されるものである)として定義され、Mは

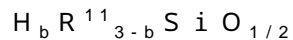


(R⁸、R⁹及びR¹⁰は各々独立に炭素原子数1～40の一価炭化水素基、好ましくは炭素原子数1～20の一価炭化水素基、さらに好ましくはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、フェニル、ベンジル及びメシチル基からなる群、最も好ましくはメチル及びフェニルからなる群から選択されるものである)として定義される]の線状アルケニル停止ポリオルガノシロキサン；及び

(2) 次式：



[式中、Qは式SiO_{4/2}を有するものであり、M^Hは



(R¹¹は炭素原子数1～40の一価炭化水素基、好ましくは炭素原子数1～20の一価炭化水素基、さらに好ましくはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、フェニル、ベンジル及びメシチル基からなる群、最も好ましくはメチル及びフェニルからなる群から選択されるものであり、符号bは1～3の数である)として定義され、符号wとzは0.5～4.0、好ましくは0.6～3.5、さらに好ましくは0.75～3.0、最も好ましくは1.0～3.0の比を有し、符号jは約2.0～約100、好ましくは約2.

10

20

30

40

50

0 ~ 約30、さらに好ましくは約2.0 ~ 約10、最も好ましくは約3.0 ~ 約5.0の数である]の樹脂；及び

(3) シリコーン

のヒドロシリル化付加生成物を含んでなり、(1)と(2)の付加生成物と(3)の混合物を剪断力に付したものである。

【0012】

上記ヒドロシリル化反応は、ルテニウム、オスミウム、ロジウム、イリジウム、パラジウム及び白金ヒドロシリル化触媒からなる群から選択されるヒドロシリル化触媒の存在下で実施される。かかる触媒の具体例としては、米国特許第2823218号、同第3159601号、同第3159662号及び同第3775452号に記載されているものがある。

10

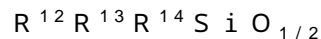
【0013】

本発明では、成分(3)のシリコーンは25で約1000センチストークス未満の粘度を有する有機ケイ素化合物であればどんなものでもよいと定義されるが、好ましくは25で約500センチストークス未満の粘度、さらに好ましくは25で約250センチストークス未満の粘度、最も好ましくは25で約100センチストークス未満の粘度を有するものである。したがって、 D_3 、 D_4 、 D_5 及び D_6 。(すなわち、符号fが3~6の範囲にある D_f 、ただし、Dは上記で定義した通りであって、この場合の R^4 及び R^5 は好ましくはメチルである)のような低分子量環状シリコーン、並びに次式：



20

[式中、Dは、上記でDに関して定義したのと同じ置換基から独立に選択されるもので、Mは次式：



(R^{12} 、 R^{13} 及び R^{14} は各々独立に炭素原子数1~40の一価炭化水素基、好ましくは炭素原子数1~20の一価炭化水素基、さらに好ましくはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、*n*-ブチル、イソブチル、*sec*-ブチル、*tert*-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、フェニル、ベンジル及びメシチル基からなる群、最も好ましくはメチル及びフェニルからなる群から選択されるものである)を有するものであり、符号iは0~約300、好ましくは0~約100、さらに好ましくは0~約50、最も好ましくは0~約20である]の低分子量線状シリコーンが、このような揮発性シリコーンである。好ましくは、成分(3)は揮発性低分子量シリコーンである。

30

【0014】

本発明のゲルの調製に用いられる材料を、シリコーン化学の現場慣行で一般に認められている定義に属す構造要素M、D、T及びQを用いた式で定義してきた。個々の分子或いは純粋な化合物としては、上記の各式の符号は整数値(適宜0を含む)しか取り得ない。種々の化合物(その各々が分子についての定義を満足する)からなる複雑な混合物としては、混合物を表す符号は整数以外の値(適宜0を含む)を取ることもある。ただし、ある符号についてそのような整数以外の値を取るとしても、その値は、その符号について整数値として規定されているときはその範囲の上限と下限の間にある。例えば、成分(1)の純粋な化合物を表す場合、符号aは0、1又は2の値を取り得る。各種化合物の混合物としては、成分(1)は符号aについての平均値であり、各々0、1及び2に等しいaをもつ分子種の数に依存する。同じことは成分(2)についてもいえる。

40

【0015】

よって、成分(1)が具体的アルケニル官能化としてビニル官能化シリコーンであって様々なビニル含有化合物の混合物であるときには、定義通り、成分(1)の平均した符号は、ビニル当量に換算して約1500~約150000、好ましくは約4500~約110000、さらに好ましくは約10000~約70000、最も好ましくは約15000~約45000の範囲に広がる。これらの当量はビニル置換基について特異的な当量であって、別のオレフィン性置換基で置換したときに生じる当量範囲は異なっているが、ほぼ同様である。同様に、混合物としての成分(2)の平均した符号は、定義通り、ハイドラ

50

イド当量に換算して約80～約190、好ましくは約82～約170、さらに好ましくは約85～約150、最も好ましくは約87～約130の範囲に広がる。

【0016】

さらに、成分(1)に存在するアルケニル官能基は平均で1分子当たり約1～約20個のアルケニル基の範囲にあるのが望ましく、好ましくは1分子当たり約1～約10個のアルケニル基、さらに好ましくは1分子当たり約1.5～約10個のアルケニル基、最も好ましくは1分子当たり約1.5～約6個のアルケニル基の範囲内にある。加えて、成分(2)に存在するハイドライド官能基は平均で1分子当たり約8～約400個のSiH基の範囲にあるのが望ましく、好ましくは1分子当たり約8～約100個のSiH基、さらに好ましくは1分子当たり約8～約50個のSiH基、最も好ましくは1分子当たり約8～約20個のSiH基の範囲内にある。

10

【0017】

成分(1)と成分(2)(共に純粋な化合物又は混合物として)は成分(3)の存在下で触媒反応してあるポリマー含有量をもつゲルを生じるが、そのおおよそのポリマー含有量は架橋ポリマー約5～約75重量%、好ましくは架橋ポリマー約10～約60重量%、さらに好ましくは架橋ポリマー約15～約40重量%、最も好ましくは架橋ポリマー約20～約35重量%であり、残余は揮発性の低分子量シリコンオイルである。この最初に生じるゲルがいったん調製されたら、これを追加量の揮発性低分子量シリコン(すなわち、追加成分(3)、これは初期生成ゲルの調製に使用される成分(3)と異なってもよい)と混合し、混合もしくは剪断力に付して均一な液体ゲルを生じさせる。この均一な液体ゲルは、架橋ポリマー約1～約25重量%、好ましくは架橋ポリマー約2～約20重量%、さらに好ましくは架橋ポリマー約3～約15重量%、最も好ましくは架橋ポリマー約3～約10重量%であり、残余は揮発性の低分子量シリコンオイルである成分(3)又は成分(3)の定義を満たす各種化合物の混合物である。

20

【0018】

初期生成ゲルは十分に粘稠であって液体流動は普通観察されない。架橋高分子物質として、最初に生成する25重量%の架橋高分子網状構造をもつゲルは、5以上、好ましくは7以上、さらに好ましくは10以上、最も好ましくは15以上のデュロメーター硬度(ASTM D-2240-91による)を有する。デュロメーター硬度試験についてのASTM試験値は、正に固体として特徴付け得るほどの十分な流動抵抗を材料がもつことの指標となる。

30

【0019】

初期生成ゲルの流動抵抗は高速度の混合又は剪断処理によってなくなり、得られる組成物もしくは混合物は均一な液体となって25で約500～約150000センチストークスの粘度を有するようになるが、さらに好ましくは得られる組成物もしくは混合物の粘度は25で約1000～約100000センチストークスの粘度であり、最も好ましくは得られる組成物もしくは混合物の粘度は25で約10000～約60000センチストークスの粘度である。剪断という用語は、上記組成物に対して力を加えることを意味しており、混合物は三本ロール練り機、二本ロールミル、サンドグラインダー、コロイドミル、ゴーリン(Gaulin)ホモジナイザー、ソニレーター(Sonilator)、ロス(Ross;登録商標)ミキサー、マイクロフルイダイザー(Microfluidizer)などを用いて処理される。

40

【0020】

これらの組成物を剪断力に付すと、パーソナルケアもしくは化粧用に適した改善された塗布性及び質もしくは感触をもつ成分を生じる。この性質が最も望まれるパーソナルケア用途には、デオドラント類、発汗抑制剤、スキนครリーム、フェイシャルクリーム、ヘアケア製品、例えばシャンプー、ムース、スタイリングジェル、保護クリーム、カラー化粧品、例えば口紅、ファンデーション、頬紅、メイクアップ、マスカラなど、さらにはシリコン成分の添加が従前行われてきたその他の化粧品におけるものがあるが、これらに限定されるものではない。

【0021】

50

本明細書で引用した米国特許の開示内容は文献の援用によって本明細書の内容の一部をなす。

【0022】

【実施例】

例1：揮発性低分子量シリコンオイル中での架橋シリコンポリマーの調製

反応容器内で所定のシリルハイドライド種、所定のビニル種及び揮発性低分子量シリコンオイルを混合することによって架橋シリコンポリマーを製造した。かかる混合物に、標準的なヒドロシリル化触媒を加えた。白金触媒の存在下でのヒドロシリル化は米国特許第3159601号、同第3159662号、同第3220972号、同第3715334号及び同第3775452号に記載されており、その開示内容は文献の援用によって本明細書の内容の一部をなす。ヒドロシリル化触媒を含んだ混合物を加熱して、所定の条件下で反応させた。例えば、 $(M^H_2Q)_4$ ($w=2$ 、 $z=1$ 、 $j=4$) 1.11g、ビニル当量33750g/当量ビニルのビニル末端シロキサン250g、及びオクタメチルシクロテトラシロキサン650gをドウミキサーに入れて攪拌した。オクタメチルシクロテトラシロキサン中0.11%の白金触媒100gを加えた。反応系を攪拌し80に2時間加熱した。反応を冷却し、生成物を単離した。この一般的手順にしたがって、組成物A~T、更に表1に記載の配合量でU及びVを製造した。これらの標品でビニルシロキサンは次の通り色々であった。

1) ジビニルシロキサン(A)は $M^v_i D_x M^v_i$ であり、ここで M^v_i は $R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2}$ であるが、ただし R^1 は $(CH_2=CH)$ であって R^2 及び R^3 は各々独立に CH_3 であり、かつDは $R^4 R^5 SiO_{2/2}$ であるが、ただし R^4 及び R^5 は各々独立に CH_3 であり、xは約450~約1250である；

2) モノビニルシロキサン(B)は $M^v_i D_y M$ であり、ここで M^v_i は $R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2}$ であるが、ただし R^1 は $(CH_2=CH)$ であって R^2 及び R^3 は各々独立に CH_3 であり、かつDは $R^4 R^5 SiO_{2/2}$ であるが、ただし R^4 及び R^5 は各々独立に CH_3 であり、yはほぼ200に等しく、Mは $R^8 R^9 R^{10} SiO_{1/2}$ であるが、ただし R^8 、 R^9 及び R^{10} は各々独立に CH_3 である；

3) ペンタビニルシロキサン(C)は $MD_i D^v_i_k M$ であり、ここでMは $R^8 R^9 R^{10} SiO_{1/2}$ であるが、ただし R^8 、 R^9 及び R^{10} は各々独立に CH_3 であり、Dは $R^4 R^5 SiO_{2/2}$ であるが、ただし R^4 及び R^5 は各々独立に CH_3 であり、iはほぼ200に等しく、 D^v_i は $R^6 R^7 SiO_{2/2}$ であるが、ただし R^6 は $(CH_2=CH)$ であって R^7 は独立に CH_3 であり、かつkはほぼ5に等しい。

【0023】

【表1】

表 1

揮発性低分子量シリコンオイル中での架橋高分子シロキサン¹の調製：(M^H₂Q)₄樹脂をジビニル末端シロキサン(A)と反応

組成物	Si-H 対 Si-ビニル 比	ジビニル シロキサンA (分子量)	ポリマー (重量%)	揮発性低分子量 シリコン (重量%)	白金 (ppm)
A	0.7/1.0	66800	25	75	10
B	0.9/1.0	66800	25	75	10
C	1.0/1.0	66800	25	75	10
D	1.1/1.0	66800	25	75	10
E	1.3/1.0	66800	25	75	10
F	1.5/1.0	66800	25	75	10
G	1.58/1.0	66800	25	75	10
H	1.3/1.0	33500	25	75	10
I	1.3/1.0	92700	25	75	10
J	1.3/1.0	66800	25	75*	10
U	1.3/1.0	66800	50	50	5
V	1.3/1.0	66800	15	85	5

注：

D₅ (デカメチルシクロペンタシロキサン) を利用した標品 J を除き、他のすべての標品では D₄ (オクタメチルシクロテトラシロキサン) を利用した。

【 0 0 2 4 】

標品 A ~ G はヒドロシリル化反応のハイドライド対ビニル比の変化について調べたものである。標品 E、H 及び I は、ヒドロシリル化反応のビニル成分の分子量の変化について調べたものである。標品 E 及び J は揮発性低分子量シリコンオイルの変化について調べたものである。

ジビニルシロキサン A というただ 1 種類のビニルシロキサン化合物しか用いていない表 1 に示す標品とは対照的に、以下の標品では、ジビニルシロキサン A とモノビニルシロキサン B の 2 種類のビニルシロキサン化合物の混合物を利用した。

【 0 0 2 5 】

【表 2】

表 2

揮発性低分子量シリコンオイル中での架橋高分子シロキサンの調製： $(M^H_2Q)_4$
樹脂をジビニル末端シロキサン(A)とモノビニルシロキサン(B)の混合物と反応

組成物	Si-H対 Si-ビニル 比	ジビニル シロキサンA (分子量)	モノビニル シロキサンB (分子量)	A/B	ポリマー (重量%)	揮発性低分子 量シリコン (重量%)	白金 (ppm)
K	1.3/1.0	66800	15900	90/10	25	75	10
L	1.3/1.0	66800	15900	80/20	25	75	10
M	1.3/1.0	66800	15900	70/30	25	75	10
N	1.3/1.0	66800	15900	60/40	25	75	10
O	1.3/1.0	66800	15900	50/50	25	75	10
P	1.1/1.0	66800	15900	90/10	25	75	10
Q	1.1/1.0	66800	15900	70/30	25	75	10
R	1.1/1.0	66800	15900	50/50	25	75	10

10

20

【0026】

標品K～Oは、一定のハイドライド対ビニル比において、ジビニルシロキサンAとモノビニルシロキサンBの比を変化させたものである。標品P～Rは、標品K～Oとは異なる一定のハイドライド対ビニル比において、ジビニルシロキサンAとモノビニルシロキサンBの比を変化させたものである。

ジビニルシロキサンAというただ1種類のビニルシロキサン化合物しか用いていない表1に示す標品とは対照的に、以下の標品では、ジビニルシロキサンAとペンタビニルシロキサンCの2種類のビニルシロキサン化合物の混合物を利用した。

30

【0027】

【表3】

表 3

揮発性低分子量シリコンオイル中での架橋高分子シロキサンの調製： $(M^H_2Q)_4$
樹脂をジビニル末端シロキサン(A)とペンタビニルシロキサン(C)の混合物と
反応

組成物	Si-H対 Si-ビニル 比	ジビニル シロキサンA (分子量)	ペンタビニル シロキサンC (分子量)	A/C	ポリマー (重量%)	揮発性低分 子量シリコー ン(重量%)	白金 (ppm)
S	1.3/1.0	66800	16200	90/10	25	75	10
T	1.3/1.0	66800	16200	80/20	25	75	10

40

【0028】

表3に示す標品は、表2に示す標品とは、架橋物の調製に使用したビニルシロキサンの混

50

合物が異なる。

例 2：揮発性低分子量シリコンオイルでの架橋ゲルの稀釈

例 1 で製造した架橋ゲルをさらに揮発性低分子量シリコンオイルで稀釈してスラリーとした。稀釈に使用した揮発性低分子量シリコンオイルは架橋ゲルの調製に使用したものと同一又は異なるものであった。スラリーをホモジナイザー内で剪断力に付して、特定の化粧用途に望まれる粘度の透明な生成物を生じさせた。剪断力に付したゲル揮発物スラリーの粘度は 25 において約 100 センチストークスから約 100000 センチストークスを超えるものまでであった。例えば、400 g の標品 E を 1600 g の D₄（オクタメチルシクロテトラシロキサン）とブレンドした。標品 E は架橋ポリマーを 25 重量%、すなわち 100 g 含んでおり、上記の D₄ 中の E のスラリーはポリマー濃度が 5 重量%である。この D₄ 中 5 重量% 架橋ポリマーの混合物を 7000 psi の圧でゴーリンホモジナイザーに通した。得られた物質は透明で、25 で 120000 センチストークスの粘度を有していた。この一般的手順による他の材料の調製を表 4 に示す。

【0029】

【表 4】

剪断処理架橋シロキサンポリマーの粘度

組成物	表 1~3 のゲル	ゲル 重量%	揮発性低分子量 シリコン重量%	25°Cでの粘度 (cps)
AA	A	5	95	28400
BB	B	5	95	35300
CC	C	5	95	61800
DD	D	5	95	74100
EE	E	5	95	115000
FF	F	5	95	110000
GG	G	5	95	112000
HH	H	5	95	47300
II	I	5	95	31400
JJ	J	5	95	80000
KK	K	5	95	72700
LL	L	5	95	49000
MM	M	5	95	27200
NN	N	5	95	8600
OO	O	5	95	2500
PP	P	5	95	49000
QQ	Q	5	95	22000
RR	R	5	95	1800
SS	S	5	95	81700
TT	T	5	95	93100
UU	U	6	94	20000
VV	V	3.5	96.5	122000

【0030】

これらのデータは以下のことを示している。

- 1) ハイドライド対アルケニル（ビニル）比がアルケニル 1.0 に対しハイドライド 0.7 から 1.6 へと変化するにしたがって、生成ゲル粘度が増大すること、
- 2) アルケニル成分の分子量の増加に伴い、架橋部位間の距離が広がって
 1. 揮発性シリコン添加時の初期生成ポリマーゲルの膨潤能力が高まり、かつ
 2. 粘度が増大する傾向にあること、並びに

10

20

30

40

50

3) アルケニル前駆体の平均官能価を 1.3 から 2.0 へと増やすと、架橋密度が増大して、かつ得られる生成物の粘度が高まる。

【0031】

例3：低架橋密度ゲルと高架橋密度ゲルとの比較

本発明の処理済みゲルは、ビニル基についての当量がかかなり低いビニルシロキサンと M^HQ 樹脂の使用により、高い架橋密度を有している。比較のため、低い架橋密度のゲルを調製した。例1のゲルの調製について概略した手順を、(平均)1分子当たり2当量のハイドライドしか含まない線状ハイドライドシロキサン及び1分子当たり2当量のビニル基しか含まないビニルシロキサンと共に利用した。例えば、分子量約1818の水素末端シロキサン2.02g及び分子量67500のビニル末端シロキサン75gを425gのオクタメチルシクロテトラシロキサンと混合した。この混合物を前述の通り攪拌して10ppmの白金触媒を加えた。この混合物を80℃に5時間加熱した。生成物を冷却して単離した。粘度は25℃で88.5センチストークスであった。この結果は、低官能価成分で製造したシロキサンポリマーは架橋度が低く、そのため揮発性シロキサンの粘度調節には効率が低いことを実証している。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 9 K 3/00 (2006.01) C 0 9 K 3/00 1 0 3 G
C 0 9 K 3/00 1 0 3 L

(72)発明者 ヴァージニア・ヴァン・ヴァルケンバーグ・パウエル
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、イースト・ナッサウ、ウェブスター・ヒル・ロード、ボックス
・ 2 6 6 (番地なし)

審査官 守安 智

(56)参考文献 特開平 0 5 - 1 7 8 7 3 4 (J P , A)
特開平 0 1 - 2 0 7 3 5 4 (J P , A)
特開平 0 2 - 0 4 3 2 6 3 (J P , A)
特開平 0 2 - 2 1 4 7 7 5 (J P , A)
特開平 0 4 - 2 7 2 9 3 2 (J P , A)
特開平 0 5 - 1 4 0 3 2 0 (J P , A)
特開平 0 8 - 0 2 7 2 7 2 (J P , A)
特開平 1 1 - 2 8 6 5 5 2 (J P , A)
特開平 1 1 - 2 9 2 9 7 0 (J P , A)
特開 2 0 0 0 - 0 1 7 1 7 4 (J P , A)
特開 2 0 0 0 - 1 4 3 9 8 9 (J P , A)
特表 2 0 0 1 - 5 0 3 0 4 3 (J P , A)
特表 2 0 0 1 - 5 0 1 9 1 3 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C08G 77/00-77/62
C08L 83/00-83/16
A61K 8/00-8/99
C09K 3/00