	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0024339 (43) 공개일자 2014년02월28일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) <i>C08G 77/04</i> (2006.01) <i>C08L 83/04</i> (2006.01) <i>A61K 8/89</i> (2006.01) (21) 출원번호 10-2013-7027967 (22) 출원일자(국제) 2012년05월01일 심사청구일자 없음 (85) 번역문제출일자 2013년10월23일 (86) 국제출원번호 PCT/US2012/035935 (87) 국제공개번호 WO 2012/151176 국제공개일자 2012년11월08일 (30) 우선권주장 61/481,937 2011년05월03일 미국(US)		(71) 출원인 다투 코닝 코포레이션 미국 미시간주 48686 미드랜드 웨스트 살츠버그 로드 2200 (72) 발명자 베케메이어, 토마스 다니엘 미국 48415 미시간 버치 런 부쉬 로드 12630 위버, 개리 미국 48642 미시간 미들랜드 휴런 드라이브 4407 (74) 대리인 특허법인 남앤드남

전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법

(57) 요약

MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법은 과량의 물 중에서 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하여 T-프로필 실록산 수지를 제공하는 단계 및 프로필 트라이클로로실란의 가수분해에 의해 형성된 T-프로필 실록산 수지를 규소-함유 M-기 캡핑제로 캡핑하여 MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 단계를 포함한다. MT-프로필 실록산 수지는 다양한 개인 케어 응용에 유용하며, 특히 개인 케어 조성물에 대한 첨가제로서 유용하다.

특허청구의 범위

청구항 1

규소 1 몰당 0.60 몰 이상의 $R^1SiO_{3/2}$ 단위 (여기서, R^1 은 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기, 아릴 기, 카르비닐 기, 아미노 기, 또는 설피도 기이되, 단, 규소 1 몰당 0.40 몰 이상의 R^1 기는 프로필 기임)를 갖는 MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법으로서,

과량의 물 중에서 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하여 T-프로필 실록산 수지를 제공하는 단계와;

프로필 트라이클로로실란을 가수분해하여 형성된 T-프로필 실록산 수지를 규소-함유 M-기 캡핑제(capping agent)로 캡핑하여 MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 단계 - 여기서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 규소 1 몰당 0.50 몰 이상의 1작용성 단위를 포함함 - 를 포함하는, MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법.

청구항 2

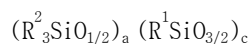
제1항에 있어서, 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계는 유기 용매의 존재 하에 수행되며, 상기 방법은 유기 용매와 대안적인 캐리어 용매 사이의 용매-교환을 수행하는 단계를 추가로 포함하는, MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, MT-프로필 실록산 수지는 규소 1 몰당 0.05 내지 0.40 몰의 실란올 기를 포함하는, MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법.

청구항 4

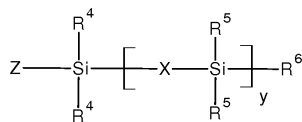
제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, MT-프로필 실록산 수지는 평균 화학식:



(여기서, a는 0.20 미만이고, c는 0.80 내지 1 미만의 범위이되, 단, a+c는 1임)을 갖는, MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 하기 평균 화학식:



(여기서, Z는 Cl, 1 내지 10개의 탄소를 갖는 알콕시 기, 또는 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기이고,

각각의 R^4 , R^5 , 및 R^6 은 독립적으로 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기이고; X는 O 또는 NH이고, y는 0 내지 10의 범위임)을 갖는 화합물, 또는 그의 가수분해물을 포함하는, MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 트라이메틸클로로실란 또는 그의 가수분해물을 포함하는, MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는

단계 전에 제공되는, MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법.

청구항 8

규소 1 몰당 0.60 몰 이상의 $R^1SiO_{3/2}$ 단위 (여기서, R^1 은 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기, 아릴 기, 카르비놀 기, 아미노 기, 또는 설피도 기이되, 단, 규소 1 몰당 0.40 몰 이상의 R^1 기는 프로필 기임)를 포함하는 T-프로필 실록산 수지와;

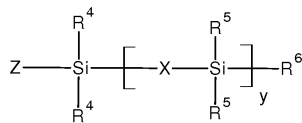
규소 1 몰당 0.50 몰 이상의 1작용성 단위를 포함하는 규소-함유 M-기 캡핑제의 반응 생성물을 포함하며,

규소 1 몰당 0.20 몰 미만의 $(R^2)_3SiO_{1/2}$

(여기서, 각각의 R^2 는 독립적으로 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기, 아릴 기, 카르비놀 기, 아민 기, 또는 설피도 기임)를 포함하는 MT-프로필 실록산 수지.

청구항 9

제8항에 있어서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 하기 평균 화학식:



(여기서, Z는 Cl, 1 내지 10개의 탄소를 갖는 알콕시 기, 또는 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기이고; 각각의 R^4 , R^5 , 및 R^6 은 독립적으로 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기이고; X는 O 또는 NH이고, y는 0 내지 10의 범위임)을 갖는 화합물, 또는 그의 가수 분해물을 포함하는 MT-프로필 실록산 수지.

청구항 10

단위

i. $(R^2)_3SiO_{1/2})_a$

ii. $(R^3)_2SiO_{2/2})_b$

iii. $(R^1SiO_{3/2})_c$, 및

iv. $(SiO_{4/2})_d$

(여기서,

각각의 R^1 , R^2 , 및 R^3 은 독립적으로 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기, 아릴 기, 카르비놀 기, 아미노 기, 및 설피도 기로부터 선택되되, 단, 규소 1 몰당 0.40 몰 이상의 R^1 기는 프로필 기이고,

a는 0.20 미만이고,

b는 0 내지 0.30 범위의 값이고,

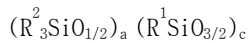
c는 0.6 초과 값이고,

d는 0 내지 0.50 범위의 값이고,

a + b + c + d의 값은 1임)를 포함하는 MT-프로필 실록산 수지.

청구항 11

제10항에 있어서, 평균 화학식:



(여기서, a는 상기에 정의된 바와 같고, c는 0.80 내지 1 미만의 범위이되, 단, a+c는 1임)을 갖는 MT-프로필 실록산 수지.

청구항 12

제10항 또는 제11항에 있어서, 규소 1 몰당 0.05 내지 0.40 몰의 실란올 기를 포함하는 MT-프로필 실록산 수지.

명세서

기술 분야

[0001] 관련 출원의 상호 참조

[0002] 본 출원은 2011년 5월 3일자로 출원된 미국 출원 제61/481,937호의 이득을 주장한다.

[0003] 본 발명은 MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법을 제공한다. 더욱 구체적으로, 본 발명은 T-프로필 실록산 수지를 규소-함유 M-기 캡핑제(capping agent)로 캡핑하여 MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 것을 포함한다.

배경 기술

[0004] 실록산 수지는, 개인 케어 응용과 같은 다수의 응용에서 중요하다.

[0005] T-프로필 실록산 수지로 알려진, 실록산 수지의 한 가지 특정 하위 부류가 개인 케어 조성물, 예를 들어, 화장품 제형에서 특별한 유용성을 나타내었다. 그러나, T-프로필 실록산 수지는 불안정할 수 있으며, 그의 특성은 시간이 지남에 따라 서서히 저하될 수 있다. 예를 들어, T-프로필 실록산 수지의 광학 투명성이 저하될 수 있으며, 따라서, 광학 투명성 수준이 감소된 개인 케어 조성물을 야기할 수 있다. 광학 투명성의 감소는 또한 분자량 및 점도 증가를 수반할 수 있는데, 이들 둘 모두는 바람직하지 않다.

[0006] 개인 케어 응용에서의 T-프로필 실록산 수지의 사용이 바람직한 특성을 갖는 제형을 야기하였지만, 그러한 제형에 사용되는 실록산 수지의 특성을 변경하려는 요구가 존재한다.

발명의 내용

[0007] MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법이 제공된다. 본 방법은 과량의 물 중에서 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하여 T-프로필 실록산 수지를 제공하는 단계를 포함한다. T-프로필 실록산 수지는 규소 1 몰당 0.60 몰 이상의 $R^1SiO_{3/2}$ 단위를 포함하며, 여기서, R^1 은 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드

로카르빌 기, 아릴 기, 카르비놀 기, 아미노 기, 또는 설피도 기이다. 규소 1 몰당 0.40몰 이상의 R^1 기는 프로필 기이다. 본 방법은 프로필 트라이클로로실란의 가수분해에 의해 형성된 T-프로필 실록산 수지를 규소-함유 M-기 캡핑제로 캡핑하여 MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 단계를 또한 포함한다. 규소-함유 M-기 캡핑제는 규소 1 몰당 0.50 몰 이상의 1작용성 단위를 포함한다.

[0008] MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 본 방법은, T-프로필 실록산 수지의 바람직한 특성을 갖지만 안정성 수준이 훨씬 더 큰 MT-프로필 실록산 수지를 야기한다. 게다가, 본 발명자들은 본 발명의 MT-프로필 실록산 수지를 함유하는 개인 케어 조성물이 개선된 안정성 및 광학 투명성을 가짐을 알아내었다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0009] MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 방법이 제공된다. 본 발명의 방법에 따라 형성된 MT-프로필 실록산 수지는 개인 케어 응용을 포함하지만 이로 한정되지 않는 매우 다양한 응용에서 유용성을 갖는다. 본 발명에 의해 형성된 MT-프로필 실록산 수지가 특별한 유용성을 갖는 한 가지 응용은 개인 케어 조성물, 예를 들어, 화장품 제형이 이용되는 개인 케어 응용이다. M, D, T, 및 Q 단위 및 그러한 단위에 의존하는 명명법은 본 기술 분야에 공지되어 있다. 예를 들어, 본 발명의 MT-프로필 실록산 수지는, 적어도, M 단위 및 T 단위를 갖는 실록산 수

지이다.

- [0010] 본 방법은 물 과량의 물 중에서 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하여 T-프로필 실록산 수지를 생성하는 단계를 포함한다. 본 방법은 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하여 형성된 T-프로필 실록산 수지를 규소-함유 M-기 캡핑제로 캡핑하여 MT-프로필 실록산 수지를 형성하는 단계를 추가로 포함한다.
- [0011] 물 과량의 물 중에서 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계 동안, 반응 온도는 보통 0℃ 내지 80℃ 또는 20℃ 내지 60℃로 유지된다. 그러나, 당업자에 의해 이해되는 바와 같이, 가수분해를 가능하게 하는 다른 반응 온도가 또한 고려된다. 전형적으로, 수지 중 Si 1 몰당 0.9 몰 초과와 물을 제공하기에 충분한 양의 물이 이 단계에서 사용되며, 대안적으로, 수지 중 Si 1 몰당 0.9 몰 내지 최대 30 몰의 범위를 제공하기에 충분한 양의 물이 이 단계에서 사용된다.
- [0012] 소정 실시 형태에서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계 전에 또는 중에 첨가된다. 대안적으로, 다른 실시 형태에서, M-기 캡핑제는 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계 후에 제공될 수 있다 (사후-캡핑).
- [0013] 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계 동안에, 프로필 트라이클로로실란 및 프로필 트라이클로로실란 이외의 성분들이 부분적으로 가수분해될 수 있는데, 이 경우에 프로필 트라이클로로실란 또는 다른 성분들 내의 가수분해성 기들 전부가 가수분해되는 것은 아니다. 단지 일례로서, 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계 동안에 규소-함유 M-기 캡핑제가 존재하며 하나를 초과하는 가수분해성 기를 포함한다면, 규소-함유 M-기 캡핑제는 부분적으로 가수분해될 수 있다. T-프로필 실록산이 형성된 후에 T-프로필 실록산 수지의 일부가 또한 부분적으로 가수분해될 수 있다.
- [0014] 본 방법은, 상기에 정의된 바와 같이, 물 과량의 물 중에서 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계를 포함한다. 대안적으로, 프로필 트라이클로로실란은 또한 과량의 물 및 유기 용매 중에서 가수분해될 수 있다. 일 실시 형태에서, 적합한 유기 용매는 가수분해 동안에 반응물들에 대해 불활성인 것들이다. 다른 실시 형태에서, 적합한 유기 용매는 가수분해 동안에 반응물과 반응한다. 예를 들어, 유기 용매가 메탄올을 포함하는 경우, 메탄올은 프로필 트라이클로로실란과 반응할 수 있다. 유기 용매는 벤젠, 톨루엔, 자일렌, 또는 유사한 방향족 탄화수소; 헥산, 헵탄, 아이소옥탄, 또는 유사한 선형 또는 부분 분지형 포화 탄화수소; 및 사이클로헥산을 포함할 수 있거나, 또는 유사한 지방족 탄화수소가 적합할 수 있다. 반응 동안의 임의의 겔화 가능성을 최소화시키기 위하여, 과량의 유기 용매는 유기 알코올과 같은 공용매와 함께 혼합물에 첨가할 수 있다. 이러한 목적을 위해 적합한 알코올에는, 메탄올, 에탄올, n-프로필 알코올, 아이소프로필 알코올, 부탄올, 메톡시 에탄올, 에톡시 에탄올, 또는 유사한 알코올이 포함되지만 이로 한정되지 않는다.
- [0015] 게다가, 메틸 트라이클로로실란, 다이메틸다이클로로실란, 페닐트라이클로로실란, 또는 유사한 클로로실란 및 메틸트라이메톡시실란, 메틸트라이에톡시실란, 메틸트라이아이소프로폭시실란, 페닐트라이에톡시실란, 유사한 알킬알콕시실란, 또는 이들의 가수분해물을 반응 혼합물에 첨가하여 공가수분해(co-hydrolysis)를 수행할 수 있다.
- [0016] 유기 용매의 존재 하에 프로필 트라이클로로실란의 가수분해가 수행되고, MT-프로필 실록산 수지의 특정 응용을 위해 대안적인 캐리어 용매가 더욱 적합한 경우, 본 방법은 유기 용매와 대안적인 캐리어 용매 사이의 용매-교환을 수행하는 단계를 추가로 포함할 수 있다. 유기 용매와 대안적인 캐리어 용매 사이의 용매-교환을 수행하는 단계는 가수분해 단계에 사용되는 유기 용매를 대안적인 캐리어 용매로 대체하는 것을 포함할 수 있다. 전형적으로, 대안적인 캐리어 용매는 개인 케어 조성물에서 다른 성분들과 상용성이 있는 것, 및 인간 적용에 적합한 것이다. 대조적으로, 가수분해 동안 사용되는 유기 용매가 개인 케어 조성물에 사용하기에 반드시 적합한 것은 아니다. 대안적인 캐리어 용매는 아이소도데칸, 2-부틸옥타놀, 아이소헥사데칸, C₁₂₋₁₅ 알킬 벤조에이트, 피마자유, 수소화 팜유, 글리세린, 또는 아이소프로필 팔미테이트를 포함할 수 있다. 대안적으로, 대안적인 캐리어 용매는 환형 실록산, 단쇄 실록산, 또는 일부 다른 형태의 탄화수소 용매를 포함할 수 있다. 단쇄 실록산 유체(short chain siloxane fluid)는 전형적으로 분자량 (M_w)이 200 내지 700의 범위인 실록산을 의미하는 것으로 이해된다. 명백히, 개인 케어 조성물에서, 유기 용매와 대안적인 캐리어 용매 사이에서 용매-교환 단계가 수행되는 경우, 대안적인 캐리어 용매가 인간 적용에 대해 상용성인 것이 중요하다. 지방족 탄화수소가 전형적으로 대안적인 캐리어 용매로서 사용된다.
- [0017] T-프로필 실록산 수지는 다양한 구성 및 특징을 가질 수 있다. T-프로필 실록산 수지는 전형적으로 실록산 수

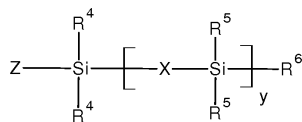
지에 존재하는 규소 1 몰당 0.60 몰 이상의 $R^1SiO_{3/2}$ 단위를 포함하며, 여기서, R^1 은 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기, 아릴 기, 카르비놀 기, 아미노기, 또는 설피도 기이되, 단, 실록산 수지에 존재하는 규소 1 몰당 0.40 몰 이상의 R^1 기는 프로필 기이다.

[0018] T-프로필 실록산 수지가 규소 1 몰당 0.60 몰 이상의 $R^1SiO_{3/2}$ 단위를 포함한다고 하더라도, T-프로필 실록산 수지는 또한 실록산 수지에 존재하는 규소 1 몰당 0.70, 0.80, 0.90, 0.95, 0.99, 또는 1.0 몰 이상의 $R^1SiO_{3/2}$ 단위를 포함할 수 있는 것으로 또한 고려된다. 상기에 또한 나타낸 바와 같이, T-프로필 실록산 수지는 규소 1 몰당 0.40 몰 이상의 R^1 기가 프로필 기라는 조건에 의해 특징지어진다. 전형적으로, 규소 1 몰당 0.50, 0.60, 0.70, 0.80, 0.90, 0.95, 0.99, 또는 1.0 몰 이상의 R^1 기가 프로필 기이다. 다른 실시 형태에서, 규소 1 몰당 1 몰의 R^1 기가 프로필 기이다. T-프로필 실록산 수지가, 상기에 언급된 T 단위에 더하여, M-단위를 포함하는 것이 또한 고려된다.

[0019] 규소-함유 M-기 캡핑제로 캡핑하기 전에 T-프로필 실록산 수지는 전형적으로 잔류 실란올 기를 포함한다. 일 구성에서, 규소-함유 M-기 캡핑제로 캡핑되기 전에 T-프로필 실록산 수지는 실록산 수지에 존재하는 규소 1 몰당 0.20 내지 1.20 몰의 실란올 기를 포함한다. 대안적으로, 규소-함유 M-기 캡핑제로 캡핑되기 전에 T-프로필 실록산 수지는 규소 1 몰당 0.30 내지 0.70 몰의 실란올 기, 또는 규소 1 몰당 0.35 내지 0.50 몰의 실란올 기를 포함한다.

[0020] 규소-함유 M-기 캡핑제는 규소 1 몰당 0.50 몰 이상의 1작용성 단위를 포함한다. 소정 실시 형태에서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 적어도 하나의 $R_3SiO_{1/2}$ 단위, 적어도 하나의 다이실록산, 또는 적어도 하나의 다이실라잔을 포함할 수 있다.

[0021] 일 실시 형태에서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 하기 평균 화학식을 갖는 화합물을 포함한다:



[0022]

[0023] 이러한 식에서, Z는 Cl, 1 내지 10개의 탄소를 갖는 알콕시 기, 또는 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기이고; R^4 , R^5 , 및 R^6 은 각각 독립적으로 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기이고; X는 O 또는 NH이고, y는 0 내지 10의 범위이다. 특정한 일 실시 형태에서, y는 0 내지 1의 범위이다. 소정의 M-기 캡핑제가 본 개시 내용 전반에 열거되어 있지만, 당업자에 의해 이해되는 바와 같이, 기재된 방법과 함께 사용하기 위한 다른 캡핑제가 또한 고려된다. 대안적으로, 상기에 기술된 화합물의 가수분해물이 규소-함유 M-기 캡핑제로서 이용될 수 있다.

[0024] 규소-함유 M-기 캡핑제는 클로로실란, 알콕시실란, 다이실록산, 또는 다이실라잔일 수 있다. 규소-함유 M-기 캡핑제는 1작용성 실란, 실록산, 또는 실라잔을 포함할 수 있다. 적합한 1작용성 실란에는, 예를 들어, 트라이오르가노실란, 예를 들어, 할로-, 알콕시-, 및 카르복시- 트라이오르가노실란이 포함된다. 더욱 특히, 규소-함유 M-기 캡핑제의 구체적인 예에는 트라이메틸클로로실란, 트라이메틸메톡시실란, 헥사메틸다이실록산, 다이페닐메틸메톡시실란, 다이메틸페닐메톡시실란, 다이페닐메틸클로로실란, 다이메틸페닐클로로실란, 헥사메틸다이실라잔, 및 이들의 가수분해물이 포함된다. 일 실시 형태에서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 트라이메틸클로로실란을 포함한다. 원한다면, 규소-함유 M-기 캡핑제들의 혼합물이 또한 사용될 수 있다.

[0025] 규소-함유 M-기 캡핑제는 MT-프로필 실록산 수지의 형성 동안 다양한 시점에, 예를 들어, 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계 전에, 중에, 또는 후에 첨가될 수 있다. 따라서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 T-프로필 실록산 수지의 캡핑 전에 부분적으로 가수분해될 수 있다.

[0026] 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계 전에 또는 중에 규소-함유 M-기 캡핑제가 첨가되는 경우, 규소-함유 M-기 캡핑제의 양은, 제공된 프로필 트라이클로로실란 1 몰당 0.01 내지 0.90 몰의 규소-함유 M-기 캡핑제의 범위일 수 있다. 대안적으로, 규소-함유 M-기 캡핑제의 양은, 제공되는 프로필 트라이클로로실란 1 몰당 0.10 내지 0.60, 또는 0.15 내지 0.50 몰의 규소-함유 M-기 캡핑제의 범위일 수 있다.

- [0027] 프로필 트라이클로로실란을 가수분해하는 단계 후에 규소-함유 M-기 캡핑제가 제공되는 경우, 규소-함유 M-기 캡핑제의 양은 T-프로필 실록산 수지 1몰당 0.01 내지 0.50 몰의 규소-함유 M-기 캡핑제의 범위일 수 있다. 대안적으로, 규소-함유 M-기 캡핑제의 양은 T-프로필 실록산 수지 1 몰당 0.01 내지 0.40, 또는 0.01 내지 0.30, 또는 0.01 내지 0.20 몰의 규소-함유 M-기 캡핑제의 범위일 수 있다. 그러한 실시 형태에서, a (M 단위의 몰 분율)의 값은 0.20 미만이다. 대안적으로, 그러한 실시 형태에서 a의 값은 0.05 내지 0.20 미만, 또는 0.05 내지 0.15, 또는 0.10 내지 0.15의 범위일 수 있다.
- [0028] 용매-교환이 이용되는 일 실시 형태에서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 용매-교환을 수행하는 단계 전에 첨가된다. 다른 구성에서, 규소-함유 M-기 캡핑제는 유기 용매를 대안적인 캐리어 용매로 용매-교환하는 단계 중에 또는 후에 첨가된다.
- [0029] 본 방법이 임의의 특정 이론에 제한되지는 않지만, 규소-함유 M-기 캡핑제는 T-프로필 실록산 수지의 실란올 기와 반응한다. 규소-함유 M-기 캡핑제의 첨가 및 반응은 전형적으로 20℃ 내지 150℃, 또는 40℃ 내지 120℃ 범위의 온도에서 수행된다. 규소-함유 M-기 캡핑제의 첨가 후에, 혼합물을 5분 내지 480분, 또는 30분 내지 180분 범위의 기간 동안 가열하여 캡핑 단계를 완료한다.
- [0030] T-프로필 실록산 수지의 캡핑 후에, MT-프로필 실록산 수지는 전형적으로 실록산 수지에 존재하는 규소 1 몰당 0.05 내지 0.40 몰의 실란올 기, 규소 1 몰당 0.10 내지 0.35 몰의 실란올 기, 또는 규소 1 몰당 0.15 내지 0.35 몰의 실란올 기를 포함한다.
- [0031] 대안적인 실시 형태에서, MT-프로필 실록산 수지는 평균 화학식 $(R^2_3SiO_{1/2})_a(R^1SiO_{3/2})_c$ 를 가지며, 여기서, a는 0.20 미만이고, c는 0.80 내지 1 미만의 범위이되, 단, a+c는 1이다. a는 0.05 내지 0.20 미만, 또는 0.05 내지 0.15의 범위이고, c는 0.80 내지 0.95, 또는 0.80 내지 0.90의 범위이되, 단, a+c는 1인 것이 또한 고려된다.
- [0032] 원한다면 평형화 촉매(equilibration catalyst)가 프로필 트라이클로로실란에 첨가될 수 있다. 당업자에 의해 이해되는 바와 같이, 평형화 촉매에는 산, 염기, 또는 대안적인 촉매가 포함될 수 있지만 이로 한정되지 않는다.
- [0033] 폴리오르가노실록산이 본 발명의 방법에 선택적으로 포함될 수 있다. 첨가될 수 있는 폴리오르가노실록산은 D 단위 및 T 단위를 포함한다. 폴리오르가노실록산을 첨가하여, 다양한 D 단위 및 T 단위를 MT 프로필 실록산 수지 내로 도입하여, 생성되는 실록산 수지의 특성을 변경시킬 수 있다. 폴리오르가노실록산이 약간의 측정가능한 양의 D 단위 또는 T 단위를 함유하고, T-프로필 실록산 수지와 M-캡핑제의 반응에 첨가되는 폴리오르가노실록산의 총량이 반응 혼합물 내에 규소 1 몰당 0.50 몰 초과로 D 단위 또는 T 단위를 제공하지 않는다면, 폴리오르가노실록산의 구조 및 화학식은 제한되지 않는다.
- [0034] 폴리오르가노실록산은 D 단위 또는 T 단위를 함유하는, 본 기술 분야에 공지된 유체, 겔, 또는 수지 실리콘 중 임의의 것, 또는 그 조합으로부터 선택될 수 있다. D 단위는 전형적으로 메틸 또는 페닐 치환체 기, 또는 임의의 그 조합을 함유한다. T 단위는 전형적으로 메틸 또는 페닐 치환체 기, 또는 임의의 그 조합을 함유한다. 폴리오르가노실록산은 점도가 25℃에서 10 내지 1000 mm²/s (cS)인 선형 폴리다이오르가노실록산일 수 있다. 전형적으로 폴리다이오르가노실록산 유체는 폴리다이메틸실록산, 또는 대안적으로 폴리메틸페닐실록산이다. 폴리오르가노실록산은 또한 유기실세스퀴옥산일 수 있다. 유기실세스퀴옥산 수지는 전형적으로 메틸실세스퀴옥산 수지 또는 페닐실세스퀴옥산 수지이다.
- [0035] 실록산 수지의 임의의 개별적인 D, T 또는 Q 실록산 단위는 또한 하이드록실 기 및/또는 알콕시 기를 함유할 수 있다. 하이드록실 및/또는 알콕시 기를 함유하는 그러한 실록산 단위는 보통 실록산 수지에서 나타난다.
- [0036] 본 명세서에 기재된 T-프로필 실록산 수지는 배치식(batch), 반연속식, 또는 연속식 공정으로 생성될 수 있다. 소정 실시 형태에서, T-프로필 실록산 수지는 연속식 공정으로 생성된다.
- [0037] T-프로필 실록산 수지와 규소-함유 M-기 캡핑제의 반응 생성물을 포함하는 MT-프로필 실록산 수지가 또한 제공된다. 규소-함유 M-기 캡핑제는 규소 1 몰당 0.50 몰 이상의 1작용성 단위를 포함한다. T-프로필 실록산은 규소 1 몰당 0.60 몰 이상의 $R^1SiO_{3/2}$ 단위를 포함하며, 여기서, R^1 은 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기, 아릴 기, 카르비놀 기, 아미노 기, 또는 설피도 기이다. T-프로필 실록산 수지에서, 규소 1 몰당 0.40 몰 이상의 R^1 기는 프로필 기이다. 이러한 반응 생성물 및 반응물들은 전반적으로 제공

된 개시 내용에 따라 달라질 수 있는 것으로 고려된다.

[0038] 다른 실시 형태에서, 단위 (i) $(R^2_3SiO_{1/2})_a$, 단위 (ii) $(R^3_2SiO_{2/2})_b$, 단위 (iii) $(R^1SiO_{3/2})_c$, 및 단위 (iv) $(SiO_{4/2})_d$ 를 포함하는 MT-프로필 실록산 수지가 제공된다. 바로 아래에 기재된 바와 같이, MT 프로필 실록산 수지에 존재하는 각각의 단위의 양은 전체 $(R^2_3SiO_{1/2})_a$, $(R^3_2SiO_{2/2})_b$, $(R^1SiO_{3/2})_c$, 및 $(SiO_{4/2})_d$ 단위의 총 몰 수에 대한 몰 분율 (a, b, c, 또는 d)로서 표시될 수 있다.

[0039] a (M 단위의 몰 분율)의 값은 전형적으로 0.20 미만이다. 대안적으로, a의 값은 0.05 내지 0.20 미만, 또는 0.05 내지 0.15, 또는 0.10 내지 0.15의 범위일 수 있다. b (D 단위의 몰 분율)의 값은 전형적으로 0 내지 0.30, 또는 0 내지 0.20, 또는 0 내지 0.10의 범위이다. c (T 단위의 몰 분율)의 값은 전형적으로 0.60, 0.70, 0.80, 0.90, 또는 0.95 초과 값이다. 대안적으로, c의 값은 a의 값보다 크고, b의 값보다 크고, d의 값보다 크다. c가 단일 최다 구성요소인 것이 고려된다. d (Q 단위의 몰 분율)의 값은 전형적으로 0 내지 0.50, 0 내지 0.30, 또는 0 내지 0.10의 범위이다. 따라서, 상기 식에 의해 나타난 바와 같이, MT 프로필 실록산 수지는 D 단위 및 Q 단위가 없을 수 있거나, 또는 대안적으로 그 중 하나를 다양한 양으로 함유할 수 있다. 상기 식에서, $a + b + c + d$ 의 값은 1이다.

[0040] MT 프로필 실록산 수지에서 R^1 , R^2 , 및 R^3 은 각각 독립적으로 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 하이드로카르빌 기, 아릴 기, 카르비놀 기, 아미노 기, 및 설피도 기로부터 선택된다. 예시적인 비치환된 하이드로카르빌 기는 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 및 옥틸에 의해 예시된다. 예시적인 아릴 기는 페닐, 나프틸, 벤질, 톨릴, 자일릴, 제닐(xenyl), 메틸페닐, 2-페닐에틸, 2-페닐-2-메틸에틸, 클로로페닐, 브로모페닐 및 플루오로페닐에 의해 예시되는데, 아릴 기는 전형적으로 페닐이다.

[0041] 본 발명의 목적을 위해, 카르비놀 기는 적어도 하나의 탄소-결합된 하이드록실 (COH) 라디칼을 함유하는 임의의 기로서 정의된다. 따라서, 카르비놀 기는 하나를 초과하는 COH 라디칼을 함유할 수 있다. 카르비놀 기는, 아릴 기가 없는 경우, 3개 이상의 탄소 원자를 갖는다. 아릴 함유 카르비놀 기는 6개 이상의 탄소 원자를 가질 수 있다. 3개 이상의 탄소 원자를 갖는, 아릴 기가 없는 카르비놀 기는 화학식 ROH 를 갖는 기에 의해 예시되며, 여기서, R^4 는 3개 이상의 탄소 원자를 갖는 2가 탄화수소 라디칼이거나 또는 3개 이상의 탄소 원자를 갖는 2가 하이드로카본옥시 라디칼이다. 기 R^4 는 알킬렌 라디칼, 예를 들어, $(CH_2)_x$, $CH_2CH(CH_3)$, $CH_2CH(CH_3)CH_2$, $CH_2CH_2CH(CH_2CH_3)CH_2CH_2CH_2$, 및 $OCH(CH_3)(CH_2)_x$ 에 의해 예시되며, 여기서, x는 1 내지 10의 값이다.

[0042] 6개 이상의 탄소 원자를 갖는 아릴-함유 카르비놀 기는 화학식 ROH 를 갖는 기에 의해 예시되며, 여기서, R^5 는 아릴렌 라디칼, 예를 들어, $-(CH_2)_xC_6H_4$, $CH_2CH(CH_3)(CH_2)_xC_6H_4$, $(CH_2)_xC_6H_4(CH_2)_x$ 이고, 여기서, x는 1 내지 10의 값을 갖는다. 아릴 함유 카르비놀 기는 전형적으로 6 내지 14개의 원자를 갖는다.

[0043] 아미노 기는 화학식 R^6NH_2 또는 $R^6NHR^7NH_2$ 를 갖는 기에 의해 예시되며, 여기서, R^6 은 2개 이상의 탄소 원자를 갖는 2가 탄화수소 라디칼이고 R^7 은 2개 이상의 탄소 원자를 갖는 2가 탄화수소 라디칼이다. 기 R^6 은 전형적으로 2 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 알킬렌 라디칼이다. R^6 은 에틸렌, 프로필렌, 부틸렌, 아이소-부틸렌, 펜타메틸렌, 헥사메틸렌, 3-에틸-헥사메틸렌, 옥타메틸렌, 및 데카메틸렌에 의해 예시된다.

[0044] R^7 은 전형적으로 2 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 알킬렌 라디칼이다. R^7 은 에틸렌, 프로필렌, CH_2CHCH_3 , 부틸렌, $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$, 펜타메틸렌, 헥사메틸렌, 3-에틸-헥사메틸렌, 옥타메틸렌, 및 데카메틸렌에 의해 예시된다.

[0045] 전형적인 아미노 기는: $CH_2CH_2CH_2NH_2$, $CH_2(CH_3)CHCH_2(H)NCH_3$, $H_2CH_2NHCH_2CH_2NH_2$, $CH_2CH_2NH_2$, $CH_2CH_2NHC_4H_9$, $CH_2CH_2CH_2CH_2NH_2$, $(CH_2CH_2NH)_3H$, 및 $CH_2CH_2NHCH_2CH_2NHC_4H_9$ 이다.

[0046] MT-프로필 실록산 수지의 분자량은 특별히 제한되지 않으나, 중량평균 분자량 (M_w)이 2,000 내지 100,000, 또는 5,000 내지 60,000, 또는 5,000 내지 30,000의 범위일 수 있다.

- [0047] 이해되는 바와 같이, MT-프로필 실록산 수지는 상기에 기재된 방법에 따라, 또는 당업자에 의해 이해되는 바와 같은 다른 방법에 따라 형성될 수 있다.
- [0048] 상기에 나타낸 바와 같이, 본 개시 내용의 MT-프로필 수지는 다양한 개인 케어 응용에 유용하다. 따라서, 본 개시 내용 전반에 개시된 MT-프로필 실록산 수지를 포함하는 개인 케어 조성물이 고려된다.
- [0049] 본 발명을 예시적인 실시 형태를 참고하여 설명하였지만, 본 발명의 범주를 벗어남이 없이 다양한 변형이 이루어질 수 있으며 등가물이 그의 요소를 대신할 수 있음이 당업자에 의해 이해될 것이다. 또한, 본 발명의 본질적인 범주를 벗어남이 없이 특정 상황 또는 재료를 본 발명의 교시에 맞게 조정하기 위해 많은 변경이 이루어질 수 있다. 본 발명은 본 발명을 실시하기에 최선의 형태로 고려되는 것으로서 개시된 특정 실시 형태로 제한되는 것이 아니라, 본 발명은 첨부된 특허청구범위의 범주에 속하는 모든 실시 형태를 포함하는 것으로 의도된다.