

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200680051147.7

[51] Int. Cl.

A61K 8/89 (2006.01)

C08L 83/06 (2006.01)

[43] 公开日 2009 年 2 月 4 日

[11] 公开号 CN 101360477A

[22] 申请日 2006.11.6

[21] 申请号 200680051147.7

[30] 优先权

[32] 2005.11.15 [33] US [31] 11/274,450

[86] 国际申请 PCT/US2006/043329 2006.11.6

[87] 国际公布 WO2007/058825 英 2007.5.24

[85] 进入国家阶段日期 2008.7.15

[71] 申请人 莫门蒂夫性能材料股份有限公司

地址 美国康涅狄格州

[72] 发明人 朱迪思·克施纳

杰拉尔德·J·墨菲

约翰·尼克森森

[74] 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

代理人 封新琴

权利要求书 7 页 说明书 21 页

[54] 发明名称

溶胀有机硅组合物以及其制备方法

[57] 摘要

在一种具体实施方案中提供了包括有机硅聚合物和烷基三硅氧烷独特组合的有机硅组合物，其可产生比不使用烷基三硅氧烷的有机硅组合物低固体含量的有机硅组合物；同时仍然保留所需的粘度。

1. 第一有机硅组合物, 包括:

a) $M_a M_b^H M_c^{vi} M_d^E D_e D_f^H D_g^{vi} D_h^E T_i T_j^H T_k^{vi} T_L^E Q_m$ 的反应产物,

其中

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

$$M^H = R^4 R^5 H SiO_{1/2};$$

$$M^{vi} = R^6 R^7 R^8 SiO_{1/2};$$

$$M^E = R^9 R^{10} R^E SiO_{1/2};$$

$$D = R^{11} R^{12} SiO_{2/2};$$

$$D^H = R^{13} H SiO_{2/2};$$

$$D^{vi} = R^{14} R^{15} SiO_{2/2};$$

$$D^E = R^{16} R^E SiO_{2/2};$$

$$T = R^{17} SiO_{3/2};$$

$$T^H = H SiO_{3/2};$$

$$T^{vi} = R^{18} SiO_{3/2};$$

$$T^E = R^E SiO_{3/2}; \text{ 并且}$$

$$Q = SiO_{4/2};$$

其中 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^{11} 、 R^{12} 和 R^{17} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基; R^4 、 R^5 和 R^{13} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基或氢; R^6 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基, R^7 和 R^8 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基; R^{14} 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基, R^{15} 为具有 1-60 个碳原子的一价烷基; R^{18} 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基, R^9 、 R^{10} 和 R^{16} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基或 R^E ; 每个 R^E 独立地为具有 1-60 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷部分的一价烷基; 化学计量下标 a 、 b 、 c 、 d 、 e 、 f 、 g 、 h 、 i 、 j 、 k 、 L 和 m 为 0 或正数, 受到以下限制: $a+b+c+d>1$; $d+h+L\geq 1$ 并且 $b+f+j\geq 1$; 和

b) 溶胀量的烷基三硅氧烷, 其中所述反应产物通过所述烷基三硅氧烷溶胀以形成第一有机硅组合物, 并且其中所述第一有机硅组合物具有比含有所述反应产物和不同于烷基三硅氧烷的线性有机硅流体的第二有机硅组合物低的固体含量, 其中第二有机硅组合物和第一有机硅组合物具有相同

的粘度。

2. 权利要求 1 的第一有机硅组合物，其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 10 %；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 100000 厘沲的粘度。

3. 权利要求 1 的第一有机硅组合物，其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 25 %；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 150000 厘沲的粘度。

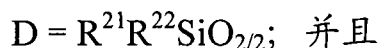
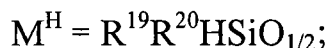
4. 权利要求 1 的第一有机硅组合物，其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 40 %；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 200000 厘沲的粘度。

5. 权利要求 1 的第一有机硅组合物，其中反应产物(a)可包括以下物质的反应产物：

(I)包括下式的组合物：



其中



其中 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{23} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基或者氢； R^{21} 和 R^{22} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基；化学计量下标 n、o 和 p 为 0 或正数，受到以下限制，o 为大于 10 的数，p 为 0 至约 20 的数，n 为 0-2 的数，受到的限制是 n+p 为 1 至约 20；(II)链烯基氧化环烯；(III) α 烯烃组分；(IV)烷基三硅氧烷和任选的环状硅氧烷；(V)铂催化剂；(VI)通过铂与流体组分中含 Si-H 键的化合物的相互作用形成的环氧聚合催化剂；和(VII)用于淬灭残余官能度的试剂。

6. 权利要求 1 的第一有机硅组合物, 其中至少一种烷基三硅氧烷(b)材料是通过式(A)的聚有机基硅氧烷的烷基化产生的:



其中

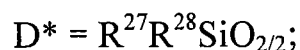
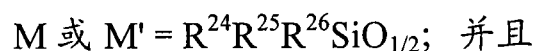


其中 R^{A} 、 R^{B} 和 R^{C} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基; 并且 R^{D} 为具有 1-60 个碳原子的一价烃基或氢。

7. 权利要求 1 的第一有机硅组合物, 其中至少一种烷基三硅氧烷(b)具有下式:



其中



其中每个 R^{24} 、每个 R^{25} 和每个 R^{26} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基以使得 M 和 M' 不同; 并且其中 R^{27} 和 R^{28} 独立地为具有 2-60 个碳原子的一价烃基; 化学计量下标 r 为受到以下限制的正数: D^* 的硅原子具有除了氢、甲基和聚醚之外的侧基, 并且 $r = 1$ 。

8. 权利要求 1 的第一有机硅组合物, 其中至少一种烷基三硅氧烷为选自乙基三硅氧烷、辛基三硅氧烷、己基三硅氧烷, 以及其组合的线性烷基三硅氧烷。

9. 权利要求 1 的第一有机硅组合物, 其中至少一种烷基三硅氧烷为选自以下的线性烷基三硅氧烷: 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-乙基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-辛基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-己基三硅氧烷、八甲基三硅氧烷; 3-戊基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1-己基-1,1,3,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,3,5,5-七甲基-5-辛基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-辛基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-己基三硅氧烷; 1,1,3,3,5,5-六甲基-1,5-二丙基三硅氧烷; 3-(1-乙基丁基)-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(1-甲基戊基)三硅氧烷; 1,5-二乙基-1,1,3,3,5,5-六甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(1-甲基丙基)三硅氧烷; 3-(1,1-二甲基乙基)-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,5,5,5-六甲基-3,3-双(1-甲基乙基)三硅

氧烷; 1,1,1,3,3,5,5-六甲基-1,5-双(1-甲基丙基)三硅氧烷; 1,5-双(1,1-二甲基乙基)-1,1,3,3,5,5-六甲基三硅氧烷; 3-(3,3-二甲基丁基)-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(3-甲基丁基)三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(3-甲基戊基)三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(2-甲基丙基)三硅氧烷; 1-丁基-1,1,3,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-丙基三硅氧烷; 3-异己基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,3,5-三乙基-1,1,3,5,5-五甲基三硅氧烷; 3-丁基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 3-叔戊基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,5,5,5-六甲基-3,3-二丙基三硅氧烷; 3,3-二乙基-1,1,1,5,5,5-六甲基三硅氧烷; 1,5-二丁基-1,1,3,3,5,5-六甲基三硅氧烷; 1,1,1,5,5,5-六乙基-3,3-二甲基三硅氧烷; 3,3-二丁基-1,1,1,5,5,5-六甲基三硅氧烷; 3-乙基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 3-庚基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1-乙基-1,1,3,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,5,5,5-六甲基-3,3-二乙基三硅氧烷; 1,1,3,3,5,5-六甲基-1,5-二乙基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-丁基三硅氧烷, 以及其组合。

10. 基本上包括权利要求 1 的第一有机硅组合物的有机硅凝胶。

11. 基本上包括权利要求 2 的第一有机硅组合物的有机硅凝胶。

12. 基本上包括权利要求 3 的第一有机硅组合物的有机硅凝胶。

13. 基本上包括权利要求 4 的第一有机硅组合物的有机硅凝胶。

14. 基本上包括权利要求 7 的第一有机硅组合物的有机硅凝胶。

15. 包括权利要求 10 的有机硅凝胶的个人护理制剂, 其中个人护理制剂选自除臭剂、止汗剂、止汗剂/除臭剂、剃须产品、润肤液、保湿剂、调色剂、浴室用品、清洁产品、护发产品、修指甲产品、防护膏、加色化妆品、有助于香味散发的载体, 施用于皮肤的医学组合物的局部施用的药物递送系统, 以及其组合。

16. 权利要求 15 的个人护理制剂, 进一步包括选自以下的个人护理组分: 软化剂、保湿剂、湿润剂、颜料、涂布的云母, 着色剂、香料、生物杀灭剂、防腐剂、抗氧化剂、抗微生物剂、抗真菌剂、止汗剂、皮肤角质层剥离剂、激素、酶、药物化合物、维生素、盐、电解质、醇、多元醇、紫外线吸收剂、植物萃取物、表面活性剂、硅油、有机油、蜡、成膜剂、增稠剂、粒状填料、粘土, 以及其组合。

17. 制备第一有机硅组合物的方法, 包括:

组合:

a) $M_a M_b^H M_c^{vi} M_d^E D_e D_f^H D_g^{vi} D_h^E T_i T_j^H T_k^{vi} T_L^E Q_m$ 的反应产物,

其中

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

$$M^H = R^4 R^5 H SiO_{1/2};$$

$$M^{vi} = R^6 R^7 R^8 SiO_{1/2};$$

$$M^E = R^9 R^{10} R^E SiO_{1/2};$$

$$D = R^{11} R^{12} SiO_{2/2};$$

$$D^H = R^{13} H SiO_{2/2};$$

$$D^{vi} = R^{14} R^{15} SiO_{2/2};$$

$$D^E = R^{16} R^E SiO_{2/2};$$

$$T = R^{17} SiO_{3/2};$$

$$T^H = H SiO_{3/2};$$

$$T^{vi} = R^{18} SiO_{3/2};$$

$$T^E = R^E SiO_{3/2}; \text{ 并且}$$

$$Q = SiO_{4/2};$$

其中 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^{11} 、 R^{12} 和 R^{17} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基; R^4 、 R^5 和 R^{13} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基或氢; R^6 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基, R^7 和 R^8 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基; R^{14} 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基, R^{15} 为具有 1-60 个碳原子的一价烷基; R^{18} 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基, R^9 、 R^{10} 和 R^{16} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基或 R^E ; 每个 R^E 独立地为具有 1-60 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷部分的一价烷基; 化学计量下标 a、b、c、d、e、f、g、h、i、j、k、L 和 m 为 0 或正数, 受到以下限制: $a+b+c+d>1$; $d+h+L\geq 1$ 并且 $b+f+j\geq 1$; 和

b) 溶胀量的烷基三硅氧烷, 其中所述反应产物通过所述烷基三硅氧烷溶胀以形成第一有机硅组合物, 并且其中所述第一有机硅组合物具有比含有所述反应产物和不同于烷基三硅氧烷的线性有机硅流体的第二有机硅组合物低的固体含量, 其中第二有机硅组合物和第一有机硅组合物具有相同的粘度。

18. 权利要求 17 的方法, 其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构

和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 10 %；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 100000 厘沲的粘度。

19. 权利要求 17 的方法，其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 25 %；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 150000 厘沲的粘度。

20. 权利要求 17 的方法，其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 40 %；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 200000 厘沲的粘度。

21. 权利要求 17 的方法，其中至少一种烷基三硅氧烷(b)具有下式：



其中

M 或 $M' = R^{24}R^{25}R^{26}SiO_{1/2}$ ；并且

$D^* = R^{27}R^{28}SiO_{2/2}$ ；

其中每个 R^{24} 、每个 R^{25} 和每个 R^{26} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基以使得 M 和 M' 不同；并且其中 R^{27} 和 R^{28} 独立地为具有 2-60 个碳原子的一价烷基；化学计量下标 r 为受到以下限制的正数： D^* 的硅原子具有除了氢、甲基和聚醚之外的侧基，并且 $r = 1$ 。

22. 权利要求 17 的方法，进一步包括反应产物(a)是在至少一种第一流体组分存在下产生的并且随后溶胀，其中溶胀所述反应产物(a)包括使用至少一种第二流体组分稀释已经在至少一种第一流体组分存在下产生的反应产物(a)，条件是至少一种第一流体组分和/或至少一种第二流体组分为烷基三硅氧烷(b)。

23. 基本上包括通过权利要求 17 的方法制备的第一有机硅组合物的有机硅凝胶。

24. 基本上包括通过权利要求 21 的方法制备的第一有机硅组合物的有

机硅凝胶。

25. 基本上包括通过权利要求 22 的方法制备的第一有机硅组合物的有机硅凝胶。

26. 包括通过权利要求 17 的方法制备的第一有机硅组合物的个人护理制剂，其中个人护理制剂选自除臭剂、止汗剂、止汗剂/除臭剂、剃须产品、润肤液、保湿剂、调色剂、浴室用品、清洁产品、护发产品、修指甲产品、防护膏、加色化妆品、有助于香味散发的载体，施用于皮肤的医学组合物的局部施用的药物递送系统，以及其组合。

27. 权利要求 26 的个人护理制剂，进一步包括选自以下的个人护理组分：软化剂、保湿剂、湿润剂、颜料、涂布的云母，着色剂、香料、生物杀灭剂、防腐剂、抗氧化剂、抗微生物剂、抗真菌剂、止汗剂、皮肤角质层剥离剂、激素、酶、药物化合物、维生素、盐、电解质、醇、多元醇、紫外线吸收剂、植物萃取物、表面活性剂、硅油、有机油、蜡、成膜剂、增稠剂、粒状填料、粘土，以及其组合。

28. 包括通过权利要求 22 的方法制备的第一有机硅组合物的个人护理制剂，其中个人护理制剂选自除臭剂、止汗剂、止汗剂/除臭剂、剃须产品、润肤液、保湿剂、调色剂、浴室用品、清洁产品、护发产品、修指甲产品、防护膏、加色化妆品、有助于香味散发的载体，施用于皮肤的医学组合物的局部施用的药物递送系统，以及其组合。

29. 权利要求 28 的个人护理制剂，进一步包括选自以下的个人护理组分：软化剂、保湿剂、湿润剂、颜料、涂布的云母，着色剂、香料、生物杀灭剂、防腐剂、抗氧化剂、抗微生物剂、抗真菌剂、止汗剂、皮肤角质层剥离剂、激素、酶、药物化合物、维生素、盐、电解质、醇、多元醇、紫外线吸收剂、植物萃取物、表面活性剂、硅油、有机油、蜡、成膜剂、增稠剂、粒状填料、粘土，以及其组合。

溶胀有机硅组合物及其制备方法

发明背景

(1)发明领域

本发明涉及溶胀有机硅聚合物的组合物，其制备方法以及使用其的个人护理制剂。

(2)相关领域的描述

个人护理工业在能够提供基于多种组分的混合物的多性能产品方面发展迅猛，每种组分具有性能和相容性分布，可以向这些组分提供在一些最终产品制剂方面重要或者所需的性质。一个希望的性质是能够提供温和的初始感觉。该性质可在制剂中使用环状硅氧烷得到。除了温和的初始感觉以外，在有机硅凝胶中使用的环状硅氧烷可同时保持高粘度产物，这对于各种产品制剂也是希望的。虽然环状硅氧烷提供所需的感受特性，然而它们是低粘度、高流动的液体。因此，它们不能容易地保留在制剂中，而是分离出并且流出给定容器，或者当用于特定应用时非受控地流过皮肤。其它所需性质包括达到初始的温和感受的同时在干燥下来时提供光滑、低残留物的感受，以及在尽可能短的时间内获得高转移阻力(transfer resistance)。

环状硅氧烷在其性能和相容性分布方面具有限制。具有如上所述各种所需性能的预期性能和/或相容性分布并不能总是通过环状硅氧烷实现。某些应用可能需要使用环状硅氧烷不能实现的不同性能和/或相容性分布。除了提供特定性能和/或相容性分布外，环状硅氧烷提供有机硅聚合物有效的溶胀。除了环状硅氧烷外，线性硅氧烷流体已经用于溶胀有机硅聚合物并且提供不同的性能和/或相容性分布，并且不同目标应用受益于环状硅氧烷的性能和/或相容性分布。这些线性硅氧烷流体经由平衡过程制备并且包括分子量分布。令人遗憾的是，到目前为止，线性硅氧烷的使用已经需要更高含量的有机硅聚合物(固体)，以得到通过环状硅氧烷可得到的所需粘度。使用更高量的固体具有加工和成本缺点。此外，采用更高固体量可在皮肤上产生“团块(balling)”，这是负面感受特征。

发明简述

在此简述中应当注意的是，本发明人已经在一种具体实施方案中出人意料地发现了溶胀交联有机硅聚合物网络组合物。这些溶胀交联有机硅聚合物网络组合物包括有机硅聚合物网络和线性硅氧烷的独特组合，其可产生具有所需粘度和固体含量的溶胀交联有机硅聚合物网络。

因此在一种实施方案中，提供了第一溶胀交联有机硅聚合物网络组合物，包括：

a) $M_a M_b^H M_c^{vi} M_d^E D_e D_f^H D_g^{vi} D_h^E T_i T_j^H T_k^{vi} T_L^E Q_m$ 的反应产物，

其中

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

$$M^H = R^4 R^5 H SiO_{1/2};$$

$$M^{vi} = R^6 R^7 R^8 SiO_{1/2};$$

$$M^E = R^9 R^{10} R^E SiO_{1/2};$$

$$D = R^{11} R^{12} SiO_{2/2};$$

$$D^H = R^{13} H SiO_{2/2};$$

$$D^{vi} = R^{14} R^{15} SiO_{2/2};$$

$$D^E = R^{16} R^E SiO_{2/2};$$

$$T = R^{17} SiO_{3/2};$$

$$T^H = H SiO_{3/2};$$

$$T^{vi} = R^{18} SiO_{3/2};$$

$$T^E = R^E SiO_{3/2}; \text{ 并且}$$

$$Q = SiO_{4/2};$$

其中 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^{11} 、 R^{12} 和 R^{17} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基； R^4 、 R^5 和 R^{13} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基或氢； R^6 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基， R^7 和 R^8 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基； R^{14} 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基， R^{15} 为具有 1-60 个碳原子的一价烷基； R^{18} 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烷基， R^9 、 R^{10} 和 R^{16} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烷基或 R^E ；每个 R^E 独立地为具有 1-60 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷部分的一价烷基；化学计量下标 a 、 b 、 c 、 d 、 e 、 f 、 g 、 h 、 i 、 j 、 k 、 L 和 m 为 0 或正数，受到以下限制： $a+b+c+d \geq 1$ ； $d+h+L \geq 1$ 并且 $b+f+j \geq 1$ ；和

b)溶胀量的烷基三硅氧烷,其中所述反应产物通过所述烷基三硅氧烷溶胀以形成第一有机硅组合物,并且其中所述第一有机硅组合物具有比含有所述反应产物和不同于烷基三硅氧烷的线性有机硅流体的第二有机硅组合物低的固体含量,其中第二有机硅组合物和第一有机硅组合物具有相同的粘度。

在另一实施方案中,还提供了通过将所述反应产物(a)和所述溶胀量的烷基三硅氧烷(b)合并而产生所述第一有机硅组合物的方法。

发明详述

申请人在一种实施方案中已经发现,具有较低固体含量的第一溶胀交联有机硅聚合物网络组合物(第一有机硅组合物)可通过使用烷基三硅氧烷溶胀反应产物(a)得到。

本文使用的术语烷基三硅氧烷既具体地用于三硅氧烷,也总体地包括一般具有较高D重复单元数量的明确定义的线性硅氧烷如四硅氧烷、五硅氧烷等或者具有较低分子量的明确定义的线性硅氧烷如二硅氧烷;根据此处限定的总计用法(cumulative usage),这种较高级或者较低级的线性硅氧烷是相对的,条件是满足恒定粘度时的表象性质(phenomenological properties)和参数或者固体含量。

本文使用的术语聚有机基硅氧烷和有机基聚硅氧烷可以互换使用。

应当理解的是,全部术语厘施在25摄氏度测量。

应当理解的是,本文所述的全部具体、更具体和最具体的范围包括其中的所有子区间。

应当理解的是,除非另有说明,此处全部百分比范围是基于第一有机硅组合物总重量的重量百分比。

本文使用的术语“反应产物(a)”表示包括互联聚硅氧烷链的三维伸展结构。在一种具体实施方案中,反应产物(a)含有至少一种在反应产物(a)间隙内的流体组分,它是由交联反应产物(a)的产生而存在的。本文关于反应产物(a)使用的术语“间隙(interstices)”表示反应产物(a)内的空间,也就是说,反应产物(a)的聚硅氧烷链之间的空间。

在一种具体实施方案中,反应产物(a)为不溶于所述流体组分但能够被所述流体组分溶胀的交联有机硅聚合物网络。反应产物(a)中存在的交联量

可通过反应产物(a)在流体组分中表现出的溶胀度表征。在一种具体实施方案中,反应产物(a)的交联结构有效使得反应产物(a)被低分子量有机硅流体溶胀,从其原始体积溶胀到约 1.01-约 5000,更具体地,约 2-约 1000,最具体地约 5-约 500 倍其原始体积的溶胀体积。在另一具体实施方案中,反应产物(a)的原始体积可例如通过萃取或蒸发本文所述的第一有机硅组合物中的全部流体组分以留下原始体积而确定,也就是说,反应产物(a)在不存在流体组分的情况下的体积。

在另一具体实施方案中,反应产物(a)为溶胀交联的有机硅聚合物网络凝胶,更具体地,为可溶胀至如上所述体积的溶胀交联的有机硅聚合物网络凝胶。此处将能够理解的是,本文所述的任何和全部凝胶在环氧官能有机硅氧烷的聚合反应形成聚醚硅氧烷共聚物网络之后形成的,其为本领域技术人员所公知并且在美国专利 6,531,540 中描述,该专利以其全文并入此处作为参考。

在一种实施方案中,固体通常可定义为被本文所述的第一有机硅组合物中流体组分溶胀的任何颗粒。在一种实施方案中,被第一有机硅组合物中流体组分溶胀的颗粒为本文所述的反应产物(a)的颗粒。在另一实施方案中,如上所述,一些应用需要具有比第二有机硅组合物低固体水平的第一有机硅组合物,同时保持所需粘度。在本文的一种实施方案中,固体含量通过从第一有机硅组合物蒸发或萃取全部流体组分而测量,并且以第一有机硅组合物总重量的重量百分比记录。在一种具体实施方案中,固体含量可为比含有反应产物(a)和不同于烷基三硅氧烷的线性有机硅流体的第二有机硅组合物低的固体含量。在一种具体实施方案中,固体含量可通过在 150°C 在烘箱中加热蒸发流体组分进行测定。

本文使用的所需粘度可根据本文所述的第一有机硅组合物的应用可以变化很大。在一种具体实施方案中,第一有机硅组合物可用于本文所述的个人护理制剂。个人护理制剂还可具有特定个人护理制剂所需的任何粘度。

本文使用的交联密度用于确定聚硅氧烷链之间的交联的程度。因此,“低”交联密度将用于表示在聚有机基硅氧烷链之间具有更大间隙空间(interstitial space)的宽松交联网络,然而“高”交联密度将用于表示在聚有机基硅氧烷链之间具有较小或较少间隙空间的更加紧密的交联结构。本文使用的交联结构表示包括互联的聚醚硅氧烷共聚物链的三维延长结构。在交

联聚合物高交联密度的情形，聚合物在相容溶剂的存在下将不会明显溶胀，因而不会吸收更多溶剂。

在本文的一种具体实施方案中，第一有机硅组合物可具有比含有不同于烷基三硅氧烷的物质(例如非限制实例为环状硅氧烷)的第二有机硅组合物低的固体含量。

在一种更具体的实施方案中，可要求更低的固体含量，其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 10%；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 100000 厘泊的粘度。

在一种更具体的实施方案中，可要求更低的固体含量，其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 25%；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 150000 厘泊的粘度。

在一种更具体的实施方案中，可要求更低的固体含量，其中第一有机硅组合物具有给定的交联结构和给定的交联密度，并且第一有机硅组合物所述较低的固体含量比与第一有机硅组合物具有相同交联结构和相同交联密度的第二有机硅组合物的固体含量至少低约 40%；并且其中第一有机硅组合物具有大于约 200000 厘泊的粘度。

在另一种实施方案中，溶胀交联硅聚合物网络的上述任何粘度可在任何上述固体含量范围内得到。

在一种具体实施方案中，反应产物(a)可为任何已知或者工业用的反应产物(a)，条件是反应产物(a)可溶胀到如上所述的溶胀体积。在另一具体实施方案中，反应产物(a)为有机基聚硅氧烷。在又一具体实施方案中，反应产物(a)可为含有聚醚交联的三维有机官能聚有机基硅氧烷。在又一具体实施方案中，所述含有聚醚交联的三维有机官能聚有机基硅氧烷可通过环氧官能有机硅氧烷的聚合反应形成。

在另一更具体的实施方案中，有机基聚硅氧烷的有机基团可为与这些聚合物有关的任何有机基团并且通常可选自以下非限制性实例：1 至约 60 个碳原子的烷基的，例如甲基、乙基、丙基；环烷基例如环己基、环庚基、

环辛基；单核芳基例如苯基、甲基苯基、乙基苯基；链烯基例如乙烯基和烯丙基；氧化烯基团例如环氧乙烷、环氧丙烷以及其混合物；以及卤代烷基，例如 3,3,3-三氟丙基。在更具体的实施方案中，有机基团为 1-8 个碳原子的烷基，并且最具体地为甲基。在一种实施方案中，聚有机基硅氧烷在聚合物中具有一些羟基。在一种具体实施方案中，有机基聚硅氧烷的有机基团可为美国专利 6,531,540 中所述的任何有机官能团，该专利的内容并入此处作为参考。应当理解的是，美国专利 6,531,540 中使用的有关烃基的命名规则将视为等同于本文所述的有机基团，美国专利 6,531,540 中所述的全部烃基可用作本文所述的有机基团，由此美国专利 6,531,540 中所述的烃基和本文所述的有机基团可互换使用。在本文的一种实施方案中应当理解的是，本文所述的任何有机基团可存在于所述有机基聚硅氧烷上，或者可通过与有机化合物(例如，非限制性实例为 α 烯烃)反应键合到所述有机硅氧烷上。

在本文的一种具体实施方案中，反应产物(a)可具有通式：



其中

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

$$M^H = R^4 R^5 H SiO_{1/2};$$

$$M^{vi} = R^6 R^7 R^8 SiO_{1/2};$$

$$M^E = R^9 R^{10} R^E SiO_{1/2};$$

$$D = R^{11} R^{12} SiO_{2/2};$$

$$D^H = R^{13} H SiO_{2/2};$$

$$D^{vi} = R^{14} R^{15} SiO_{2/2};$$

$$D^E = R^{16} R^E SiO_{2/2};$$

$$T = R^{17} SiO_{3/2};$$

$$T^H = H SiO_{3/2};$$

$$T^{vi} = R^{18} SiO_{3/2};$$

$$T^E = R^E SiO_{3/2}; \text{ 并且}$$

$$Q = SiO_{4/2}$$

其中 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^{11} 、 R^{12} 和 R^{17} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基； R^4 、 R^5 和 R^{13} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基或氢； R^6 为具

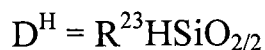
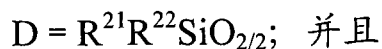
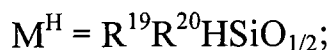
有 2-10 个碳原子的一价不饱和烃基, R^7 和 R^8 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基; R^{14} 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烃基, R^{15} 为具有 1-60 个碳原子的一价烃基; R^{18} 为具有 2-10 个碳原子的一价不饱和烃基, R^9 、 R^{10} 和 R^{16} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基或 R^E ; 每个 R^E 独立地为具有 1-60 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷部分的一价烃基; 化学计量下标 a、b、c、d、e、f、g、h、i、j、k、L 和 m 为 0 或正数, 具有以下限制: $a+b+c+d \geq 1$; $d+h+L \geq 1$ 并且 $b+f+j \geq 1$ 。

在另一实施方案中, 还提供了产生所述第一有机硅组合物的方法, 包括将所述反应产物(a)和所述溶胀量的烷基三硅氧烷(b)混合。

在另一具体实施方案中, 具有如上所述式 $M_a M_b^H M_c^{vi} M_d^E D_e D_f^H D_g^{vi} D_h^E T_i T_j^H T_k^{vi} T_L^E Q_m$ 的反应产物(a)可包括以下物质的反应产物: (I)包括下式的组合物:



其中



其中 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{23} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基或者氢; R^{21} 和 R^{22} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基; 化学计量下标 n、o 和 p 为 0 或正数, 受到以下限制, o 为大于 10 的数, p 为 0 至约 20 的数, n 为 0-2 的数, 受到的限制是 $n+p$ 为 1 至约 20; (II)链烯基氧化环烯(alkenyl cycloalkylene oxide), 例如非限制性实例乙烯基氧化环己烯; (III) α -烯烃组分, 例如得自 Chevron 的 α 烯烃 Gulftene C30+或者得自 Innovene 的 C_{16-18} α 烯烃; (IV)线性硅氧烷和任选的环状硅氧烷, 其中线性硅氧烷可包括非限制性实例烷基三硅氧烷, 特别是乙基三硅氧烷(ETS), 例如非限制性实例七甲基乙基三硅氧烷, 辛基三硅氧烷(OTS), 例如非限制性实例七甲基辛基三硅氧烷, 己基三硅氧烷, 例如非限制性实例七甲基己基三硅氧烷, 以及本文所述的任何其它烷基三硅氧烷; (V)催化剂, 例如非限制性实例铂催化剂, 更具体地 Karstedt 催化剂; (VI)通过铂与含 Si-H 键的化合物例如非限制性实例 $MD_{50}^H M$ 在流体组分(如非限制性实例乙基三硅氧烷)和任选的十甲基环戊硅氧烷中相互作用形成的环氧聚合催化剂; 和(VII)用于淬灭残余的 Si-H 官能

度(例如非限制性实例 C_{16-18} α 烯烃)的试剂。

在本文的另一具体实施方案中,如上所述具有式 $M_a M_b^H M_c^{vi} M_d^E D_e^H D_f^{vi} D_g^E T_i^H T_j^{vi} T_k^E Q_m$ 的反应产物(a)可进一步包括以下物质的反应产物:(I)包括式 $M^H D_{133} D_{2.5}^H M^H$ 的组合物;(II)乙烯基氧化环己烯;(III)得自 Chevron 的 α 烯烃 Gulftene C30+;(IV)ETS 和任选的十甲基环戊硅氧烷;(V)铂催化剂(Karstedt 催化剂)的溶液;(VI)ETS 和任选的十甲基环戊硅氧烷中的 $MD_{50}^H M$; 和(VII) C_{16-18} α 烯烃。

在其他具体的实施方案中,组合物(I)进一步包括环氧官能聚有机基硅氧烷,例如如上所述的环氧官能聚有机基硅氧烷。

在一种具体实施方案中,反应产物(a)可包括两种或更多种交联硅氧烷聚合物,具体地两种或更多种三维交联硅氧烷聚合物,并且最具体地两种或更多种环氧官能交联聚有机基硅氧烷,其中环氧官能交联聚有机基硅氧烷的有机基团除了至少一个环氧官能团外,还包括上述有机基团。

在本文的一种具体实施方案中,“溶胀量”为可以提供本文所述的反应产物(a)的体积增加的量。

在一种实施方案中,如上所述的流体组分可为任何已知或工业用的烷基三硅氧烷,条件是烷基三硅氧烷在第一有机硅组合物中提供上述较低的固体含量和所需的粘度。在一种具体实施方案中,烷基三硅氧烷(b)为烷基取代的三硅氧烷。在一种实施方案中,术语“烷基”表示饱和直链或支链一价烃基。在一种具体实施方案中,一价烷基选自每个基团中含有 1-60 个碳原子的直链或支链烷基,非限制性实例例如甲基、乙基、丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、戊基、己基、庚基、癸基和十二烷基。在另一具体实施方案中提供了烷基三硅氧烷(b),其为线性烷基三硅氧烷,是通过式(A)的聚有机基硅氧烷的烷基化产生的高纯度材料:



其中



其中 R^A 、 R^B 和 R^C 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基;并且 R^D 为具有 1-60 个碳原子的一价烃基或氢。在一种实施方案中,本文所述的高纯度材料基本上定义为包括式(A)的烷基化聚有机基硅氧烷。在本文的一种

具体实施方案中,式(A)的聚有机基硅氧烷的烷基化可同时伴有式(A)的聚有机基硅氧烷与烯烃化合物(例如乙烯)的反应。在更具体的实施方案中,基于高纯度材料的总重量,高纯度材料包括大于约 90 重量%的式(A)的烷基化聚有机基硅氧烷。在又一更具体的实施方案中,基于高纯度材料的总重量,高纯度材料包括大于约 95 重量%的式(A)的烷基化聚有机基硅氧烷。在最具体的实施方案中,基于高纯度材料的总重量,高纯度材料包括大于约 97 重量%的式(A)的烷基化聚有机基硅氧烷。在本文的一种其它实施方案中,至少一种烷基三硅氧烷(b)可通过任何本领域技术人员已知的或惯常使用的方法形成。

在一种具体实施方案中,至少一种烷基三硅氧烷(b)具有下式:



其中

M 或 $M' = R^{24}R^{25}R^{26}SiO_{1/2}$; 并且

$D^* = R^{27}R^{28}SiO_{2/2}$;

其中每个 R^{24} 、每个 R^{25} 和每个 R^{26} 独立地为具有 1-60 个碳原子的一价烃基以使得 M 和 M' 不同; 并且其中 R^{27} 和 R^{28} 独立地为具有 2-60 个碳原子的一价烃基; 化学计量下标 r 为受到以下限制的正数: D^* 的硅原子具有除了氢、甲基和聚醚之外的侧基, 并且 $r = 1$ 。

在一个具体实施例中,烷基三硅氧烷(b)的一些非限定性实例是线性烷基三硅氧烷,其选自乙基三硅氧烷,如非限定性实例的 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-乙基三硅氧烷; 辛基三硅氧烷,如非限定性实例的 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-辛基三硅氧烷; 己基三硅氧烷如非限定性实例的 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-己基三硅氧烷; 和它们的组合。在这里的一个具体实施方式中,烷基三硅氧烷(b)可为这里通过引用而全部并入进来的美国专利申请公开 2004/0197284A1 中描述的那些烷基三硅氧烷中的至少一种烷基三硅氧烷。在这里的另一个具体实施方式,烷基三硅氧烷(b)可这里通过引用而全部并入进来的美国专利申请公开 2005/0069564A1 中描述的那些烷基三硅氧烷中的至少一种烷基三硅氧烷。仍在一个更具体实施方式中,烷基三硅氧烷(b)可包含八甲基三硅氧烷(表面张力= 17.4 mN/m),例如公司 Dow Corning 以 DC 200 Fluid 1 cst 的名称进行出售; 3-戊基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1-己基-1,1,3,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,3,5,5-七甲基-5-辛基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-

辛基三硅氧烷, 例如以“Silsoft 034”的名称被公司 General Electric 出售; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-己基三硅氧烷(表面张力= 20.5 mN/m), 例如以“DC 2-1731”的名称被公司 Dow Corning 出售; 1,1,3,3,5,5-六甲基-1,5-二丙基三硅氧烷; 3-(1-乙基丁基)-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(1-甲基丙基)三硅氧烷; 1,5-二乙基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-七甲基-3-(1-甲基丙基)三硅氧烷; 3-(1,1-二甲基乙基)-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,5,5,5-六甲基-3,3-双(1-甲基乙基)三硅氧烷; 1,1,1,3,3,5,5-六甲基-1,5-双(1-甲基乙基)三硅氧烷; 1,5-双(1,1-二甲基乙基)-1,1,3,3,5,5-六甲基三硅氧烷; 3-(3,3-二甲基乙基)-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(3-甲基丁基)三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(3-甲基戊基)三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-(2-甲基丙基)三硅氧烷; 1-丁基-1,1,3,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-丙基三硅氧烷; 3-异己基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,3,5-三乙基-1,1,3,5,5-五甲基三硅氧烷; 3-丁基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 3-叔戊基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,5,5,5-六甲基-3,3-二丙基三硅氧烷; 3,3-二乙基-1,1,1,5,5,5-六甲基三硅氧烷; 1,5-二丁基-1,1,3,3,5,5-六甲基三硅氧烷; 1,1,1,5,5,5-六甲基-3,3-二甲基三硅氧烷; 3,3-二丁基-1,1,1,5,5,5-六甲基三硅氧烷; 3-乙基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 3-庚基-1,1,1,3,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1-乙基-1,1,3,3,,5,5,5-七甲基三硅氧烷; 1,1,1,5,5,5-六甲基-3,3-二乙基三硅氧烷; 1,1,3,3,5,5-六甲基-1,5-二乙基三硅氧烷; 1,1,1,3,5,5,5-七甲基-3-丁基三硅氧烷和它们的组合。在一个具体实施方式中, 反应产物(a)可使用具体地使用这里描述的流体组分和更具体地这里描述的烷基三硅氧烷的常规已知办法来进行均匀化。

在一种具体的实施方案中, 烷基三硅氧烷(b)可包括两种或更多种烷基三硅氧烷。

在本文的另一种具体实施方案中, 第一有机硅组合物可进一步包括不同于所述烷基三硅氧烷的有机硅流体。在更具体的实施方案中, 所述不同于烷基三硅氧烷的有机硅流体可为环状和/或线性有机硅流体, 例如分别为十甲基环戊硅氧烷流体和/或高分子量聚有机基硅氧烷流体。在本文最具体的实施方案中, 所述高分子量聚有机基硅氧烷流体具有比烷基三硅氧烷(b)更大的粘度, 并且可选自粘度具体地为约 1 至约 400, 更具体地约 3 至约 350, 并且最具体地约 5 至约 300 厘泊的有机聚二甲基硅氧烷, 其中有机基

团可为任意上述的有机基团。在一种具体实施方案中，有机聚二甲基硅氧烷可具有约 1 至约 100 厘沱，更具体地 2 至约 50 厘沱，并且最具体地 5 至约 10 厘沱的粘度。在一种非常具体的实施方案中，聚二甲基硅氧烷可具有 5 厘沱的粘度。在一种非常具体的实施方案中，聚二甲基硅氧烷可具有 50 厘沱的粘度。

在一种具体实施方案中，本文所述的第一有机硅组合物为固体，通常具有奶油状稠度，其中反应产物(a)充当使流体组分胶凝化的手段，以向流体组分可逆地提供固体特性。

在本文的一种具体实施方案中，提供了基本上包括第一有机硅组合物的有机硅凝胶。在本文的一种实施方案中，基于有机硅凝胶的总重量，基本上包括有机硅凝胶的第一有机硅组合物的量具体地大于约 10 重量%，更具体地大于约 50 重量%，并且最具体地大于约 90 重量%。此处应当理解的是，本文所述的有机硅凝胶还可具有上述粘度和固体含量。

在本文的一种具体实施方案中，包括至少一种烷基三硅氧烷(b)的其它有机硅组合物可通过使用由本领域技术人员已知的其它交联工艺形成的硅氧烷聚合物而制得。在本文的一种具体实施方案中，提供了基本上包括如上所述通过本领域技术人员已知的其它交联工艺制得的其它有机硅组合物的有机硅凝胶，其还可被至少一种本文所述的烷基三硅氧烷(b)溶胀。

在一种其它实施方案中，第一有机硅组合物表现出对高稳定性和抗脱水收缩性，也就是说，第一有机硅组合物极少表现出或没有表现出流体从第一有机硅组合物中流出的趋势，并且对包括第一有机硅组合物作为组分的个人护理制剂提供高稳定性和抗脱水收缩性。这种高稳定性和抗脱水收缩性随着该第一有机硅组合物和含有该第一有机硅组合物的个人护理制剂的长期使用一直保持。然而，流体组分可能由于第一有机硅组合物遭受剪应力(例如将第一有机硅组合物在手指间摩擦)而从反应产物(a)中分离，以提高第一有机硅组合物流体组分的感觉特性。在本文的一种实施方案中，本文所述的第一有机硅组合物可在配制时使用或者在乳剂中作为有机硅组分使用，例如如美国专利 6,531,540、6,060,546 和 6,271,295 中所述，全部这些专利的内容以其全文并入此处作为参考。

在一种实施方案中，提供了包括基本上由本文所述的第一有机硅组合物组成的有机硅凝胶的个人护理制剂，其中所述个人护理制剂为至少一种

选自以下的非限制性实例：除臭剂、止汗剂、止汗剂/除臭剂，剃须产品，润肤液、保湿剂，调色剂，浴室用品，清洁产品，护发产品比如香波、调理剂、摩丝、定型发胶、美发喷剂、染发剂、染发产品、头发漂白剂、烫发产品、直发剂，毛发卷曲控制(hair frizz control)，毛发增容(hair volumizing)，修指甲产品比如指甲油、指甲油去除剂、指甲霜和露、角质层软化剂，防护膏比如遮光剂、驱虫剂和抗老化产品，加色化妆品比如口红、粉底、扑面粉、眼线膏、眼影、胭脂、美容品、睫毛油、有助于香味散发的载体，和通常已经添加了有机硅组分的其它个人护理制剂，以及用于要施用于皮肤的医学组合物的局部施用的药物递送系统。

在其他具体的实施方案中，本文所述的个人护理制剂进一步包括一种或多种个人护理成分。合适的个人护理成分包括例如软化剂、保湿剂、湿润剂(humectant)、颜料，包括珠光颜料例如氯氧化铋和二氧化钛涂覆的云母，着色剂、香料、生物杀灭剂、防腐剂、抗氧化剂、抗微生物剂、抗真菌剂、止汗剂、皮肤角质层剥离剂(exfoliant)、激素、酶、药物化合物、维生素、盐、电解质、醇、多元醇、紫外线吸收剂、植物萃取物、表面活性剂、硅油、有机油、蜡、成膜剂、增稠剂例如热解法二氧化硅或水合二氧化硅、粒状填料，例如滑石、高岭土、淀粉、改性淀粉、云母、尼龙、粘土，例如膨润土和有机改性的粘土，以及其组合。

在本文的另一实施方案中，第一有机硅组合物可通过任何已知或工业用方法形成，只要所述方法提供上述反应产物(a)的溶胀。在一种具体实施方案，提供了产生第一有机硅组合物的方法，包括将至少一种反应产物(a)与溶胀量的至少一种烷基三硅氧烷(b)合并；以产生与本文所述的第二有机硅组合物粘度基本上相同但固体含量较低的第一有机硅组合物。

在一种具体实施方案中，所述产生第一有机硅组合物的方法可包括通过选自加成聚合、缩聚、阳离子聚合、阴离子聚合以及其组合的聚合反应方法形成反应产物(a)。

在本文的一种实施方案中，反应产物(a)通过使用硅氢化反应以普通方法制备，从而在带有 Si-H 的硅氧烷上连接乙烯基或烯丙基取代的环氧化物。含有 SiH 的硅氧烷为本领域所熟知并且在结构上可为线性、支化或环状。一些有用的乙烯基或烯丙基取代的环氧化物的非限制性实例包括 4-乙烯基氧化环己烯、烯丙基缩水甘油醚、苧烯氧化物、1,2-环氧-5-己烯、1,2-环氧

-7-辛烯、降冰片二烯单环氧化物和 1,2-环氧-9-癸烯。在本文的另一种实施方案中，适合制备反应产物(a)、烷基三硅氧烷(b)和本文所述的第一有机硅组合物的贵金属催化剂为本领域所熟知并且包括铈、钪、钇、镱、铟和/或铂的络合物。用于形成交联有机硅网络(a)和使用环氧-氢化物反应制备的含有溶胀交联有机硅网络的凝胶的环氧-氢化物反应是本领域技术人员所熟知的，如美国专利 6,531,540 中所描述的，该专利的内容并入此处作为参考。

在一种具体实施方案中，反应产物(a)为在阳离子聚合条件下，更具体地在流体组分(更具体地，低分子量硅氧烷流体)的存在下通过聚合环氧官能有机硅氧烷化合物形成的化合物。在一种实施方案中，反应产物(a)可以已经在流体组分或者流体组分混合物的存在下聚合以直接形成第一有机硅组合物。在另一实施方案中，反应产物(a)可以在第一流体组分或者第一流体组分混合物的存在下已经聚合以形成反应产物(a)交联聚醚硅氧烷共聚物网络。然后由此形成的反应产物(a)随后用第二流体组分或第二流体组分混合物溶胀以形成本文所述的第一有机硅组合物；第二流体组分或第二流体组分混合物与第一流体组分或者第一流体组分混合物相同或者不同，只要所述第一流体组分和/或第二流体组分中含有烷基三硅氧烷(b)。在本文的一种实施方案中，第一流体组分可任选在加入第二流体组分之前通过例如蒸发从反应产物(a)中除去。在本文的其他具体实施方案中，交联环氧官能的反应产物(a)在不存在流体组分的情况下聚合以形成反应产物(a)，并且反应产物(a)随后使用流体组分或者流体组分的混合物溶胀以形成本文所述的第一有机硅组合物，条件是流体组分或流体组分混合物中含有烷基三硅氧烷(b)。

在另一实施方案中，以足够量的过量的氢化硅氧烷官能度进行环氧官能性有机硅氧烷的聚合反应，由此在聚合后存在剩余的氢化物，其可随后在适于氢化硅烷化的条件下与一种或多种链烯基官能化合物反应。这在链烯基官能化合物可以充当阳离子固化的抑制剂的情况下尤为有利。该烯基化合物为含有可充当阳离子固化机理性抑制剂的官能团的那些，例如碱。在另一实施方案中，为了加快聚合速率加入少量浓缩的氢化硅氧烷或氢化硅烷化合物。

在本文的一种具体实施方案中，提供了产生第一有机硅组合物的方法，包括其中至少一种反应产物(a)是在至少一种第一流体组分存在下产生的并且随后溶胀，其中溶胀所述反应产物(a)包括使用至少一种第二流体组分稀

释已经在至少一种第一流体组分存在下产生的反应产物(a)，条件是至少一种第一流体组分和/或至少一种第二流体组分为烷基三硅氧烷(b)。

在本文的一种实施方案中，提供了通过本文所述的任何方法产生的有机硅凝胶。在另一具体实施方案中，提供了基本上包括通过如上所述产生第一有机硅组合物的方法产生的第一有机硅组合物的有机硅凝胶。在本文的又一具体实施方案中，提供了例如如上所述的个人护理制剂，其含有通过本文所述的任何方法产生的有机硅凝胶。

在本文的一种实施方案中，提供了本文所述的任何方法产生的有机硅凝胶，其中该有机硅凝胶具有如上所述的较低的固体含量和所需的粘度。

在一种具体实施方案中，提供了含有本文所述的有机硅凝胶的化妆品组合物，其中有机硅凝胶含有一种或多种表4中所述的制剂。

在本文的另一种具体实施方案中，提供了一种包括本文所述的有机硅凝胶的遮光剂组合物，其中有机硅凝胶含有表A中的以下遮光剂制剂：

表 A

组分	Wt(%)
A 部分	
硬脂酸缩水甘油酯(和)PEG-100 硬脂酸酯.(4)	2.52
二甲聚硅氧烷 5cSt (1)	4.5
棕榈酸异丙酯	2.7
实施例 2，得自以下表 1 的样品 2(1)	4.5
辛酰基甲聚硅氧烷(Silsoft 034)(1)	4.5
PEG-5/PPG-3 甲聚硅氧烷(Silsoft 305)(1)	1.14
二甲聚硅氧烷(和)三甲基硅甲硅烷氧基硅酸酯 (SS4267)(1)	0.90
醋酸生育酚 USP(3)	0.27
二苯甲酮-3(2)	2
辛基甲氧基肉桂酸酯(2)	3
丁基甲氧基二苯甲酰基甲烷(2)	1.5
TiO ₂ (C47-60, Sunchemical)	0.3
B 部分	
去离子水	65.77

甘油	3.60
烟酰胺(3)	0.90
泛酰醇(3)	0.36
熊果苷(3)	0.05
Na4EDTA	0.07
抗坏血酸磷酸钠	0.05
Carbopol 941	0.12
三乙醇胺	0.21
防腐剂(2)	0.06
香料	足量
C 部分	
聚丙烯酰胺(和) C13-C14 异链烷烃(和)	0.9
Laureth-7(5)	

应当理解的是,表 A 中使用的 Wt % 为基于遮光剂制剂总重量的重量百分比。

在本文的一种实施方案中,表 A 中的遮光剂组合物通过以下步骤制备:

1. 室温下合并 A 部分的组分,加热至 75°C。
2. 合并 B 部分的组分,加热至 75°C。
3. 将 B 缓慢加入到 A,小心监测温度。
4. 加入 C。
5. 在温和搅拌下冷却至 30°C。加入香料和防腐剂。
6. 匀化。

应当理解的是,表 A 中遮光剂组合物的组分可以商品名或者从表 A 中各组分后面括号中的数字所表示的供应商处得到,在下面的清单中规定了该括号中的数字:

商品名/供应商

(1)GE Advanced Materials, Silicones

(2)ISP

(3)BASF

(4)Uniqema

(5)Seppic

还应当理解的是，表 A 中使用的足量可以被最终用户调节至具体所需的量。

为了说明本发明给出以下实施例。它们没有任何意图限制本文所述的实施方案。除非另有说明，全部重量为基于第一有机硅组合物总重量的重量百分比。

实施例

使用作为第一有机硅组合物流体组分的烷基三硅氧烷在较低固体浓度时得到高粘度有机硅凝胶。这种结果在与其它线性有机硅流体比较时是出人意料的，该其它线性有机硅与相应的环状有机硅相比通常为不太有效的有机硅流体组分，并由此需要增加交联有机硅网络例如反应产物(a)的量以提供具有所需性质的第一有机硅组合物。与通过其它线性聚二甲基硅氧烷流体溶胀的有机硅组合物相比较，作为流体组分加入的烷基三硅氧烷同样产生多种制剂和感觉益处(sensory benefit)。已经单独使用或者与其它有机硅流体组合使用辛基三硅氧烷(OTS)和乙基三硅氧烷(ETS)作为流体组分制备了多种有机硅凝胶。根据这些研究非常清楚的是，OTS 和 ETS 流体为比其它线性二甲聚硅氧烷流体更加有效的凝胶流体组分。同样，当这些具有三硅氧烷的凝胶配制成个人护理制剂时，该个人护理制剂表现出用其它流体组分溶胀时没有发现的多种功能或美学性能益处；这种感觉益处的部分非限制性实例包括降低皮肤上的成团、个人护理制剂在皮肤上的一般感觉和提高个人护理制剂的粘稠度。

对比实施例

将 260 克大致组成为 $M^H D_{133} D_{2.5}^H M^H$ 的硅烷流体与 8.5 克乙烯基氧化环己烯、21.7 克 α 烯烃(得自 Chevron 的 Gulftene C30+)、630 克十甲基环戊硅氧烷(D_5)和 0.075 克铂催化剂溶液(Karstedt 催化剂)混合。将混合物加热至 90°C 然后混合 45 分钟。然后向热的反应混合物中加入在 80 克 D_5 中的 9.7 克另一硅烷流体 $MD_{50}^H M$ 。在 90°C 另外搅拌 4 小时，然后通过加入封端烯烃(terminal olefin)中止反应，该封端烯烃为得自 Innovene 的 $C_{16-18}\alpha$ 烯烃。基于反应产品(a)的总重量，所得物质具有 29.8 重量%的固体含量和 20 重量%

的可提取物。然后使用 350 克 D₅ 稀释 250 克该物质, 然后以 9000 磅/平方英寸(psi)一次通过 Gaulin 均化器。基于第一有机硅凝胶的总重量, 所得凝胶(样品 1)具有约 12.5 重量%的固体含量, 并且在 24 小时具有 183,000 厘泊(cP)的粘度。

实施例 1

将 260 克大致组成为 M^HD₁₃₃D^H_{2.5}M^H 的硅烷流体与 8.5 克乙烯基氧化环己烯、21.7 克 α 烯烃(得自 Chevron 的 Gulftene C30+)、630 克乙基三硅氧烷和 0.075 克铂催化剂溶液(Karstedt 催化剂)混合。将混合物加热至 90°C 然后混合 45 分钟。然后向热的反应混合物中加入在 80 克乙基三硅氧烷中的 9.7 克另一硅烷流体 MD^H₅₀M。在 90°C 另外搅拌 4 小时, 然后通过加入封端烯烃中止反应, 该封端烯烃为得自 Innovene 的 C₁₆₋₁₈α 烯烃。基于反应产物(a)的总重量, 所得物质具有 29.8 重量%的固体含量和 24.5 重量%的可提取物。然后使用 350 克乙基三硅氧烷稀释 250 克该物质, 并且以 9000 psi 一次通过 Gaulin 均化器。基于第一有机硅凝胶的总重量, 所得物质(样品 2)具有约 12.5 重量%的固体含量, 并且在 24 小时具有 220,000 厘泊(cP)的粘度。当 250 克这种 29.8 重量%交联的有机硅粉末使用 350 克辛基三硅氧烷一次匀化时, 所得凝胶(样品 2-a)基于有机硅凝胶的总重量具有约 12.5 重量%的固体含量, 并且在 24 小时具有 205,000 cP 的粘度。

实施例 2

将 260 克大致组成为 M^HD₁₃₃D^H_{2.5}M^H 的硅烷流体与 8.5 克乙烯基氧化环己烯、7.4 克得自 Innovene 的 C₁₆₋₁₈α 烯烃、630 克乙基三硅氧烷和 0.075 克铂催化剂溶液(Karstedt 催化剂)混合。将混合物加热至 90°C 然后混合 45 分钟。然后向热的反应混合物中加入在 80 克乙基三硅氧烷中的 9.7 克另一硅烷流体 MD^H₅₀M。在 90°C 另外搅拌 4 小时, 然后反应通过加入封端烯烃(得自 Innovene 的 C₁₆₋₁₈α 烯烃)淬灭。基于反应产物(a)的总重量, 所得物质具有 31 重量%的固体含量和 18 重量%的可提取物。然后使用 350 克乙基三硅氧烷稀释 250 克该物质, 并且以 9000 psi 一次通过 Gaulin 均化器。基于有机硅凝胶的总重量, 所得物质(样品 3)具有约 12.5 重量%的固体含量, 并且在 24 小时具有 254,000 cP 的粘度。当 250 克这种 31 重量%交联的有机硅粉末

使用 350 克辛基三硅氧烷一次匀化时, 所得凝胶(样品 3-a)基于有机硅凝胶的总重量具有约 12.5 重量%的固体含量, 并且在 24 小时具有 185,000 cP 的粘度。

表 1 实施例 1 和 2 的结果归纳

	样品	以碳原子数计的烷基链长	流体组分	可提取物 (反应产物(a) 的重量百分比)	固体含量(有机硅凝胶 的重量百分比)	粘度(cP)
对比实施例	1	30-45	D5	20	12.5	183,000
实施例 1	2	30-45	ETS	24.5	12.5	220,000
	2a	30-45	ETS/OTS	24.5	12.5	205,000
实施例 2	3	16-18	ETS	18	12.5	254,000
	3a	16-18	ETS/OTS	18	12.5	185,000

表 1 中的结果归纳表明, 当考虑到交联聚合烷链长度和可提取物量度时, 十甲基环戊硅氧烷(D₅)和乙基三硅氧烷具有类似的凝胶溶胀效率。通常, 较高的可提取物量度产生略微较高粘度的材料。从这些试验中还注意到, 辛基三硅氧烷是比乙基三硅氧烷低效率的溶胀剂, 如样品 2-a 和样品 3-a 中所显示的。

实施例 3

制备反应产物(a), 并且通过多种有机硅氧烷流体溶胀。将 260 克大致组成为 $M^H D_{133} D_{2.5} M^H$ 的硅烷流体与 8.5 克乙烯基氧化环己烯、15.4 克得自 Innovene 的 C₁₆₋₁₈α 烯烃、630 克聚二甲基硅氧烷(5cP)和 0.075 克铂催化剂溶液(Karstedt 催化剂)混合。将混合物加热至 90°C 然后混合 45 分钟。然后向热的反应混合物中加入在 80 克聚二甲基硅氧烷(5cP)中的 8.6 克另一硅烷流体 MD^H₅₀M。在 90°C 另外搅拌 4 小时, 然后反应通过加入封端烯烃(得自 Innovene 的 C₁₆₋₁₈α 烯烃)淬灭。基于反应产物(a)的总重量, 所得物质具有 30 重量%的固体含量。通过将反应产物(a)的粉末与辛基三硅氧烷和 5 cP 聚二甲基硅氧烷(PDMS)的混合物的共混物以 9000 psi 通过 Gaulin 均化器两次制备以下溶胀的有机硅凝胶。所得有机硅凝胶(样品 4-14)的固体含量和粘度列

于下表：(表 2)

表 2：使用线性有机硅作为溶胀剂的有机硅凝胶

样品	以克计的反应产物(a)的量	以克计的辛基三硅氧烷的量	以克计的 5cP PDMS 的量	凝胶中的固体含量 (有机硅凝胶的重量百分比)	1 周时的粘度(cP)
4	19,340	0	16,980	16	90,000
5	533	233	233	16	114,000
6	533	467	0	16	134,000
7	20,566	0	15,754	17	110,000
8	566	217	217	17	143,000
9	566	324	108	17	173,500
10	566	434	0	17	204,500
11	21,792	0	14,528	18	180,000
12	600	200	200	18	219,500
13	600	400	0	18	277,500
14	633	364	0	19	329,500

该实施例的结果清楚地表明，在有机硅凝胶中反应产物(a)固体的给定水平下，辛基三硅氧烷与 5 cP PDMS 比例增加提高了有机硅凝胶的粘度。因此，与线性 5 cP PDMS 相比，烷基三硅氧烷为用于有机硅凝胶的更加有效的流体组分。

另外，烷基三硅氧烷能够在线性的更高分子量 PDMS 流体存在下有效溶胀反应产物(a)。因此，有机硅凝胶中 PDMS 和烷基三硅氧烷的组合提供独特的最终用户益处，与单独使用的 PDMS 相比，所述 PDMS 和烷基三硅氧烷的组合同样为反应产物(a)的更加有效的溶胀流体组分。

实施例 4

将 260 克大致组成为 $M^H D_{133} D_{2.5}^H M^H$ 的硅烷流体与 8.5 克乙烯基氧化环己烯、21.7 克 α 烯烃(得自 Chevron 的 Gulftene C30+)、630 克十甲基环戊硅氧烷和 0.075 克铂催化剂溶液(Karstedt 催化剂)混合。将混合物加热至 90°C

然后混合 45 分钟。然后向热的反应混合物中加入在 80 克 D₅ 中的 9.7 克另一硅烷流体 MD^H₅₀M。在 90°C 另外搅拌 4 小时，然后反应通过加入得自 Innovene 的 C₁₆₋₁₈α 烯烃淬灭。基于反应产物(a)的总重量，所得物质具有 30 重量%的固体含量和 15 重量%的可提取物。通过将反应产物(a)的粉末与辛基三硅氧烷和十甲基环戊硅氧烷的混合物的共混物以 9000 psi 通过 Gaulin 均化器制备以下有机硅凝胶(样品 15-20)。所得凝胶的固体含量和粘度列于下表(表 3)中。

表 3: 使用三硅氧烷作为流体组分的有机硅凝胶

样品	以克计的反应产物(a)的量	以克计的辛基三硅氧烷的量	以克计的 D5 的量	凝胶中的固体含量(有机硅凝胶的重量百分比)	1 周时的粘度(cP)
15	247	0	353	12.5	126,000
16	247	176	176	12.5	108,000
17	247	353	0	12.5	83,500
18	297	0	303	15	334,500
19	297	152	152	15	204,000
20	297	303	0	15	200,500

表 3 中的结果表明，辛基三硅氧烷和十甲基环戊硅氧烷的共混提供粘度更低的有机硅凝胶，表明 D₅ 为比辛基三硅氧烷更加有效的流体组分。

通过分析实施例 1-5，非常容易确定以下趋势：在评价溶胀反应产物(a)的能力时，十甲基环戊硅氧烷(D₅)≈乙基三硅氧烷>辛基三硅氧烷>5 cP PDMS>更高分子量 PDMS 流体。

实施例 5

有机硅凝胶在化妆品制剂中增强的增稠性能：当有机硅凝胶配制成“膏粉(cream to powder)”粉底时，与仅含有 D₅ 的凝胶相比(样品 1)，含有烷基三硅氧烷的凝胶提供更高粘度的产品；也就是说，易于以令人愉快的感觉性质分散并且表现出提高的产品稳定性。制剂(1-4)如下表(表 4)所示。应当理解的是，表 4 中制剂 1-4 中使用的重量百分比为基于制剂总重量的重量百分

比。

表 4: 粉底制剂

组分	制剂 1	制剂 2	制剂 3	制剂 4
A 部分	重量百分比	重量百分比	重量百分比	重量百分比
样品 1(实施例 1)(D5)	44.5			
样品 2(实施例 2)(ETS)		44.5		
样品 16(实施例 5)(D5/OTS)			44.5	
样品 19(实施例 5)(D5/OTS)				44.5
环戊硅氧烷	30.2	30.2	30.2	30.2
苯基丙基二甲基甲硅烷氧基硅酸酯	3.0	3.0	3.0	3.0
环戊硅氧烷和二甲基聚硅氧烷	6.6	6.6	6.6	6.6
B 部分				
聚甲基倍半硅氧烷	11.8	11.8	11.8	11.8
C 部分				
TiO ₂	2.8	2.8	2.8	2.8
有色颜料	1.1	1.1	1.1	1.1
最终粉底的粘度	9,500 cP	28,000 cP	62,000 cP	100,000 cP

这些制剂通过使用顶部搅拌器以 3000 转/分钟(rpm)混合全部 A 部分、B 部分和 C 部分 5-10 分钟制得。在最终产品的粘度测量时注意到, 与没有三硅氧烷的有机硅凝胶(制剂 1)相比, 在有机硅凝胶中使用乙基三硅氧烷或辛基三硅氧烷得到粘度更高的膏粉粉底(制剂 2-4)。这些粉底制剂同样易于分布, 具有在感触(feel for)产品之后产生粉状感觉的有区别的感觉性质。

虽然上述说明包括许多细节, 但这些细节不应解释为限制, 而仅仅作作为具体实施方案的示例。本领域技术人员将可预见到所附权利要求所确定的范围和精神内的许多其它实施方案。