

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5139619号
(P5139619)

(45) 発行日 平成25年2月6日 (2013.2.6)

(24) 登録日 平成24年11月22日 (2012.11.22)

(51) Int. Cl.

F I

C O 8 G 77/388 (2006.01)

C O 8 G 77/388

C O 8 L 83/08 (2006.01)

C O 8 L 83/08

A 6 1 K 8/898 (2006.01)

A 6 1 K 8/898

A 6 1 Q 5/00 (2006.01)

A 6 1 Q 5/00

請求項の数 36 (全 25 頁)

(21) 出願番号 特願2002-512281 (P2002-512281)
 (86) (22) 出願日 平成13年6月6日 (2001.6.6)
 (65) 公表番号 特表2004-504432 (P2004-504432A)
 (43) 公表日 平成16年2月12日 (2004.2.12)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2001/018297
 (87) 国際公開番号 W02002/006382
 (87) 国際公開日 平成14年1月24日 (2002.1.24)
 審査請求日 平成20年5月16日 (2008.5.16)
 (31) 優先権主張番号 09/616,534
 (32) 優先日 平成12年7月14日 (2000.7.14)
 (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
 アルズ・インク
 アメリカ合衆国 ニューヨーク州 アルバ
 ニー コーポレート ウッズ ブールヴァ
 ード 22
 (74) 代理人 100116872
 弁理士 藤田 和子
 (72) 発明者 ブッツ、 マシュウ、 デヴィッド
 アメリカ合衆国 12148 ニューヨー
 ク州 レックスフォード アロウヘッド
 パーク 7

最終頁に続く

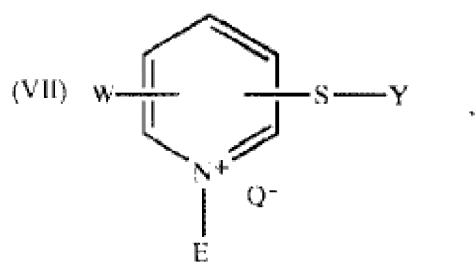
(54) 【発明の名称】 パーソナルケア製品用シリコン組成物および製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

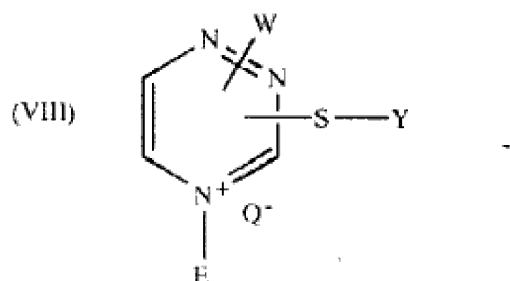
【請求項 1】

ポリシロキサンまたはシリコン樹脂にリンカーを介して分子フックが結合したシリコン化合物であって、前記分子フックと前記リンカーからなる部分構造が、式 (V I I)、(V I I I)、(I X)、(X) のいずれかで表され、

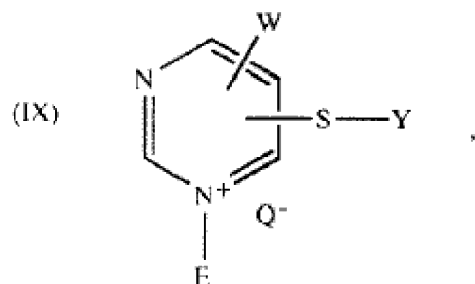
【化 1】



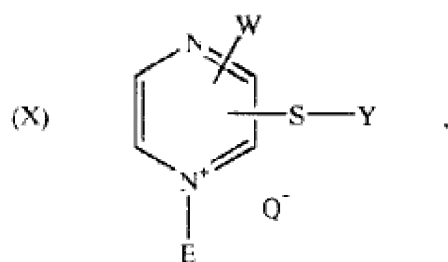
10



20



30



[式中、Y は前記リンカーであり；E はメチルであり、
W は水素であるか、

あるいは OCN の O - 連結基；

NCO、NCS、NO₂ の N - 連結基；

CHO、CHS、CN、ハロゲンから選択され、

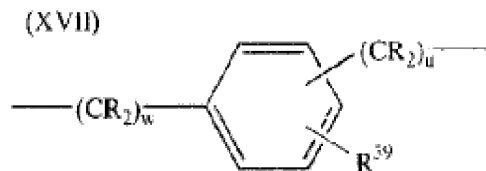
ハロゲンがフッ素、塩素、臭素またはヨウ素であり；

対イオン Q⁻ は、ハロゲンイオン、ホウ酸イオン、リン酸イオン、トシル酸イオン、メシル酸イオンおよびトリフルオロメタンスルホン酸イオンからなる群から選択される]

前記リンカーが、式 (XVII) で表される構造を有する、シリコン化合物。

40

【化 2】



[式中、

u は、1 ～ 10 の範囲であり；

w は 1 または 2 であり；

R は独立に、水素（H）、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリールおよび C_{7-22} アラルキルから選択され、 R^{39} は、水素（H）、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリール、 C_{7-22} アラルキルから選択され、

前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂は、

$(CR_2)_w$

に結合し、

前記分子フックは、

$(CR_2)_u$

に結合している]

【請求項 2】

前記リンカーが、前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂のケイ素、炭素、酸素、窒素または硫黄原子を介して前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂に結合している請求項 1 に記載のシリコーン化合物。

【請求項 3】

前記リンカーが、前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂のケイ素原子を介して前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂に結合している請求項 2 に記載のシリコーン化合物。

【請求項 4】

前記シリコーン化合物が下記式の構造を有する請求項 1 に記載のシリコーン化合物。

$M_a M'_b D_c D'_d T_e T'_f Q_g$

[式中、下付文字 a 、 b 、 c 、 d 、 e 、 f および g はゼロまたは正の整数であって、下付文字 b 、 d および f の合計が 1 または 2 であるという制限を受けており；

M は、式 $R^{34}_3 Si O_{1/2}$ の構造を有しており；

M' は、式 $(Z-Y) R^{35}_2 Si O_{1/2}$ の構造を有しており；

D は、式 $R^{36}_2 Si O_{2/2}$ の構造を有しており；

D' は、式 $(Z-Y) R^{37}_2 Si O_{2/2}$ の構造を有しており；

T は、式 $R^{38}_3 Si O_{3/2}$ の構造を有しており；

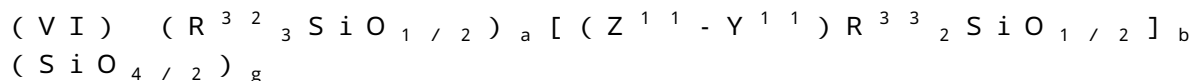
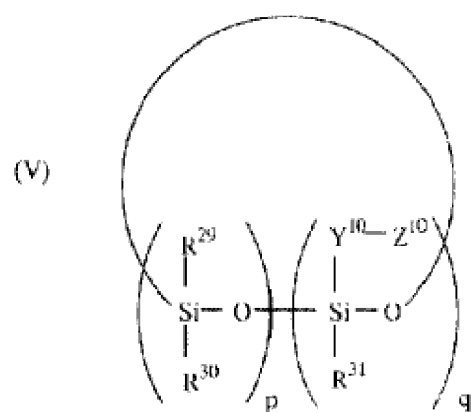
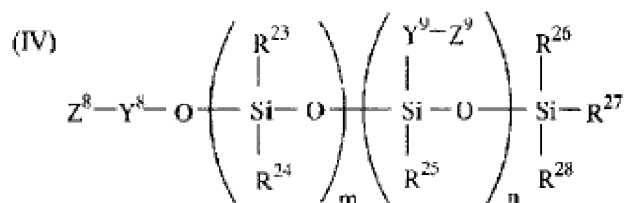
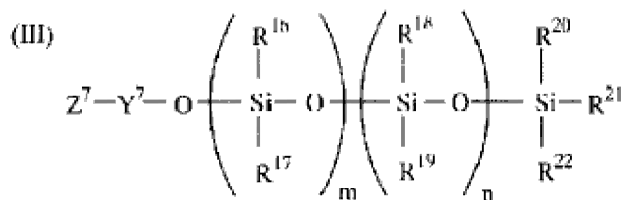
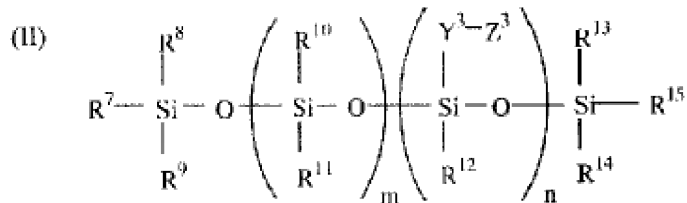
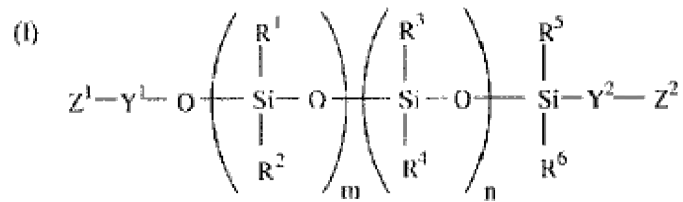
T' は、式 $(Z-Y) Si O_{3/2}$ の構造を有しており；

Q は、式 $Si O_{4/2}$ の構造を有しており； R^{34} 、 R^{35} 、 R^{36} 、 R^{37} 、 R^{38} は各場合においてそれぞれ独立に、水素原子、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリールおよび C_{7-22} アラルキルまたは C_{1-22} フルオロアルキル、ポリエーテルまたはアミノアルキルであり；各 Z は各場合において独立に、前記分子フックであり；各 Y は各場合において独立に、前記リンカーである]

【請求項 5】

前記シリコーン化合物が、下記式 (I)、(II)、(III)、(IV)、(V) または (VI) のいずれかで表される化合物である請求項 4 に記載のシリコーン化合物。

【化 3】



[式中、各 R^{1-33} は各場合において独立に、水素原子、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリール、 C_{7-22} アラルキルおよび C_{1-22} フルオロアルキルであり； Z^{1-3} および Z^{7-11} は各場合において独立に前記分子フックであり； Y^{1-3} および Y^{7-11} は各場合において独立に前記リンカーであり；各式において「 m 」は、 $0 \sim 26000$ の範囲の値を有し；各式において「 n 」は、 $0 \sim 2$ の範囲の値を有し、ただし、式 (II) において「 n 」は 0 ではなく；各式において「 $m+n$ 」は、 $1 \sim 26000$ の範囲の値を有し；「 q 」は、 1 または 2 の値を有し；「 $p+q$ 」は、少なくとも 3 の値を有し；「 a 」は 1 またはそれより大きい値を有し；「 b 」および「 g 」は少なくとも 1 の値を有する]

【請求項 6】

前記シリコン化合物が、式 (I)、(II)、(III) または (IV) のいずれかで表され； R^{1-28} がメチルであり；各式において「m」が、15～120の範囲の値を有し；各式において「m+n」が、15～120の範囲の値を有する請求項5に記載のシリコン化合物。

【請求項7】

前記シリコン化合物が、式 (V) で表され；「p+q」が3～6の範囲の値を有し； R^{29-31} がメチルである請求項5に記載のシリコン化合物。

【請求項8】

前記Z-Y部分構造が、前記ポリシロキサンまたはシリコン樹脂に前記リンカーを介して脱離基が結合した前駆物質中の脱離基を前記分子フックと置き換えることにより調整される請求項5に記載のシリコン化合物。

10

【請求項9】

前記脱離基が、塩素、臭素、ヨウ素、トシレート、メシレート、ホスフェートおよび少なくとも1個のヘテロ原子を有する環状脱離基からなる群から選択される請求項8に記載のシリコン化合物。

【請求項10】

前記脱離基が、ヨウ素、塩素、または臭素である請求項9に記載のシリコン化合物。

【請求項11】

前記リンカーにおいてuが1であり；wが1または2であり；RがHであり； R^{3-9} がHである請求項1に記載のシリコン化合物。

20

【請求項12】

請求項1に記載のシリコン化合物を含むヘアケア製品。

【請求項13】

請求項1に記載のシリコン化合物を含むテキスタイルケア製品。

【請求項14】

請求項1に記載のシリコン化合物を含む化粧品。

【請求項15】

請求項1に記載のシリコン化合物を含む口内ケア製品。

【請求項16】

請求項1に記載のシリコン化合物を含む動物ケア製品。

30

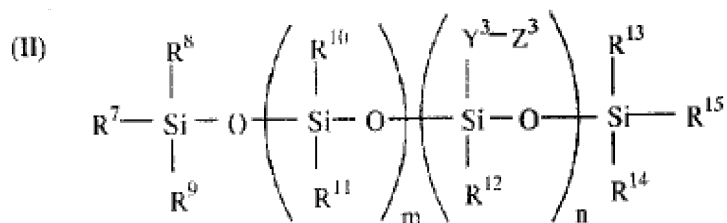
【請求項17】

毛髪へのポリシロキサンまたはシリコン樹脂の付着を行う方法であって、請求項1に記載のシリコン化合物で毛髪をトリートメントする段階を有する方法。

【請求項18】

下記式 (II) の少なくとも1種類の化合物を含むシリコン組成物。

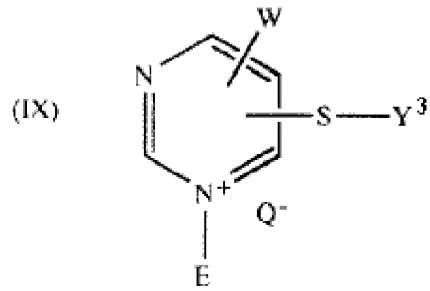
【化4】



40

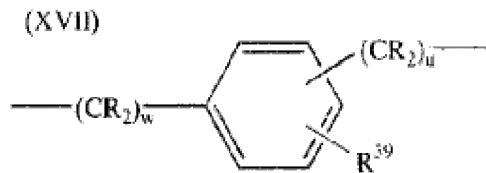
〔式中、各 R^{7-15} はメチルであり； $Z^3 - Y^3$ 部分構造は下記式 (IX) で表され；

【化 5】



Wは水素であり；Eはメチルであり；Qはヨウ化物イオンであり；Y³は下記式（XVI）で表される構造を有し；

【化 6】



「m」は15～120の範囲の値であり、「n」は1または2であり；uは1であり；wは1または2であり；RはHであり；R³⁹はHであり；Y³とSiは（CR₂）_wで結合している]

【請求項 19】

請求項 18 に記載の組成物を含むヘアケア製品。

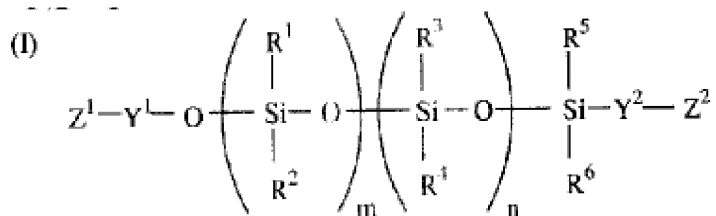
【請求項 20】

毛髪へのポリシロキサンの付着を行う方法であって、請求項 18 に記載の組成物で毛髪をトリートメントする段階を有する方法。

【請求項 21】

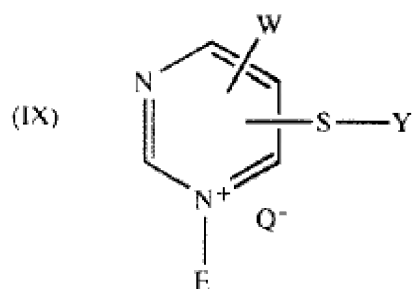
下記式（I）の少なくとも 1 種類の化合物を含むシリコン組成物。

【化 7】



[式中、各 R¹～⁶ はメチルであり；Z¹-Y¹ 及び Z²-Y² は下記式（IX）で表され；

【化 8】

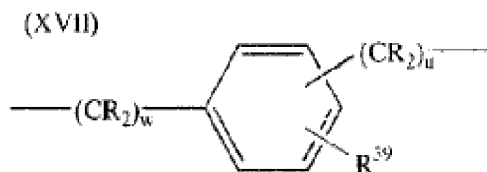


30

40

50

Wは水素であり；Eはメチルであり；Qはヨウ化物イオン、塩化物イオンまたは臭化物イオンであり；Yは Y^1 又は Y^2 であり、 $Y^1 - 2$ は下記式(XVII)の構造を有し；
【化9】



10

「 $m + n$ 」は15～120の範囲の値であり；uは1であり；wは1または2であり；RはHであり； R^{39} はHであり； Y^1 とO及び Y^2 とSiは $(CR_2)_w$ で結合している

【請求項22】

請求項21に記載の組成物を含むヘアケア製品。

【請求項23】

毛髪へのポリシロキサンが付着を行う方法であって、請求項21に記載の組成物で毛髪をトリートメントする段階を有する方法。

【請求項24】

請求項1記載のシリコン化合物の製造方法において、リンカーと分子フック、リンカーとポリシロキサンもしくはシリコン樹脂を結合させる段階を有し、前記リンカーが式(XVII)で表される構造を有し、前記分子フックと前記リンカーとからなる部分構造が式(VII)、(VIII)、(IX)、(X)のいずれかで表される構造を有する方法。

20

【化10】



30

[式中、

uは、1～10の範囲であり；

wは1または2であり；

Rは独立に、水素(H)、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリールおよび C_{7-22} アラルキルから選択され

R^{39} は、水素(H)、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリール、 C_{7-22} アラルキルから選択され

前記ポリシロキサンまたはシリコン樹脂は、

40

$(CR_2)_w$

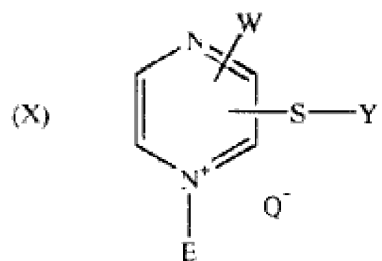
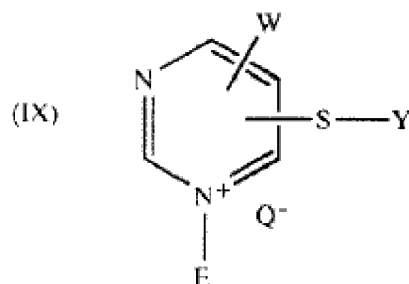
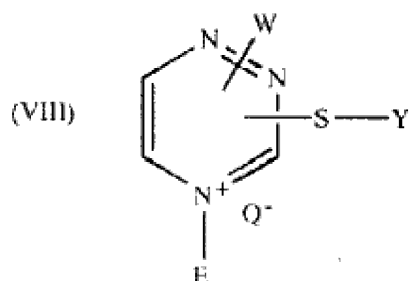
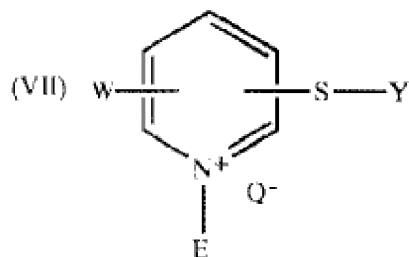
に結合し、

前記分子フックは、

$(CR_2)_u$

に結合している]

【化 1 1】



[式中、Y は前記リンカーであり；E はメチルであり、

W は水素であるか、

あるいは OCN の O - 連結基；

NC O、NC S、NO₂ の N - 連結基；

CHO、CH S、CN、ハロゲンから選択され；

ハロゲンがフッ素、塩素、臭素またはヨウ素であり；

対イオン Q⁻ は、ハロゲンイオン、ホウ酸イオン、リン酸イオン、トシル酸イオン、メシル酸イオンおよびトリフルオロメタンスルホン酸イオンからなる群から選択される]

【請求項 2 5】

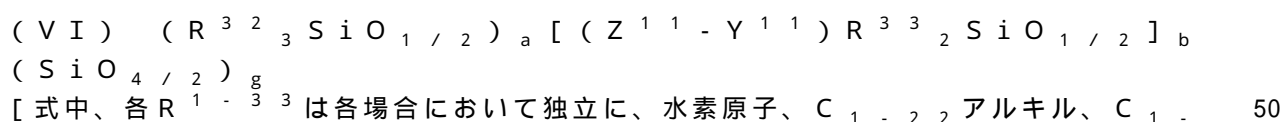
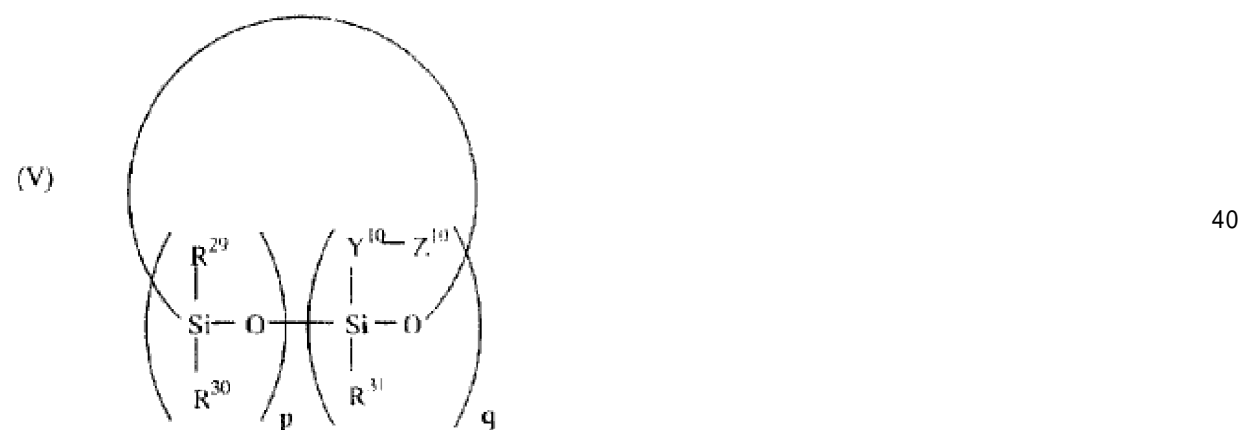
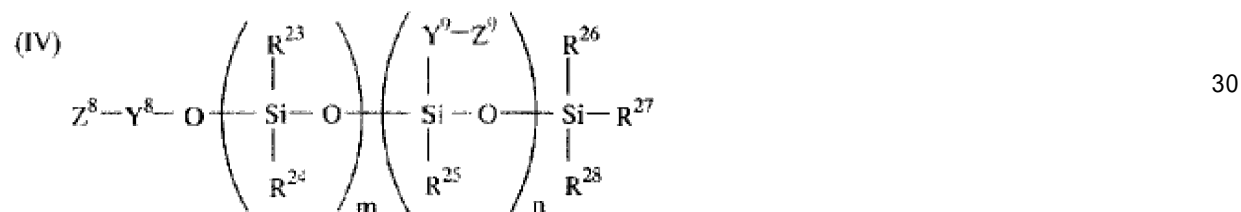
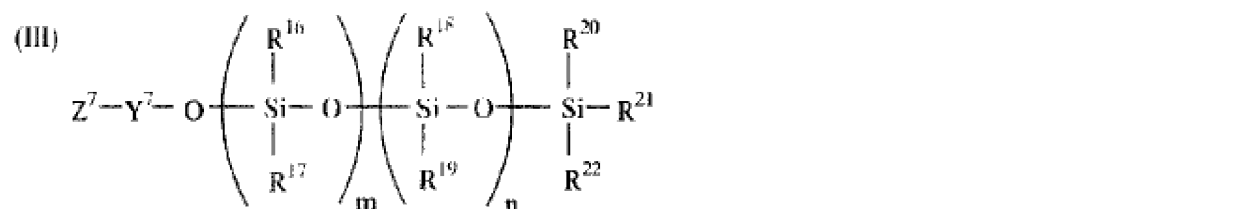
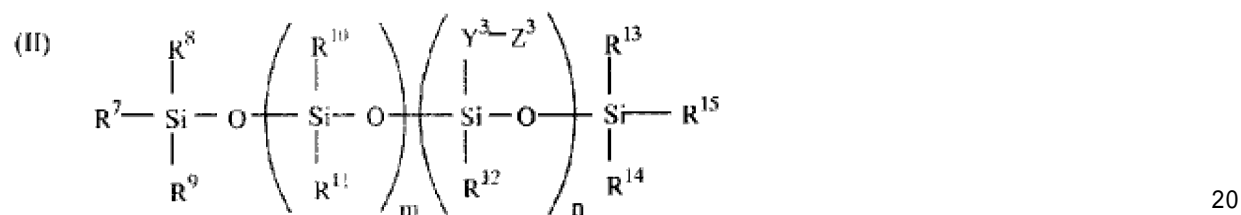
前記リンカーと前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂を結合させる段階、次いで前記分子フックと結合させる段階を有する請求項 2 4 に記載の方法。

【請求項 2 6】

前記リンカーが、ケイ素、炭素、酸素、窒素または硫黄原子を介して前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂に結合している請求項 2 4 に記載の方法。

前記リンカーが、ケイ素原子を介して前記ポリシロキサンまたはシリコン樹脂に結合している請求項 26 に記載の方法。

前記シリコン化合物が、下記式(Ⅰ)、(Ⅱ)、(Ⅲ)、(Ⅳ)、(Ⅴ)または(Ⅵ)のいずれかで表される化合物である請求項24に記載の方法。

$$(I) \quad Z^1-Y^1-O-\left(\begin{array}{c} R^1 \\ | \\ \text{Si} \\ | \\ R^2 \end{array}\right)_m-O-\left(\begin{array}{c} R^3 \\ | \\ \text{Si} \\ | \\ R^4 \end{array}\right)_n-O-\left(\begin{array}{c} R^5 \\ | \\ \text{Si} \\ | \\ R^6 \end{array}\right)-Y^2-Z^2$$


C_{2-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリール、 C_{7-22} アラルキルおよび C_{1-22} フルオロアルキルであり； Z^{1-3} および Z^{7-11} は各場合において独立に前記分子フックであり； Y^{1-3} および Y^{7-11} は各場合において独立に前記リンカーであり；各式において「 m 」は、0～26000の範囲の値を有し；各式において「 n 」は、0～2の範囲の値を有し、ただし、式（ⅠⅠ）において「 n 」は0ではなく；各式において「 $m+n$ 」は、1～26000の範囲の値を有し；「 q 」は、1または2の値を有し；「 $p+q$ 」は、少なくとも3の値を有し；「 a 」は1またはそれより大きい値を有し；「 b 」および「 g 」は少なくとも1の値を有する]

【請求項29】

前記シリコン化合物が、式（Ⅰ）、（ⅠⅠ）、（ⅠⅠⅠ）または（ⅠⅤ）のいずれかで表され； R^{1-28} がメチルであり；各式において「 m 」が、15～120の範囲の値を有し；各式において「 $m+n$ 」が、15～120の範囲の値を有する請求項28に記載の方法。

10

【請求項30】

前記シリコン化合物が、式（Ⅴ）で表され；「 $p+q$ 」が3～6の範囲の値を有し； R^{29-31} がメチルである請求項28に記載の方法。

【請求項31】

前記Z-Y部分構造が、前記ポリシロキサンまたはシリコン樹脂に前記リンカーを介して脱離基が結合した前駆物質中の脱離基を前記分子フックと置き換えることにより製造される請求項28に記載の方法。

20

【請求項32】

前記脱離基が、塩素、臭素、ヨウ素、トシレート、メシレート、ホスフェートおよび少なくとも1個のヘテロ原子を有する環状脱離基からなる群から選択される請求項31に記載の方法。

【請求項33】

前記脱離基が、ヨウ素、塩素または臭素である請求項32に記載の方法。

【請求項34】

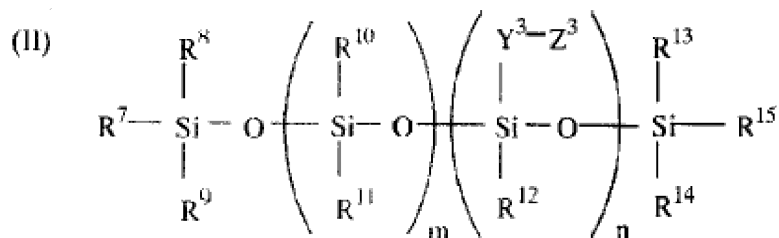
前記リンカーにおいてuが1であり；wが1または2であり；RがHであり； R^{39} がHである請求項24に記載の方法。

【請求項35】

30

前記リンカーと前記ポリシロキサンまたはシリコン樹脂を結合させる段階、次いで前記分子フックと結合させる段階を有する請求項1記載のシリコン化合物の製造方法において、前記シリコン化合物が下記式（ⅠⅠ）の化合物である方法。

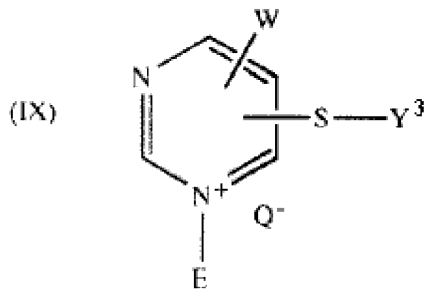
【化13】



40

[式中、各 R^{7-15} はメチルであり； $Z^3 - Y^3$ 部分構造は下記式（ⅠⅩ）で表され；

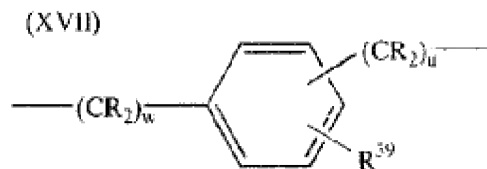
【化 1 4】



10

Wは水素であり；Eはメチルであり；Q⁻はヨウ化物イオンであり；Y³は下記式（X V I I）で表される構造を有し；

【化 1 5】



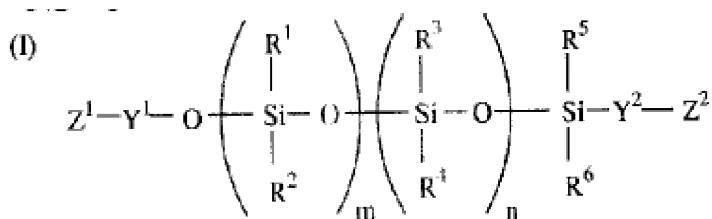
20

「m」は15～120の範囲であり；「n」は1または2であり；uは1であり；wは1または2であり；RはHであり；R^{3 9}はHであり；Y³とSiは（C R₂）_wで結合している]

【請求項 3 6】

前記リンカーと前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂を結合させる段階、次いで前記分子フックと結合させる段階を有する請求項1記載のシリコーン化合物の製造方法において、前記シリコーン化合物が下記式（I）で表される方法。

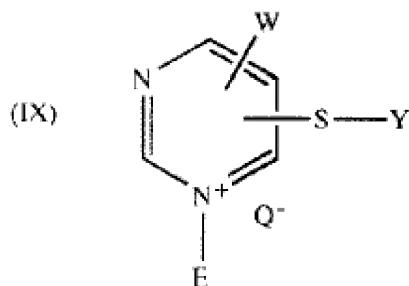
【化 1 6】



30

【式中、各R^{1 - 6}はメチルであり；Z¹-Y¹及びZ²-Y²部分構造は下記式（I X）で表され；

【化 1 7】



40

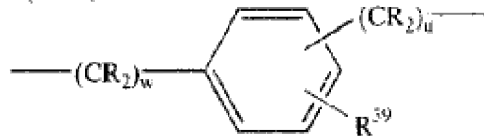
Wは水素であり；Eはメチルであり；Q⁻はヨウ化物イオン、塩化物イオンまたは臭化物イオンであり；YはY¹またはY²であり、Y^{1 - 2}は下記式（X V I I）で表される構

50

造を有し；

【化 1 8】

(XVII)



「 $m + n$ 」は 15 ~ 120 の範囲の値であり； u は 1 であり； w は 1 または 2 であり； R は H であり； R^{39} は H であり； Y^1 と O 及び Y^2 と Si は $(CR_2)_w$ で結合している

10

【発明の詳細な説明】

【0001】

(発明の背景)

本発明は、パーソナルケア用品用組成物に関する。詳細には本発明は、ヘアケア製品でのコンディショニング効果を与えるシリコン組成物に関するものである。

【0002】

シリコン類は、コンディショニング効果を毛髪に与えることから、ヘアケア製品で広く使用されている。現在の技術によると、使用時にシリコンが毛髪に沈着するが、水素結合またはファン・デル・ワールス相互作用などの弱い物理力によってのみ保持される。その相互作用力は弱いことから、沈着によるシリコンの効果は持続時間が短い。概してコンディショニング効果は、毛髪を重みで押し下げる高分子量で高粘度の流体およびガムの沈着によるものである。シリコン組成物の蓄積が、ヘアケアにおける課題であり、それを消費者は重大な短所と感じている。有益なコンディショニング効果はまた、シラノールキャプトアミノ官能化シリコンで毛髪をトリートメントすることによって得られる。それらは、毛髪で凝縮硬化反応を受けて、若干耐久性のある薄膜を形成することができる。繰返し使用においても、やはり蓄積が問題である。

20

【0003】

当業者には、共有結合が「永久的」ヘアトリートメントに対する 1 つの鍵となることが広く知られている。パーマメントウェーブおよびカラートリートメント法などの毛髪の構造を変える方法は、比較的長く続く効果を提供する。その方法には、グリコレート還元および過氧化物再酸化などがある。これらの方法の重大な欠点は、それらが毛髪に非常に大きい損傷を与えるために、たまにしか行うことができないという点である。

30

【0004】

米国特許第 5523080 号および同第 5525332 号においてゴウら (Gough et al.) は、共有結合および「永久的」コンディショニング効果を示すシリコン-アズラクトンポリマーの合成について記載している。ゴウらは、ビニルアズラクトンモノマーおよびメタクリロイルポリジメチルシロキサンモノマーからなるアズラクトン官能化共重合体をシリコン活性基-毛髪構造へ組み込むことについて考察している。シリコン-アズラクトンポリマーを用いるヘアトリートメントは、グリコレートによる還元や過氧化物による再酸化の段階からなるものではない。

40

【0005】

損傷を受けた毛髪のトリートメントに使用することができ、持続的効果を与えることができるシリコン組成物を製造することが望ましい。そこで、毛髪に共有結合的に結合し、同時に消費者が評価するヘアケア効果を与えることができるシリコン製品が常に求められている。

【0006】

(発明の概要)

本発明は、少なくとも 1 種類のポリシロキサンまたはシリコン樹脂、少なくとも 1 種類のリンカー、ならびに 1 種類または 2 種類の分子フックを含むシリコン組成物を提供す

50

る。

【 0 0 0 7 】

本発明はさらに、少なくとも 1 種類のポリシロキサンまたはシリコーン樹脂、少なくとも 1 種類のリンカー、ならびに 1 ~ 2 個の範囲の分子フックを含むシリコーン組成物の製造方法であって、リンカーと分子フックおよびポリシロキサンもしくはシリコーン樹脂とを組み合わせる段階を有する方法をも提供する。

【 0 0 0 8 】

(発明の詳細な説明)

本発明は、少なくとも 1 種類のポリシロキサンまたはシリコーン樹脂、少なくとも 1 種類のリンカー、ならびに 1 種類または 2 種類の分子フックを含むシリコーン組成物を包含するものである。分子フックが 1 ~ 2 個の範囲で存在する場合、2 個より多い分子フックを含む製剤で毛髪を繰返しトリートメントした場合と比較して、蓄積が有意に少なくなる。本明細書で使用される「有意に少ない蓄積」とは、2 個より多い分子フックの場合と比較して、シリコーン組成物が 1 ~ 2 個の分子フックを有する場合に、X 線蛍光による測定で、繰返し使用の結果として毛髪に沈着するシリコーンの量が測定可能な程度に少ないことを指す。

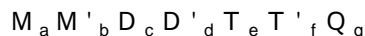
【 0 0 0 9 】

リンカーは、分子フックとポリシロキサンもしくはシリコーン樹脂の原子の両方に結合している。好ましくはリンカーは、ケイ素(Si)、炭素(C)、酸素(O)、窒素(N)または硫黄(S)原子を介して、最も好ましくはケイ素原子を介してポリシロキサンまたはシリコーン樹脂に結合している。複数のリンカーが存在する場合、リンカーが、複数種類の原子を介し、例えばケイ素原子と炭素原子の両方を介して、ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂に結合できることも想到される。

【 0 0 1 0 】

本発明は、下記式の構造を有する少なくとも 1 種類のポリシロキサンまたはシリコーン樹脂を含むものである。

【 0 0 1 1 】



式中、下付文字a、b、c、d、e、fおよびgはゼロまたは正の整数であって、下付文字b、dおよびfの合計が1または2であるという制限を受けており；

Mは、式 $R^{34}_3 SiO_{1/2}$ の構造を有しており；

M'は、式 $(Z-Y)R^{35}_2 SiO_{1/2}$ の構造を有しており；

Dは、式 $R^{36}_2 SiO_{2/2}$ の構造を有しており；

D'は、式 $(Z-Y)R^{37}_2 SiO_{2/2}$ の構造を有しており；

Tは、式 $R^{38}_3 SiO_{3/2}$ の構造を有しており；

T'は、式 $(Z-Y)SiO_{3/2}$ の構造を有しており；

Qは、式 $SiO_{4/2}$ の構造を有しており； R^{34} 、 R^{35} 、 R^{36} 、 R^{37} 、 R^{38} は各場合においてそれぞれ独立に、水素原子、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリールおよび C_{6-22} アルキル置換アリールおよび C_{6-22} アラルキルであり、それらの基はハロゲン化、例えばフッ素化されていて C_{1-22} フルオロアルキルなどのフルオロカーボンを含むことができるか、あるいはアミノ基を有することでアミノプロピルもしくはアミノエチルアミノプロピルなどのアミノアルキルを形成していることができるか、あるいは式 $(CH_2CH(R^{40})O)_k$ のポリエーテル単位を有することができ、 R^{40} は CH_3 またはHであり、「k」は約4~約20の範囲であり；Zは各場合において独立に、分子フックを表し；Yは各場合において独立に、リンカーを表す。本発明の各種実施形態で使用される場合の「アルキル」という用語は、ノルマルアルキル基、分岐アルキル基、アラルキル基とシクロアルキル基の両方を示す。ノルマルおよび分岐アルキル基は好ましくは、約1~約12個の範囲の炭素原子を有するものであり、例示すると、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、tert-ブチル、ペンチル、ネオペンチルおよびヘキシルなどがあるが、これらに限定されるものではない。示したシクロアルキル基は好ましくは、約4~

約12個の範囲の環炭素原子を有するものである。そのシクロアルキル基の例をいくつか挙げると、シクロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシル、メチルシクロヘキシルおよびシクロヘプチルなどがあるが、これらに限定されるものではない。好ましいアラルキル基は、約7～約14個の範囲の炭素原子を有するものである。それには、ベンジル、フェニルブチル、フェニルプロピルおよびフェニルエチルなどがあるが、これらに限定されるものではない。本発明の各種実施形態で使用されるアリール基は好ましくは、約6～約14個の範囲の環炭素原子を有するものである。そのアリール基の例をいくつか挙げると、フェニル、ピフェニルおよびナフチルなどがあるが、これらに限定されるものではない。好適なハロゲン化部分の例を挙げるとトリフルオロプロピルがあるが、これに限定されるものではない。

10

【0012】

本発明のポリシロキサンまたはシリコーン樹脂は代表的には、下記式の構造を有する有機水素シリコーンのヒドロシリル化によって製造される。

【0013】



上記式中、下付文字a、b、c、d、e、fおよびgはゼロまたは正の整数であって、下付文字b、dおよびfの合計が1つまたは複数であるという制限を受けており；

M、D、TおよびQは上記で定義の通りであり；

M^H は、式 $R^{35}_{3-h} H_h Si O_{1/2}$ の構造を有しており；

D^H は、式 $H_{2-i} R^{37}_i Si O_{2/2}$ の構造を有しており；

T^H は、式 $H Si O_{3/2}$ の構造を有しており；

R^{35} および R^{37} はそれぞれ独立に、上記で定義の通りであり；下付文字hは1～3の範囲であり；下付文字iは0または1である。

20

【0014】

ヒドロシリル化は代表的には、好適なヒドロシリル化触媒存在下に行う。これら組成物とともに用いるのに好ましい触媒は、カルシュテット(Karstedt)に対する米国特許第3715334号、同第3775452号および同第3814730号に記載されている。この技術に関する別の背景は、スピールの報告に見られる(J. L. Spier, "Homogeneous Catalysis of Hydrosilylation by Transition Metals, in Advances in Organometallic Chemistry, volume 17, pages 407 through 447, F. G. A. Stone and R. West editors, published by the Academic Press (New York, 1979))。好ましい触媒は白金を含む。当業者であれば、白金触媒の有効量を容易に決定することができる。有効量は通常、総シリコーン組成物の約0.1ppm～約50ppmの範囲である。

30

【0015】

本発明の化合物に対する前駆物質である有機水素シリコーン化合物は、米国特許第5420221号に開示の方法によって製造することができる。この'221特許は、ルイス酸触媒、好ましくはホスホントリル化合物を用いた、有機水素シリコーンポリマーおよび場合によって添加された連鎖停止剤をポリジメチルシロキサンポリマーに再分配して、ハイドライド基がランダムに分配されたシリコーンを提供する技術を開示している。

【0016】

ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂の合成は、当業者には公知の他の方法によっても行うことができる。例えば、メチルジクロロシランなどのモノマーのヒドロシリル化を行ってから、適切なジアルキルジクロロシランおよび場合によりクロロトリメチルシランとの共加水分解を行うことができると考えられる。

40

【0017】

留意すべき点として、純粋な化合物として、本発明の有機水素シロキサン前駆物質およびヒドロシリル化付加物について説明する下付文字は、化学量論量の規則によって必要とされる整数である。その下付文字は、これらの式によって説明される化合物の混合物の場合には、非整数値となる。これら化合物の化学量論的下付文字について以上で説明した下付文字に対する制限は、純粋な化合物に対するもので混合物については当てはまらない。

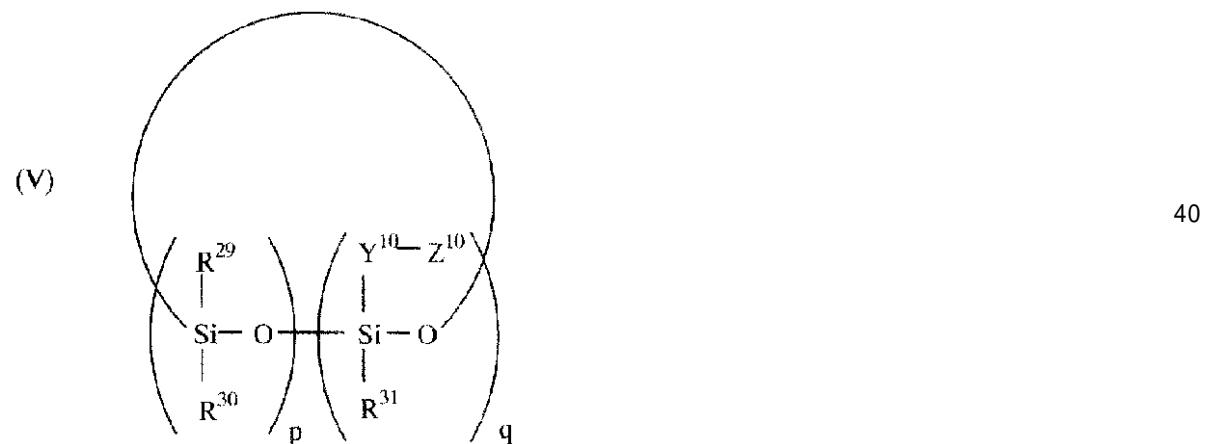
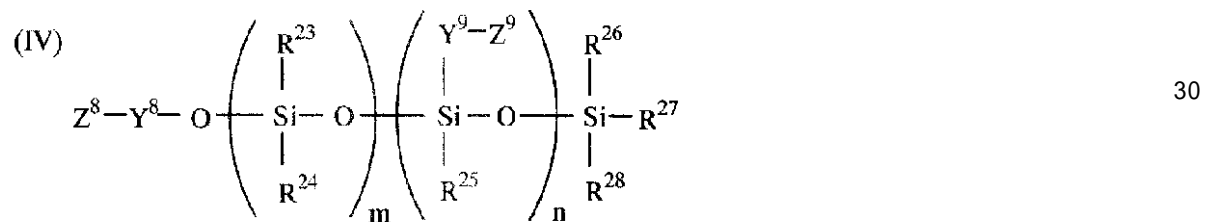
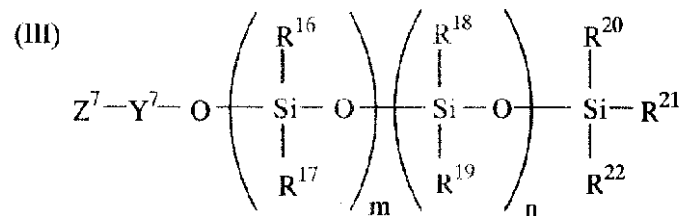
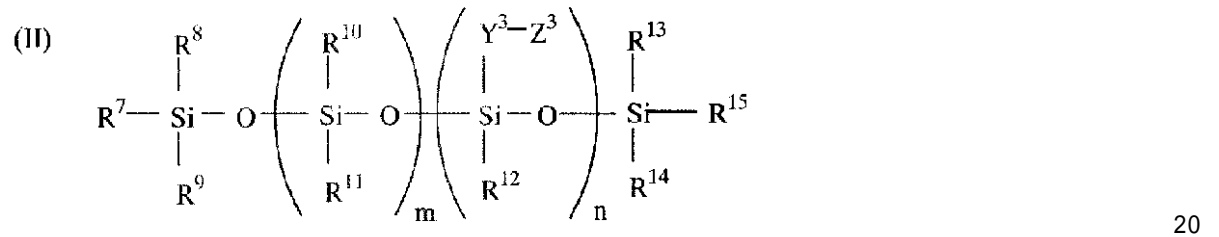
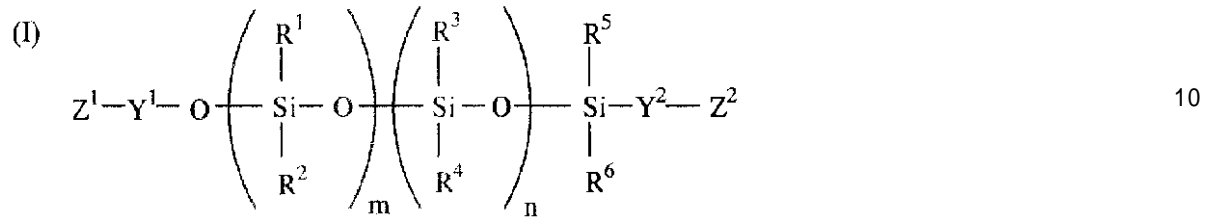
50

【 0 0 1 8 】

本発明の具体的な実施形態においては、シリコン組成物は代表的には、下記式(I)、(II)、(III)、(IV)、(V)または(VI)のうちの少なくとも1種類の化合物を含むものである。

【 0 0 1 9 】

【 化 1 9 】



【 0 0 2 0 】



式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 、 R^7 、 R^8 、 R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{14}

、 R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 、 R^{21} 、 R^{22} 、 R^{23} 、 R^{24} 、 R^{25} 、 R^{26} 、 R^{27} 、 R^{28} 、 R^{29} 、 R^{30} 、 R^{31} 、 R^{32} および R^{33} はそれぞれ各場合において独立に、水素原子、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリアルおよび C_{6-22} アルキル置換アリアルおよび C_{6-22} アラルキルであり、それらの基はハロゲン化、例えばフッ素化されていてフルオロカーボンを含むことができるか、アミノ基を有することでアミノアルキルを形成していることができるか、あるいはポリエーテル単位を有することができるか； Z は各場合において独立に、分子フックを表し； Y は各場合において独立に、リンカーを表し；各式において「 m 」は、約0～約26000、好ましくは約0～約1000、より好ましくは約1～約250、さらに好ましくは約3～約250、さらに好ましくは約5～約150、最も好ましくは約15～約120の範囲の値を有し；各式において「 n 」は、約0～約2の範囲の値を有し、ただし、式(II)において「 n 」は0ではなく；各式において「 $m+n$ 」は、約1～約26000、好ましくは約3～約250、より好ましくは約5～約150、最も好ましくは約15～約120の範囲の値を有し；「 q 」は、1または2の値を有し；「 $p+q$ 」は、少なくとも3、好ましくは約3～約20の範囲、より好ましくは約3～約10の範囲、最も好ましくは約3～6の範囲の値を有し；「 a 」は1つまたは複数の値を有し；「 b 」および「 g 」は少なくとも1の値を有する。 R^{1-33} は好ましくはメチルである。好ましいポリシロキサンには、式(I)または(II)の化合物などがある。ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂は代表的には、約100～約2000000の範囲、好ましくは約250～約50000の範囲、より好ましくは約500～約25000の範囲、最も好ましくは約500～約15000の範囲の分子量を有する。

【0021】

本発明の一実施形態において、ポリシロキサン含有またはシリコーン樹脂含有組成物には、特有の直鎖、分岐、架橋または環状のポリシロキサンまたはシリコーン樹脂が他より多く含まれている。本発明の他の実施形態において、ポリシロキサン含有またはシリコーン樹脂含有組成物は、ポリシロキサン類の混合物、シリコーン樹脂類の混合物またはポリシロキサン類とシリコーン樹脂類の混合物などがあり、それらは直鎖、分岐、架橋および環状の化学種を含むことができる。さらに、好適な組成物は、1つまたは複数のポリシロキサンおよび/またはシリコーン樹脂を含むことができ、それらは例えば前記ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂の合成プロセス中に生じる偶発的な量の他の化学種を、例えば総ケイ素含有化学種に基づいて約0.0001重量%～約5重量%の範囲のレベルで含有することができる。例を挙げると、好適な組成物は、偶発的な量の D_4 、あるいは $Si-H$ 、 $Si-O$ 、 $Si-O$ -アルキル結合およびそれらの混合体を含む化学種を含むことができる。

【0022】

分子フックは、複素環分子フック、 sp^2 脂肪族三方炭素分子フック、 sp^3 炭素分子フック、金属系分子フック、非金属系およびメタロイド系分子フック、エネルギー感受性分子フックならびにそれらの混合物からなる範囲から選択することができる。分子フックは好ましくは、複素環分子フック、 sp^2 脂肪族三方炭素分子フック、 sp^3 炭素分子フックおよび非金属分子フックからなる範囲から選択される。分子フックはより好ましくは、複素環分子フック、 sp^2 脂肪族三方炭素分子フックおよび非金属分子フックから選択される。

【0023】

本発明の分子フックは好ましくは、含硫黄化合物を含むものであり、その化合物において含硫黄保護基は、複素環または複素環系であることができる。本発明での使用に好適な複素環基には、モノ不飽和もしくは多不飽和または飽和の複素環、複素環系、縮合複素環系、置換複素環、置換複素環系または置換縮合複素環系などがある。その複素環は約3～約30員の範囲のものであり、 N 、 O 、 S または P などの電気陰性ヘテロ原子を有することができる。複素環または複素環系はまた、 $C=M$ 型の環外二重結合を有することができ、その場合の M は O 、 S 、 NE^1 または CE^1E^2 である。ここで使用される E^1 および E^2 ならびに後に使用される E 、 E^3 および E^4 はそれぞれ互いに独立に1価の基を表し、その基はシリコーン基、 H あるいは約0～約15の範囲のヘテロ原子、特に O 、 N 、 S 、 P 、 Si とともに約1～約30個の範囲の炭素原子を有する直鎖、分岐または単環式もしくは多環式の脂肪族、モノ不飽和もしくは多不飽和アルキル、アリアル、ヘテロアルキル、ヘテロ脂肪

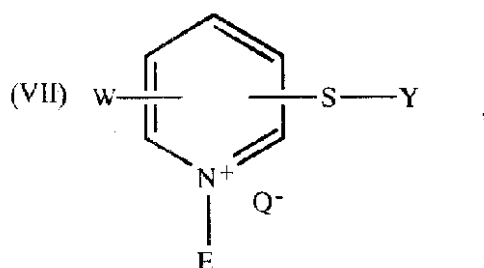
族あるいはヘテロオレフィン系であることができ、モノフルオロ、ポリフルオロまたはパーフルオロ置換など(これらに限定されるものではない)の1つまたは複数の置換基を組み込むことができる。

【0024】

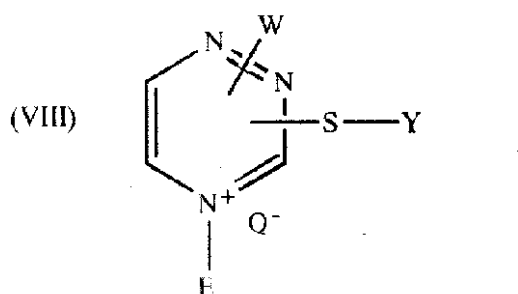
詳細には分子フックは、複素環ピリジニウム化合物(VII)、複素環トリアジニウム化合物(VIII)、複素環ピリミジニウム化合物(IX)または複素環ピラジン化合物(X)であることができる。

【0025】

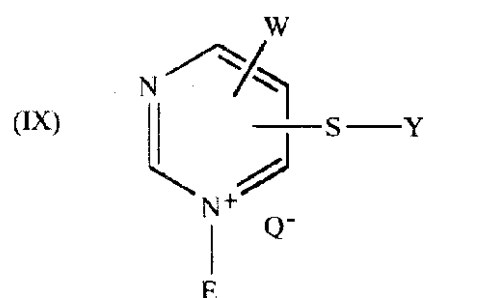
【化20】



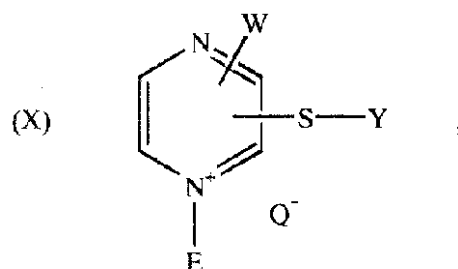
10



20



30



40

【0026】

式中、Wは、複素環または複素環系上の存在していてもよい置換基を表し；Yはリンカーを表し；Q⁻は対イオンを表し；Eは上記で定義の通りである。好ましい分子フックは、式(IX)のピリミジニウム分子フックである。

【0027】

存在していてもよい置換基Wは、複素環または複素環系上に存在していてもよく、E¹、E²、E³およびE⁴と定義される種類の炭素連結基を有する、ハメットのシグマパラ値が

50

- 1.0 ~ + 1.5 である電子吸引基、電子中性基または電子供与基；
 SE^1 、 SCN 、 SO_2E^1 、 SO_3E^1 、 SSE^1 、 SOE^1 、 $SO_2NE^1E^2$ 、 SNE^1E^2 、
 $S(NE^1)E^2$ 、 $SE^1(NE^2)$ 、 $SONE^1E^2$ などのS-連結基；
 OE^1 、 OCN 、 ONE^1E^2 などのO-連結基；
 NE^1E^2 、 $NE^1E^2E^{3+}$ 、 NE^1OE^2 、 NE^1SE^2 、 NCO 、 NCS 、 NO_2 、 $N=NE^1$ 、
 $N=NOE^1$ 、 NE^1CN 、 $N=C=NE^1$ 、 $NE^1NE^2E^3$ 、 $NE^1NE^2NE^3E^4$ 、 $NE^1N=NE^2$ などのN-連結基；
 $CONE^{12}$ 、 $CONE^1COE^2$ 、 $C(=NE^1)NE^1E^2$ 、 CHO 、 CHS 、 CN 、 NC 、
ハロゲン

および環系を介して存在していてもよい1つまたは複数の置換基に連結した誘導基などの
その他の基から選択することができる。

10

【0028】

ハロゲンはフッ素、塩素、臭素またはヨウ素である。E、 E^1 、 E^2 、 E^3 および E^4 は上記
で定義の通りである。置換基Eは好ましくはメチルである。

【0029】

対イオン Q^- は、ハロゲンイオン類、ホウ酸イオン類、リン酸イオン類、トシル酸イオン
類、メシル酸イオン類、トリフルオロメタンスルホン酸イオン類ならびに当業者に公知の
他の対イオンを含むことができる。

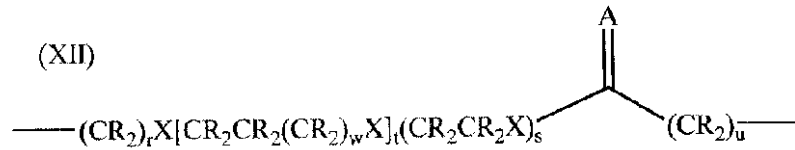
【0030】

リンカーは、 $C_1 \sim C_{100}$ のアルキル、アリールまたはアルキルアリール基を含むものであ
り、その C_{1-100} 基は芳香族基もしくは芳香族含有基で中断または置換されていてもよい
。前記 C_{1-100} 基はさらに、O、NまたはSなどの1つまたは複数のヘテロ原子を有する
こともできる。さらに前記 C_{1-100} 基は、非置換であるかハロゲンなどのヘテロ原子で置
換されていてもよい。代表的にはリンカーは、下記の式(XI)~(XVII)の構造を有する
。

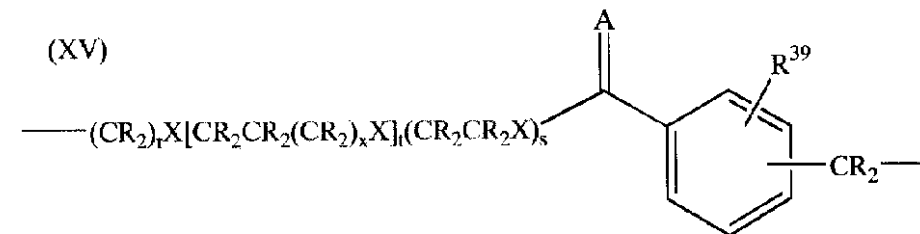
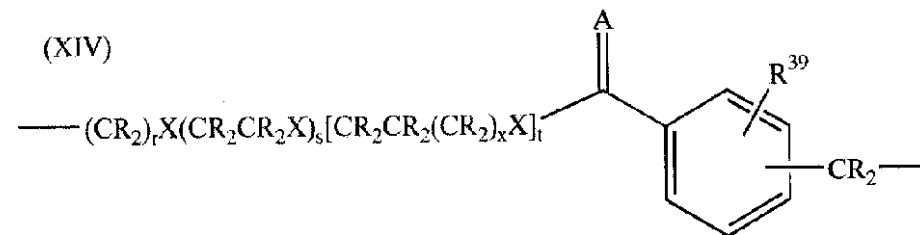
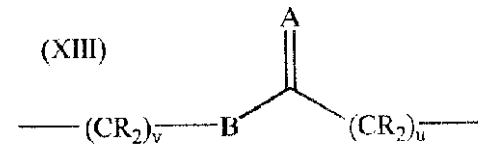
20

【0031】

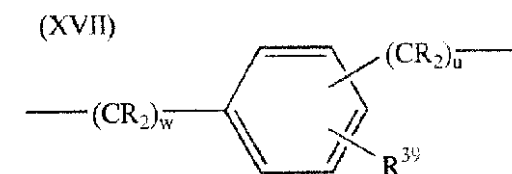
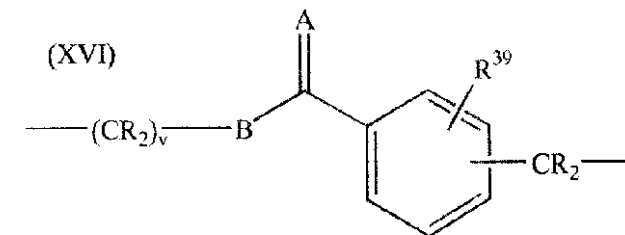
【化21】



10



30



【 0 0 3 2 】

式中、

rは、約 1 ~ 約10の範囲であり、好ましくは 2 または 3 であり；

sは、約 0 ~ 約100、好ましくは 4 ~ 20の範囲であり；

tは、約 0 ~ 約100の範囲、好ましくは約 0 ~ 約20の範囲であり、最も好ましくは 0 であり；

uは、約 1 ~ 約10の範囲であり、好ましくは 1 であり；

50

vは、約1～約10の範囲であり、好ましくは2または3であり；

wは1または2であり；

xは1または2であり；

XはO、NOH、NORまたはNR、好ましくはOであり；

Rはそれぞれの場合で独立に、水素(H)、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリールおよび C_{6-22} アルキル置換アリールおよび C_{6-22} アラルキルであり；そのCは、非置換であるか酸素(O)、窒素(N)、硫黄(S)またはハロゲンなどのヘテロ原子で置換されていてもよく；

R^{39} は各場合において独立に、水素(H)、 C_{1-22} アルキル、 C_{1-22} アルコキシ、 C_{2-22} アルケニル、 C_{6-14} アリール、 C_{6-22} アルキル置換アリール、 C_{6-22} アラルキルおよび縮合環系であり、それらはフェニル基と縮合していても縮合していなくともよく；前記Cは、非置換であるかO、N、Sまたはハロゲンなどのヘテロ原子で置換されていてもよい。 R^{39} は好ましくはHである。 R^{39} がアリール基を表す場合、式(XIII)～(XVI)における環に縮合していることができ、その場合に

AはO、NOH、NOR、NRまたはS、好ましくはOであり；

BはO、NOH、NOR、NRまたはS、好ましくはOまたはNRであり、最も好ましくはOであり；

ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂は、

$(CR_2)_r$ (式XI、XII、XIVおよびXV)、

$(CR_2)_v$ (式XIIIおよびXVI)、または

$(CR_2)_w$ (式XVII)

に結合している。式(XI)～(XVII)に示したリンカー構造はいずれも、シクロ脂肪族環または芳香族環で中断されていてもよい。式(XIV)、(XV)、(XVI)および(XVII)のフェニル基上の置換基は、いずれかの自由原子価部位に存在することができる。ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂は、アミン含有、ポリエーテル含有、アルキル含有またはヘテロアルキル含有基など、上記の連結基に結合したものと同一または異なるケイ素原子での置換によって、他の官能性を有することができるか、あるいはそれがなくとも良い。

【0033】

リンカーは代表的には、脱離基(L)に結合したリンカーを有するポリシロキサンまたはシリコーン樹脂結合リンカー前駆物質から誘導される。脱離基の例としては、塩化物イオン、臭化物イオンおよびヨウ化物イオンなどのハロゲン；トシレート、メシレート、ホスフェート；エポキシその他の少なくとも1個のヘテロ原子を有する環状脱離基などの環状脱離基(すなわち、脱離基がリンカーに結合している状態のもの)；ならびに当業者に公知の他の脱離基などがある。好ましい脱離基は、臭化物イオン、塩化物イオンおよびヨウ化物イオンである。合成においては、脱離基を分子フックと置き換えることで、リンカーが分子フックに結合するようになる。

【0034】

本発明のシリコーン組成物の製造方法には、分子フックとポリシロキサンまたはシリコーン樹脂とリンカーを組み合わせる段階がある。添加の順序は変動し得るものであり、例えばリンカーと分子フックを組み合わせることができ、その組合せ物を順次、ポリシロキサンまたはシリコーン樹脂と組み合わせることができる。好ましくは、リンカーをポリシロキサンまたはシリコーン樹脂と組み合わせ、その組合せ物を次に分子フックと組み合わせる。

【0035】

少なくとも1種類のポリシロキサンまたはシリコーン樹脂、少なくとも1種類のリンカーおよび少なくとも1種類の分子フックを含む本発明のシリコーン組成物は代表的には、ヘアケア製品などの製品、テキスタイルケア製品、化粧品、口内ケア製品および動物ケア製品などの製品でも、美容的および他の持続的な効果を与える。本発明の特定の利点は、前述のリンカーの多くが、消費者関連の媒体中で、シリコーン組成物へ溶解性を与えるものであり、しかも代表的にはリンカーの官能基に関連する場合があるか関連のない別のヘア

10

20

30

40

50

ケア効果の可能性をも提供するものである。

【0036】

前記シリコン組成物は、例えば毛髪などの基質に、例えば製剤全量に基づいて、水または約1重量%～約99重量%の範囲のアルコールを含むことができる水とアルコールの混合物などの適切な製剤で使用する事ができる。

【0037】

当業者がより良好に本発明を実施することができるようにするため、以下の実施例を例示として示すが、本発明はこの実施例によって限定されるものではない。

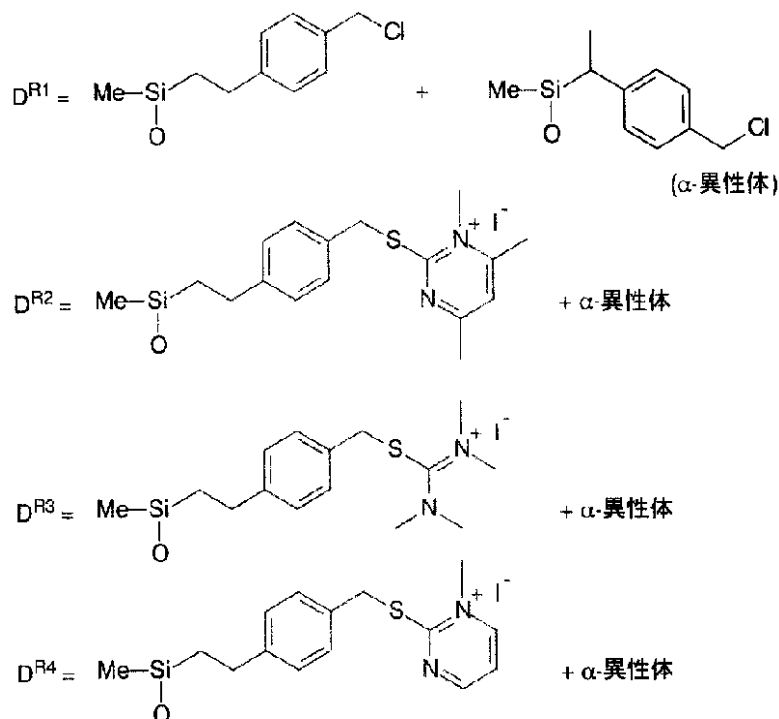
【0038】

以下の実施例において、 $D^{R1} \sim D^{R4}$ は以下のように定義される。

10

【0039】

【化22】



20

30

【0040】

実施例 1

シリコンハイドライド流体 ($MD_{48}D^{H_3}M$)

攪拌機、温度制御装置につないだ温度計および乾燥管を備えた 1000mL三頸丸底フラスコに、シラノール末端ポリジメチルシロキサンポリマー (535.1g、ジメチルシロキシ基 7.23 mol)、シリコンハイドライド流体 (MD^H_xM 、30.35g = メチルヒドリドシロキシ基 0.48 mol + トリメチルシロキシ基 0.019 mol)、ヘキサメチルジシロキサン (24.41g、トリメチルシロキシ基 0.3 mol) および直鎖ホスホニトリロ触媒 (シリコンハイドライド流体中 2% 溶液 2.95g、100ppm) を入れた。混合物を 90 で 2 時間攪拌し、次にそれを冷却し、酸化マグネシウム (1g、0.0256 mol) で処理した。混合物をセライト濾過して、粘度 58.8 センチストークスおよびハイドライドレベル 828ppm の透明無色液として生成物を得た。プロトン核磁気共鳴スペクトル測定 (1H NMR) (アセトン- d_6): 4.74(s、3.0H、SiH)、0.12(m、315.0H、SiCH₃)。

40

【0041】

実施例 2

塩化ベンジル置換シリコンポリマー ($MD_{48}D^{R1_3}M$)

攪拌バー、温度制御装置につないだ温度計、滴下漏斗および乾燥管を取り付けた冷却器を

50

備えた 5 リットル三頸丸底フラスコに、シリコーンハイドライドポリマー $\text{MD}_{48}\text{D}^{\text{H}_3}\text{M}$ (931.2g、ハイドライド 0.77mol)、4-ビニルベンジルクロライド (7.56g、0.050mol)、ジ-t-ブチルフェノール (0.52g) およびカルシュテット (Karstedt) 触媒 (10% Pt の $\text{M}^{\text{Vi}}\text{M}^{\text{Vi}}$ 溶液 95.3mg、GE Silicones 製品) を入れた。混合物を加熱して 60 とし、追加の 4-ビニルベンジルクロライド (110.16g、0.72mol) を 60 分間かけて加えたところ、軽い発熱があって 80 となった。反応液について、ガス計量 (gasimetric) ハイドライド分析を行ったところ、添加完了から 6 時間以内に反応は完結した。反応混合物を減圧下に 130 で蒸留して未反応揮発性化合物を除去することで、粘度 124 センチストークスの粘度を有する生成物を得た。 ^1H NMR (アセトン- d_6): 7.33(m、6.0H、フェニル)、7.22(m、6.0H、フェニル)、4.66(s、6.0H、 CH_2Cl)、2.73(m、6.0H、 $\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{Ar}$)、2.24(m、3.0H、 $\text{SiCH}(\text{CH}_3)\text{Ar}$)、1.39(m、9.0H、 $\text{SiCH}(\text{CH}_3)\text{Ar}$)、0.93(m、6.0H、 $\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{Ar}$)、0.12(m、315H、 SiCH_3)。

【0042】

実施例 3

トリメチルピリミジニウム置換シリコーンポリマー ($\text{MD}_{48}\text{D}^{\text{R}^2_3}\text{M}$)

攪拌バーを入れた 500mL 丸底フラスコに、塩化ベンジル置換シリコーンポリマー $\text{MD}_{45}\text{D}^{\text{R}^1_3}\text{M}$ 151.2g (36.543mmol) を加えた。ヨウ化ナトリウム (15.30g、102.1mmol) を、アセトン 200mL とともに固体として加えた。その混合物を攪拌しながら、1, 4, 6-トリメチルピリミジン-2-チオン 15.69g (101.7mmol) を固体として少量ずつ加えた。追加のアセトン 300mL を淡黄色反応混合物に加え、それを室温で 24 時間攪拌した。その後、反応混合物を減圧濾過して固体を除去した。揮発分を、減圧下に濾液から除去した。最終生成物を、収率 98.7% (163.2g) で透明な明黄色ゴム状固体として単離した。 ^1H NMR (アセトン- d_6): 7.91(s、3.0H、pyH)、7.47(m、6.0H、フェニル)、7.21(m、6.0H、フェニル)、4.73(s、6.0H、 CH_2S)、4.14(s、9.0H、 NCH_3)、2.95(s、9.0H、6-アリール CH_3)、2.75(s、9.0H、4-アリール CH_3)、2.71(m、6.0H、 SiCH_2CH_2)、2.22(m、3.0H、 $\text{SiCH}(\text{CH}_3)$)、1.39(d、9.0H、 $\text{SiCH}(\text{CH}_3)$)、0.93(m、9.0H、 $\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{Ar}$)、0.12(s、315H、 SiCH_3)。

【0043】

実施例 4

1, 1, 3, 3-テトラメチル-2-チウロニウム置換シリコーンポリマー ($\text{MR}^3\text{D}_{46}\text{MR}^3$) $\text{MD}_{48}\text{D}^{\text{H}_3}\text{M}$ について前述した方法と同様にして、末端置換ハイドライド液 $\text{M}^{\text{H}}\text{D}_{46}\text{M}^{\text{H}}$ を製造した。攪拌バーを入れた 1 リットル丸底フラスコに、 $\text{MD}_{48}\text{D}^{\text{R}^1_3}\text{M}$ について前述した方法に従って製造した塩化ベンジル置換シリコーン $\text{MR}^1\text{D}_{46}\text{MR}^1$ 152.4g (38.09mmol) を加えた。ヨウ化ナトリウム (10.62g、70.82mmol) を、アセトン 200mL とともに固体として加えた。その混合物を攪拌しながら、1, 1, 3, 3-テトラメチル-2-チオ尿素 9.380g (70.97mmol) を固体として少量ずつ加えた。次いで、追加のアセトン 300mL を淡黄色反応混合物に加え、それを室温で 3 日間攪拌した。その後、反応混合物を減圧濾過して固体を除去し、減圧下に濃縮してほとんど乾固させた。次いで、濃縮溶液を、混合器中にて、約 3 倍容の水で 3 回沈殿/洗浄した。得られた含水粉末を窒素気流下に 3 日間乾燥させた。最終生成物は、明黄色粉末が透明で金黄色のやや粘稠なゴム状物に分散したものであった。ポリマー 167.2g を単離した。乾燥ポリマーの収率は 92% で、水 6.3 重量% を含んでいた。 ^1H NMR (アセトン- d_6): 7.43(t、4.0H、フェニル)、7.23(d、4.0H、フェニル)、7.14(d、4.0H、フェニル)、4.51(s、4.0H、 CH_2S)、3.42(s、24.0H、 $\text{N}(\text{CH}_3)_2$)、2.69(m、4.0H、 SCH_2CH_2)、2.25(m、2.0H、 $\text{SiCH}(\text{CH}_3)$)、1.37(d、6.0H、 $\text{SiCH}(\text{CH}_3)$)、0.93(m、4.0H、 $\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{Ar}$)、0.12(s、288H、 SiCH_3)。

【0044】

留意すべき点として、カチオン性ポリマーを製造したほとんどの反応を室温で行っているが、ほとんどの場合、それを加熱して反応を加速することが可能である。

【0045】

10

20

30

40

50

実施例 5 ～ 14

構造的に類似のポリマーについて前述したものと同一手順を用いて、下記の材料も合成した。

【 0 0 4 6 】

$M^{R3}D_{107}M^{R3}$

$M^{R3}D_{46}M^{R3}$

$MD_{47}D^{R4}_1M$

$MD_{55}D^{R4}_2M$

$M^{R4}D_{117}M^{R4}$

$M^{R4}D_{48}M^{R4}$

$M^{R4}D_{202}M^{R4}$

$M^{R4}D_{22}M^{R4}$

$M^{R4}D_7M^{R4}$

$MD_{45}D^{R4}_3M$

シリコン沈着

本発明に記載のポリマーは、良好な適合性、管理可能性など、毛髪に持続的効果を与えるものであり、それより多くの数の分子フックを有するポリマーと比較して、繰返し使用での蓄積が有意に低下する。市販のシャンプー(プレル(Prell; 登録商標))による複数回のシャンプーと再使用サイクルを行った後、新たなシリコン材料が毛髪と持続的に相互作用する程度を測定した。一定回数のトリートメント後(表 1 参照)、毛髪房について、X 線蛍光分析(XRF)によって、ケイ素の分析を行った。カウント値を、標準法を用いてケイ素沈着ppmに変換した。

【 0 0 4 7 】

【表 1】

表 1: エクストラクション、およびプレル(登録商標)による 20 回のシャンプー後に新たなシリコンポリマーでトリートメントした毛髪房について得られた XRF データ

房	ポリマー	トリートメント サイクル数	ケイ素沈着 (ppm) ¹
1～3	$MD_{45}D^{R4}_3M$	1	1567
4～6	$MD_{45}D^{R4}_3M$	2	1940
7～9	$MD_{45}D^{R4}_3M$	3	2187
10～12	$MD_{45}D^{R4}_3M$	5	4636
13～15	$MD_{45}D^{R4}_3M$	10	8960
16～18	$M^{R4}D_{48}M^{R4}$	1	250
19～21	$M^{R4}D_{48}M^{R4}$	2	301
22～24	$M^{R4}D_{48}M^{R4}$	3	431
25～27	$M^{R4}D_{48}M^{R4}$	5	377
28～30	$M^{R4}D_{48}M^{R4}$	10	749

1. 報告値は、同一条件下でトリートメントを行った 3 種類の異なる毛髪房で得られた測定値の平均である。

【 0 0 4 8 】

5 分間にわたりリンカーおよび分子フック(粘度 35cm²/秒(350 センチストーク)のポリジメチルシロキサン)を用いずにポリシロキサンでトリートメントした毛髪房の対照実験

で、XRFにより、ケイ素の初期沈着レベルが 2050ppmであることが示された。測定により、8回のシャンプー後にシリコンが毛髪に残留していないことが明らかになった。表1におけるデータは、コンディショニング効果を提供する二置換ポリマー $M^{R4}D_{48}M^{R4}$ および三置換ポリマー $MD_{45}D^{R4}_3M$ の両方が、対照実験と比較して予想外に高い持続性で毛髪に付着することを明瞭に示している。驚いたことにデータはまた、二置換ポリマー $M^{R4}D_{48}M^{R4}$ の方が三置換ポリマー $MD_{45}D^{R4}_3M$ よりも蓄積が有意に低下することを示している。留意すべき点として、重合度はこれらポリマーのいずれにおいても同じである。10回の使用サイクルの途上で、毛髪上のシリコンの量は三置換ポリマーの場合に6倍に増加したが、二置換ポリマーでは3倍に過ぎなかった。したがっていずれの場合も、持続性が認められる。しかしながら、2個以下のフックを有するポリマーでは蓄積が少なくなる。長期間にわたって消費者が繰返し使用することを考慮すると、これは明瞭な利点である。

【0049】

以上、例示を目的として代表的な実施形態について説明したが、前記の説明は、本発明の範囲に対する限定となるものではない。したがって当業者には、本発明の精神および範囲から逸脱することなく、各種の修正、調整および変更があり得るものである。

フロントページの続き

(72)発明者 ナイ、 スーザン、 アダムス

アメリカ合衆国 1 2 0 6 7 ニューヨーク州 フューラ ブッシュ テリタウン ロード 1
9 2 6

(72)発明者 バイルン、 クリストファー、 マイケル

アメリカ合衆国 1 2 0 6 5 ニューヨーク州 クリフトン パーク モホーク テレス 2 1 9

審査官 吉備永 秀彦

(56)参考文献 特開平02-281043(JP,A)

特開平03-077891(JP,A)

特開平08-157601(JP,A)

特開平05-032784(JP,A)

特開平07-133352(JP,A)

特開平11-139938(JP,A)

特開平09-071655(JP,A)

特開平11-158287(JP,A)

特開平11-293167(JP,A)

特表平11-504665(JP,A)

米国特許第05280099(US,A)

米国特許第05326890(US,A)

米国特許第05254335(US,A)

特開平04-334389(JP,A)

特開平04-173747(JP,A)

特開平05-148124(JP,A)

特公昭43-016979(JP,B1)

特開2002-155205(JP,A)

特開2002-146192(JP,A)

米国特許第03215718(US,A)

特表2004-504433(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08G 77/00- 77/62

C07F 7/00- 7/30

C08L 1/00-101/16

C08K 3/00- 13/08

A61K 8/00- 8/99

A61Q 1/00- 99/00

CA/REGISTRY(STN)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)