

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号  
特許第4739485号  
(P4739485)

(45) 発行日 平成23年8月3日(2011.8.3)

(24) 登録日 平成23年5月13日(2011.5.13)

(51) Int.Cl. F I

C O 8 L 51/08 (2006.01)

A 6 1 K 8/894 (2006.01)

A 6 1 K 47/30 (2006.01)

C O 8 F 4/80 (2006.01)

C O 8 F 283/12 (2006.01)

C O 8 L 51/08

A 6 1 K 8/894

A 6 1 K 47/30

C O 8 F 4/80

C O 8 F 283/12

請求項の数 9 (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2000-155952 (P2000-155952)	(73) 特許権者	590001418
(22) 出願日	平成12年5月23日 (2000. 5. 23)		ダウ コーニング コーポレーション
(65) 公開番号	特開2001-11281 (P2001-11281A)		DOW CORNING CORPORA TION
(43) 公開日	平成13年1月16日 (2001. 1. 16)		アメリカ合衆国 4 8 6 8 6 - 0 9 9 4
審査請求日	平成19年4月25日 (2007. 4. 25)		ミシガン州 ミッドランド ウェスト サ ルツバーグ ロード 2 2 0 0 ビーオー ボックス 9 9 4
(31) 優先権主張番号	09/317459	(74) 代理人	100077517
(32) 優先日	平成11年5月24日 (1999. 5. 24)		弁理士 石田 敬
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100092624
			弁理士 鶴田 準一
		(74) 代理人	100087871
			弁理士 福本 積
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エラストマーシリコーンポリエーテルを含む組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) 式： $R_3SiO(R'_2SiO)_a(R''HSiO)_bSiR_3$ 、式： $(R'_2SiO)_a(R''HSiO)_b$ 、式： $HR_2SiO(R'_2SiO)_cSiR_2H$ 、又は式： $HR_2SiO(R'_2SiO)_a(R''HSiO)_bSiR_2H$ （式中、 $R$ 、 $R'$  及び  $R''$  は炭素原子数 1 ～ 6 のアルキル基であり、 $a$  は 0 ～ 250 であり、 $a'$  は 0 ～ 7 であり、 $b$  は 1 ～ 250 であり、 $b'$  は 3 ～ 10 であり、 $c$  は 0 ～ 250 である）により表される  $Si-H$  含有ポリシロキサンと、

(B) 式： $CH_2=CH(CH_2)_fO(CH_2CH_2O)_g(CH_2CH_3CHO)_h$   
T 又は式： $CH_2=CH-Q-O(CH_2CH_2O)_g(CH_2CH_3CHO)_hT$ （式中、 $T$  は水素原子、 $C_1 \sim C_{10}$  アルキル基、アリール基又は  $C_1 \sim C_{20}$  アシル基であり、 $Q$  は不飽和を含有する二価連結基であり、 $f$  は 0 ～ 6、 $g$  は 4 ～ 100、 $h$  は 0 又は 1 ～ 100 である）により表されるモノアルケニルポリエーテルと、

(C) 病気の診断、治療、鎮静、処置若しくは予防に薬理学的活性若しくは他の直接的な効果を提供するか又は人間若しくは他の動物の体の構造若しくは機能に影響を及ぼすことのできる活性成分であって、薬剤製品の生産の際に化学変化するか又は特定の活性若しくは効果を提供するように修飾された形態で薬剤製品中に存在する要素を含む活性成分と、

(D) 式： $CH_2=CH(CH_2)_dCH=CH_2$  により表される、 $\text{—ジエン—}$ 、式： $CH_2=C(CH_2)_eC=CH$  により表される、 $\text{—ジイン—}$ 、及び式： $CH_2=CH$

( $\text{CH}_2$ )<sub>e</sub>、 $\text{C}-\text{CH}$ により表される、 $\text{-エン-イン}$ (式中、 $d$ は0~20であり、 $e$ は0~20である)からなる群から選ばれる、 $\text{-不飽和炭化水素と、}$

(E)白金触媒とを、

(F)式： $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\{(\text{CH}_3)_2\text{SiO}\}_k\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ (式中、 $k$ は0~5である)により表される揮発性線状メチルシロキサン又は式： $\{(\text{CH}_3)_2\text{SiO}\}_m$ (式中、 $m$ は3~8である)により表される揮発性環状メチルシロキサンであって、沸点250未満、粘度0.65~5.0 $\text{mm}^2/\text{s}$ の揮発性メチルシロキサンである油、

の存在のもとで組み合わせて反応させることにより架橋3次元ゲル化網目構造を有するエラストマーシリコーンポリエーテルを含む組成物を調製し、得られた架橋3次元ゲル化網目構造を有するエラストマーシリコーンポリエーテルを含む組成物をセルロース系又は合成不織キャリアー基材に適用することを含む、セルロース系又は合成不織キャリアー基材の処理方法。

10

【請求項2】

活性成分が、ビタミン、抗菌剤、日焼け止め剤、収斂剤及びホルモンからなる群から選ばれる成分である請求項1記載の方法。

【請求項3】

活性成分が油溶性活性成分または水溶性活性成分である請求項1または2記載の方法。

【請求項4】

架橋3次元ゲル化網目構造を有するエラストマーシリコーンポリエーテルを含む組成物がエマルジョンまたは多重エマルジョンの形態にある請求項1~3のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項5】

請求項1~4のいずれか一項に記載の方法により処理されたセルロース系又は合成不織キャリアー基材。

【請求項6】

(A)式： $\text{R}_3\text{SiO}(\text{R}'_2\text{SiO})_a(\text{R}''\text{HSiO})_b\text{SiR}_3$ 、式： $(\text{R}'_2\text{SiO})_a(\text{R}''\text{HSiO})_b$ 、式： $\text{HR}_2\text{SiO}(\text{R}'_2\text{SiO})_c\text{SiR}_2\text{H}$ 、又は式： $\text{HR}_2\text{SiO}(\text{R}'_2\text{SiO})_a(\text{R}''\text{HSiO})_b\text{SiR}_2\text{H}$ (式中、 $\text{R}$ 、 $\text{R}'$ 及び $\text{R}''$ は炭素原子数1~6のアルキル基であり、 $a$ は0~250であり、 $a'$ は0~7であり、 $b$ は1~250であり、 $b'$ は3~10であり、 $c$ は0~250である)により表される $\text{Si-H}$ 含有ポリシロキサンと、

30

(B)任意に、モノアルケニルポリエーテル、 $\text{-オレフィン}$ 、又はモノアルケニルポリエーテル及び $\text{-オレフィンと、}$

(C)ビタミン、抗菌剤、日焼け止め剤、収斂剤及びホルモンからなる群から選ばれる活性成分と、

(D)式： $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_d\text{CH}=\text{CH}_2$ により表される、 $\text{-ジエン}$ 、式： $\text{CH}-\text{C}(\text{CH}_2)_e\text{C}-\text{CH}$ により表される、 $\text{-ジイン}$ 、及び式： $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_e\text{C}-\text{CH}$ により表される、 $\text{-エン-イン}$ (式中、 $d$ は0~20であり、 $e$ は0~20である)からなる群から選ばれる、 $\text{-不飽和炭化水素と、}$

40

(E)白金触媒とを、

(F)式： $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\{(\text{CH}_3)_2\text{SiO}\}_k\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ (式中、 $k$ は0~5である)により表される揮発性線状メチルシロキサン又は式： $\{(\text{CH}_3)_2\text{SiO}\}_m$ (式中、 $m$ は3~8である)により表される揮発性環状メチルシロキサンであって、沸点250未満、粘度0.65~5.0 $\text{mm}^2/\text{s}$ の揮発性メチルシロキサンである油、

の存在のもとで組み合わせて反応させることにより架橋3次元ゲル化網目構造を有するエラストマーシリコーンを含む組成物を調製し、得られた架橋3次元ゲル化網目構造を有するエラストマーシリコーンを含む組成物をセルロース系又は合成不織キャリアー基材に適用することを含む、セルロース系又は合成不織キャリアー基材の処理方法。

50

## 【請求項 7】

活性成分が油溶性活性成分または水溶性活性成分である請求項 6 記載の方法。

## 【請求項 8】

架橋 3 次元ゲル化網目構造を有するエラストマーシリコンを含む組成物がエマルジョンまたは多重エマルジョンの形態にある請求項 6 または 7 に記載の方法。

## 【請求項 9】

請求項 6 ~ 8 のいずれか一項に記載の方法により処理されたセルロース系又は合成不織キヤリヤー基材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

10

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、活性成分と油を含むエラストマーシリコン、特にエラストマーシリコンポリエーテルの架橋三次元ゲル化網目構造 (crosslinked three-dimensional gelled network) を提供する。本発明の組成物は、パーソナルケア用途及びヘルスケア用途、身近衛生用途及び家庭用掃除用途で利用できるものである。

## 【0002】

## 【従来の技術】

米国特許第 5, 811, 487 号及び第 5, 889, 108 号は、油と溶剤を含むエラストマーシリコンポリエーテルの調製方法を教示している。しかしながら、いずれの特許にも先に定義したような活性成分の存在下でのエラストマーシリコンポリエーテルの調製方法は記載されていない。

20

## 【0003】

すなわち、いずれの特許にも、反応のゲル化段階、すなわち架橋段階で、ビタミン、抗菌剤、日焼け止め剤、収斂剤又はホルモン等の活性成分を含めることは教示していない。

## 【0004】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、そのようなエラストマーシリコンポリエーテルのシリコンゲルマトリックス中に活性成分を取り込ませることを可能にする。意外にも、<sup>29</sup>Si 核磁気共鳴 (NMR) により求められた構造から、エラストマーシリコンポリエーテルのシリコンゲルマトリックスへの幾つかの活性成分、すなわちビタミン E の実際の化学結合が示された。このことは、ビタミン及び他の種類の活性成分を、化粧品、パーソナルケア製品及び医薬品中に取り込ませる手段及び種々の種類のデリバリーシステムでのそれらの放出を制御する手段を提供するということから、有益であるとともに好都合である。

30

## 【0005】

## 【課題を解決するための手段】

すなわち、本発明は、ビタミン E 等の活性成分の存在下でエラストマーシリコンポリエーテルを調製できることを示すものである。例えば、反応の架橋段階の間にビタミン E を添加した。この反応によって、金色を帯びた透明なゲルであって、15 質量%のエラストマーシリコンポリエーテルを含むものが生じた。ゲルをさらに希釈することによって、最終生成物は透明のまま存在し、金色を帯びていた。ビタミンは安定で、ゲル中に取り込まれた。エラストマーシリコンポリエーテルのこれらのゲルマトリックスに、抗菌剤である 5 - クロロ - 2 - (2, 4 - ジクロロフェノキシ) フェノール、すなわちトリクロサン; 日焼け止め剤である 2 - エチルヘキシルメトキシシンナメート、すなわちオクチルメトキシシンナメート; 収斂剤であるアルミニウムクロロハイドレート及びアルミニウムジルコニウムテトラクロロハイドレックスグリシン錯体; 並びに女性ホルモンであるエストラジオール等の他の活性成分もうまく取り込まれた。

40

## 【0006】

## 【発明の実施の形態】

本発明は、(A) Si - H 含有ポリシロキサンと、(B) モノアルケニルポリエーテルとを、(E) 白金触媒の存在下、ポリエーテル基を有する Si - H 含有ポリシロキサン

50

が形成されるまで反応させ、そしてポリエーテル基を有する  $\text{Si-H}$  含有ポリシロキサンと (D)  $\text{H}_2$ 、 $\text{H}_2$ -ジエン、 $\text{H}_2$ -ジイン又は  $\text{H}_2$ -エン-インのような、 $\text{H}_2$ -不飽和炭化水素とを、(C) 活性成分、(F) 油、及び (E) 白金触媒の存在下、前記  $\text{H}_2$ -不飽和炭化水素中の二重結合又は三重結合を交差して  $\text{Si-H}$  が架橋及び付加することによりシリコーンエラストマーが形成されるまで反応させることにより調製される、活性成分を含むエラストマーシリコーン、特にエラストマーシリコーンポリエーテルである組成物を提供する。活性成分及び油を含むエラストマーシリコーンポリエーテルの架橋三次元ゲル化網目構造が形成されるまで反応を続けさせる。この組成物は油溶性及び水溶性活性成分を使用して調製できる。

【0007】

10

「活性成分」なる語句及び「油」なる用語は、本発明の文脈中で使用する場合には同義語ではない。従って、「活性成分」は「油」ではなく、「油」は「活性成分」ではない。

【0008】

本発明は、前記組成物を含むエマルジョン及び多重エマルジョンをさらに教示する。多重エマルジョンは、第2液体のより大きな液滴中に分散されたある液体の液滴を含み、そして第2液体のより大きな液滴は最終的な連続相に分散されている。概して、内部液滴相は最終的な連続相と混和性であるか又は最終的な連続相と同一である。例えば、水中油中水型多重エマルジョン (water-in-oil-in-water multiple emulsion) W/O/Wにおいて、内部相及び外部相は水性である。

【0009】

20

最終的な連続相が水性である W/O/W 系では、一次エマルジョンは油中水型エマルジョン (water-in-oil emulsion) W/O であり、この一次エマルジョンを最終的な水相に乳化させる。

【0010】

理解しやすいように、また W/O/W 系に対して使用されている命名法に関する認められている基準に従うと、一次エマルジョンの水相は  $W_1$  と表され、一次エマルジョンは  $W_1/O$  と表される。一次エマルジョン  $W_1/O$  は、O と表される油相を含む。一次エマルジョン  $W_1/O$  を  $W_2$  と表される第2の水相にさらに分散させた後、完成した多重エマルジョン系は  $W_1/O/W_2$  と表される。

【0011】

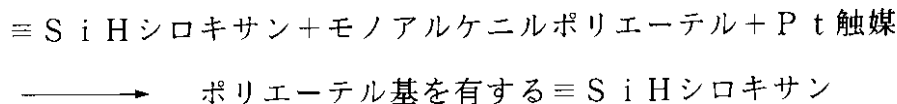
30

本発明に従うと、以下に示す幾つかの加工工程のうちの1つ以上でおおまかに示されるように、活性成分を含むエラストマーシリコーン、特にエラストマーシリコーンポリエーテルを調製及び使用できる：

工程1：ポリエーテルの導入

【0012】

【化1】



40

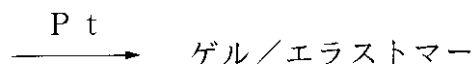
【0013】

工程2：ゲル化

【0014】

【化2】

ポリエーテル基を有する  $\text{SiH}$  シロキサン + 活性成分 + 油 +  
 $\text{SiH}$  シロキサン (任意) +  $\alpha, \omega$  - 不飽和炭化水素



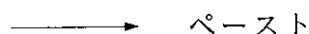
【0015】

工程3：剪断及び膨潤 - 任意

【0016】

【化3】

ゲル/エラストマー + 追加の油 + 追加の活性成分 + クエンチング剤



【0017】

工程4：一次エマルジョンの乳化/調製 - 任意

【0018】

【化4】

シリコーンゲル/エラストマー/ペースト +  $\text{H}_2\text{O}$  +

他の活性成分 + 剪断  $\longrightarrow$  一次エマルジョン  $W_1/O$

【0019】

工程5：多重エマルジョン  $W_1/O/W_2$  の調製 - 任意

【0020】

【化5】

$W_1/O + \text{H}_2\text{O} + \text{剪断} \longrightarrow W_1/O/W_2$  多重エマルジョン

【0021】

工程1において、 $\text{SiH}$  シロキサン中の  $\text{SiH}$  に対するモノアルケニルポリエーテルのモル比は0.9 : 1 ~ 1 : 100の間であるべきである。

ポリエーテル基を有する  $\text{SiH}$  シロキサンと、 $\alpha, \omega$  - 不飽和炭化水素の合計質量に対する活性成分の質量比は1 : 98 ~ 2 : 1であることができるが、好ましくは1 : 15 ~ 1 : 5の間である。ポリエーテル基を有する  $\text{SiH}$  シロキサンと、 $\alpha, \omega$  - 不飽和炭化水素の合計質量に対する「油」の質量比は1 : 1 ~ 98 : 1であることができるが、好ましくは5 : 1 ~ 15 : 1である。ポリエーテル基を有する  $\text{SiH}$  含有シロキサン中の  $\text{SiH}$  と、 $\alpha, \omega$  - 不飽和炭化水素の比は2 : 1 ~ 1 : 2であることができるが、好ましくは1 : 1である。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 2 2 】

任意工程 3 において、シリコンペーストは 6 0 ~ 9 8 質量%の活性成分及び / 又は油を含んでよい。工程 4 及び 5 において、シリコンペーストに対する水の質量比は 9 5 : 5 ~ 5 : 9 5 である。

## 【 0 0 2 3 】

所望であれば、シリコンエラストマー中で起こる残りの架橋型ヒドロシリル化反応によりもたらされる後硬化を、ビニルシロキサン又はビニルシラン等の  $\text{SiH}$  クエンチング剤 (  $\text{SiH}$  quenching agent ) を導入することにより終わらすことができる。ビニルシロキサン及び / 又はビニルシランを使用して後硬化を完全に終わらすことができるが、 $\text{SiH}$  と反応させるには、ビニルシロキサンがその他の種類のアルケニルシロキサンよりも好ましい。本発明に係る組成物を調製する方法において、ビニルシロキサンを剪断及び膨潤工程 3 において導入できる。これが行われる場合には、残留官能基の進行中のいかなる反応も、入ってくるビニルシロキサンと残留  $\text{SiH}$  の間の反応にシフトし、架橋反応が終わるという結果がもたらされる。

## 【 0 0 2 4 】

クエンチング剤として使用できる幾つかの有機ケイ素化合物及びポリマーの代表的なものは、シラン、例えばビニル -  $t$  - ブチルジメチルシラン、ビニルジエチルメチルシラン、ビニルエチルジメチルシラン、ビニルトリエチルシラン、ビニルトリメチルシラン、ジビニルジメチルシラン及びジビニルテトラメチルジシラン ; 並びにシロキサン、例えばビニルペンタメチルジシロキサン、1, 3 - ジビニルテトラメチルジシロキサン、 $(\text{CH}_3)_3\text{SiOSi}(\text{CH}=\text{CH}_2)(\text{CH}_3)\text{OSi}(\text{CH}_3)_3$  のようなビニルトリシロキサン、1, 5 - ジビニルヘキサメチルトリシロキサン及び平均構造式 :  $(\text{CH}_2=\text{CH})\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_8\text{SiMe}_2(\text{CH}=\text{CH}_2)$  ( 式中、 $\text{Me}$  はメチル基を表す ) により表されるジビニルシロキサンオリゴマーである。

## 【 0 0 2 5 】

強白金錯体形成性配位子、末端アルキン ( terminal alkynes ) 、及びアミノ酸エステル等の他の型のクエンチング剤を使用することもできる。代表的な配位子としては、トリアルキルホスフィン及びトリアリールホスフィン、例えばトリフェニルホスフィン  $\text{PPh}_3$  ; アミン、ジアミン及びトリアミン、例えば  $n$  - ブチルアミン  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$  、トリエタノールアミン  $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}$  及びテトラメチルエチレンジアミン  $(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$  ; 有機スルフィド、例えばエチルフェニルスルフィド  $\text{C}_6\text{H}_5\text{SC}_2\text{H}_5$  が挙げられる。

## 【 0 0 2 6 】

使用できる適切な末端アルキンの幾つかの例は、アセチレン、プロピン、1 - ブチン、1 - ペンチン、4, 4 - ジメチル - 1 - ペンチン、1 - ヘキシン、5 - メチル - 1 - ヘキシン及び 1 - デシンである。

## 【 0 0 2 7 】

さらに、クエンチング剤はアミノ酸エステル、好ましくは硫黄含有アミノ酸エステル、例えばメチオニンメチルエステル、メチオニンエチルエステル、システインメチルエステル、システインエチルエステル及びシスチンジメチルエステルであることができる。

## 【 0 0 2 8 】

後硬化を終了させることにクエンチング剤を使用する態様は、米国特許第 5, 9 2 9, 1 6 4 号及び第 5, 9 7 7, 2 8 0 号の主題である。

工程 1 における  $\text{SiH}$  シロキサンは、式 :  $\text{R}_3\text{SiO}(\text{R}'_2\text{SiO})_a(\text{R}''\text{HSiO})_b\text{SiR}_3$  により表される化合物、式 :  $\text{HR}_2\text{SiO}(\text{R}'_2\text{SiO})_c\text{SiR}_2\text{H}$  により表される化合物、又は式 :  $\text{HR}_2\text{SiO}(\text{R}'_2\text{SiO})_a(\text{R}''\text{HSiO})_b\text{SiR}_2\text{H}$  により表される化合物により代表される。これらの型の化合物の混合物を使用してもよい。これらの 3 つの式において、 $\text{R}$ 、 $\text{R}'$  及び  $\text{R}''$  は炭素原子数 1 ~ 6 のアルキル基であり、 $a$  は 0 ~ 2 5 0 であり、 $b$  は 1 ~ 2 5 0 であり、 $c$  は 0 ~ 2 5 0 である。

## 【 0 0 2 9 】

10

20

30

40

50



程 2 において「油」として表されているものを構成する。

【 0 0 3 6 】

揮発性線状メチルシロキサンは式： $(CH_3)_3SiO\{(CH_3)_2SiO\}_kSi(CH_3)_3$  により表される。k の値は 0 ~ 5 である。揮発性環状メチルシロキサンは式： $\{(CH_3)_2SiO\}_m$  により表される、m の値は 3 ~ 9 である。好ましくは、これらの揮発性メチルシロキサンは約 250 未満の沸点及び 0.65 ~ 5.0 mm<sup>2</sup> / s の粘度を有する。

【 0 0 3 7 】

代表的な揮発性線状メチルシロキサンは、沸点 100 及び粘度 0.65 mm<sup>2</sup> / s の式： $Me_3SiOSiMe_3$  により表されるヘキサメチルジシロキサン (MM) ; 沸点 152 及び粘度 1.04 mm<sup>2</sup> / s の式： $Me_3SiOMe_2SiOSiMe_3$  により表されるオクタメチルトリシロキサン (MDM) ; 沸点 194 及び粘度 1.53 mm<sup>2</sup> / s の式： $Me_3SiO(Me_2SiO)_2SiMe_3$  により表されるデカメチルテトラシロキサン (MD<sub>2</sub>M) ; 沸点 229 及び粘度 2.06 mm<sup>2</sup> / s の式： $Me_3SiO(Me_2SiO)_3SiMe_3$  により表されるドデカメチルペンタシロキサン (MD<sub>3</sub>M) ; 沸点 245 及び粘度 2.63 mm<sup>2</sup> / s の式： $Me_3SiO(Me_2SiO)_4SiMe_3$  により表されるテトラデカメチルヘキサシロキサン (MD<sub>4</sub>M) ; 並びに沸点 270 及び粘度 3.24 mm<sup>2</sup> / s の式： $Me_3SiO(Me_2SiO)_5SiMe_3$  により表されるヘキサデカメチルヘプタシロキサン (MD<sub>5</sub>M) である。

【 0 0 3 8 】

代表的な揮発性環状メチルシロキサンは、沸点 134 の固体である式： $\{(Me_2)SiO\}_3$  により表されるヘキサメチルシクロトリシロキサン (D<sub>3</sub>) ; 沸点 176 及び粘度 2.3 mm<sup>2</sup> / s の式： $\{(Me_2)SiO\}_4$  により表されるオクタメチルシクロテトラシロキサン (D<sub>4</sub>) ; 沸点 210 及び粘度 3.87 mm<sup>2</sup> / s の式： $\{(Me_2)SiO\}_5$  により表されるデカメチルシクロペンタシロキサン (D<sub>5</sub>) ; 並びに沸点 245 及び粘度 6.62 mm<sup>2</sup> / s の式： $\{(Me_2)SiO\}_6$  により表されるドデカメチルシクロヘキサシロキサン (D<sub>6</sub>) である。

これらの式中、M 及び D はそれぞれ 1 官能性「M」単位  $(CH_3)_3SiO_{1/2}$  及び 2 官能性「D」単位  $(CH_3)_2SiO_{2/2}$  を表す。

【 0 0 3 9 】

本発明は、式： $R^a_3SiO(R^a_2SiO)_nSiR^a_3$  及び  $(R^a_2SiO)_p$  によりそれぞれ表される不揮発性の低分子量の線状及び環状のアルキルシロキサン及びアリールシロキサンの使用も包含する。R<sup>a</sup> は炭素原子数 1 ~ 20 のアルキル基又はフェニル等のアリール基であることができる。n の値は 0 ~ 80、好ましくは 5 ~ 20 である。p の値は 3 ~ 9、好ましくは 4 ~ 6 である。これらのポリシロキサンは概して 5 ~ 100 mm<sup>2</sup> / s の範囲内の粘度を有する。

【 0 0 4 0 】

n がシロキサンポリマーの粘度が 100 ~ 1,000 mm<sup>2</sup> / 秒の範囲内になるのに十分な値であるポリシロキサンを使用することもできる。典型的には、n は 80 ~ 375 であることができる。ポリシロキサンの具体例はポリジメチルシロキサン、ポリジエチルシロキサン、ポリメチルエチルシロキサン、ポリメチルフェニルシロキサン及びポリジフェニルシロキサンである。

【 0 0 4 1 】

低分子量官能性ポリシロキサンを使用することもできる。この低分子量官能性ポリシロキサンは式： $R^b_3SiO(R^bYSiO)_nSiR^b_3$  (式中、R<sup>b</sup> は炭素原子数 1 ~ 20 のアルキル基又はフェニル等のアリール基であることができ、Y は官能基であり、n は 0 ~ 80 である) により表される。Y により表される官能基を含むそのような官能性ポリシロキサンの例は、アクリルアミド官能性シロキサン流体、アクリレート官能性シロキサン流体、アミド官能性シロキサン流体、アミノ官能性シロキサン流体、カルビノール官能性シロキサン流体、カルボキシ官能性シロキサン流体、クロロアルキル官能性シロキサン

10

20

30

40

50



流体、エポキシ官能性シロキサン流体、グリコール官能性シロキサン流体、ケタール官能性シロキサン流体、メルカプト官能性シロキサン流体、メチルエステル官能性シロキサン流体、ペルフルオロ官能性シロキサン流体、ポリイソブチレン（PIB）官能性シロキサン流体、シラノール官能性シロキサン及びビニル官能性シロキサン流体である。

【0042】

本発明は、低分子量シロキサンのみを使用することに限定されない。他の種類のオイルを前記方法の工程2で使用できる。すなわち、油又は油の混合物を使用してよい。

従って、ここで「油」なる用語は、(i)有機化合物、(ii)先に列挙したようなケイ素原子を含有する化合物、(iii)有機化合物の混合物、(iv)ケイ素原子を含有する化合物の混合物、又は(v)有機化合物とケイ素原子を含有する化合物との混合物であって、他の材料を溶解させるため、懸濁させるため、又は他の材料の物理的特性を変えるために、工業的規模で使用されているものを包含する。

10

【0043】

概して、油として使用される有機化合物は、芳香族炭化水素、脂肪族炭化水素、アルコール、アルデヒド、ケトン、アミン、エステル、エーテル、グリコール、グリコールエーテル、ハロゲン化アルキル又はハロゲン化芳香族化合物である。代表的な化合物は、メタノール、エタノール、1-プロパノール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール、2-オクタノール、エチレングリコール、プロピレングリコール及びグリセロール等のアルコール；ペンタン、シクロヘキサン、ヘプタン、ワニス製造用及び塗料製造用（VM&P）溶剤並びにミネラルスピリット等の脂肪族炭化水素；クロロホルム、四塩化炭素、ペルクロロエチレン、塩化エチル及びクロロベンゼン等のハロゲン化アルキル；ベンゼン、トルエン、エチルベンゼン及びキシレン等の芳香族炭化水素；エチルアセテート、イソプロピルアセテート、エチルアセトアセテート、アミルアセテート、イソブチルイソブチレート、ベンジルアセテート及びイソプロピルパルミテート等のエステル；エチルエーテル、n-ブチルエーテル、テトラヒドロフラン及び1,4-ジオキサン等のエーテル；エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノブチルエーテル及びプロピレングリコールモノフェニルエーテル等のグリコールエーテル；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、ジアセトンアルコール、メチルアミルケトン及びジイソブチルケトン等のケトン；石油ゼリー、鉱油、ガソリン、ナフサ、ケロシン、軽油、重油及び原油等の石油炭化水素；スピンドル油及びタービン油等の潤滑油；並びにトウモロコシ油、大豆油、オリーブ油、ナタネ油、綿実油、イワシ油、ニシン油及び鯨油等の脂肪油である。

20

30

【0044】

アセトニトリル、ニトロメタン、ジメチルホルムアミド、プロピレンオキシド、トリオクチルホスフェート、ブチロラクトン、フルフラール、パイン油、ターペンタイン及びm-クレゾール等の他の種々の有機油を使用することができる。

【0045】

さらに、「油」なる用語には、冬緑油；ペパーミント油；スベアミント油；メントール；バニラ；シナモン油；丁子油；ベイ油（bay oil）；アニス油；ユーカリ油；タイム油（thyme oil）；セダーリーフ油（cedar leaf oil）；ナツメグ油；セージ油；カシヤ油；ココア；甘草；高フルクトースコーンシロップ；レモン、オレンジ、ライム及びグレープフルーツ等の柑橘属植物の油；リンゴ、ナシ、モモ、ブドウ、イチゴ、キイチゴ、サクランボ、プラム、パイナップル及びアプリコットの果物精油等の揮発性風味料；並びにシンナミルアセテート、シンナムアルデヒド、オイゲニルホルメート、p-メチルアニソール、アセトアルデヒド、ベンズアルデヒド、アニスアルデヒド、シトラール、ネラール、デカナール、バニリン、トリルアルデヒド、2,6-ジメチルオクタナール及び2-エチルブチルアルデヒド等のアルデヒド及びエステルを包含する他の有用な風味料も包含される。

40

【0046】

さらに、「油」なる用語には、天然物及び芳香油等の揮発性芳香剤が包含される。幾つか

50

の代表的な天然物及び芳香油は、アンバーグリース、ベンゾイン、シベット、クローブ、リーフ油 (leaf oil)、ジャスミン、マテ (mate)、ミモサ (mimosa)、ジャコウ、ミルラ樹脂 (myrrh)、オリス (orris)、ビャクダン油及びベチベル油；アミルサリチレート、アミルシンナムアルデヒド、ベンジルアセテート、シトロネロール、クマリン、ゲラニオール、イソボルニルアセテート、アンブレット及びテルピニルアセテート等の芳香性化学物質；並びに花束系、東洋系、ビャクダン系、木質系、柑橘系、カヌー系、皮革系、スパイス系及び草本系等の種々の古典的な系統の芳香油である。

#### 【 0 0 4 7 】

前述のように、本発明の文脈において、「油」なる用語を「活性成分」なる用語と同義であると見なさず、また、「活性成分」なる用語を「油」なる用語と同義であると見なさな

10

#### 【 0 0 4 8 】

本明細書において、「活性成分 (active ingredient)」及び「活性薬剤成分 (active drug ingredient)」なる用語は、米国保健社会福祉省食品医薬品局 (the United States Department of Health & Human Services Food and Drug Administration) により使用及び規定されている意味であって、アメリカ合衆国法典第 21 篇、第 I 章、第 200 ~ 299 項及び第 300 ~ 499 項に含まれている意味を概して有するものとする。

#### 【 0 0 4 9 】

すなわち、活性成分は、病気の診断、治療、鎮静、処置若しくは予防に薬理学的活性若しくは他の直接的な効果を提供させるか又は人間若しくは他の動物の体の構造若しくは任意の機能に影響を及ぼさせることを意図した任意の要素 (component) を含むことができる。この語句は、薬剤製品の生産の際に化学変化する場合があり、特定の活性若しくは効果を提供するように修飾された形態で薬剤製品中に存在する場合がある要素を包含しうる。上記アメリカ合衆国法典に記載されているように、活性成分としては、着色剤、乳化剤、賦形剤、香味剤、滑剤、保存剤又は溶剤のような成分は除かれる。

20

#### 【 0 0 5 0 】

薬剤を包含する活性成分の幾つかの代表例は、ビタミン - ミネラル；ホルモン；抗生物質作用のある活性成分；水虫、いんきんたむし又は白癬の治療用の抗真菌作用のある活性成分等の局所抗菌剤；ざそう活性成分；収斂剤活性成分；脱臭剤活性成分；いぼ除去剤活性成分；うおのめ及びたこ除去活性成分；アタマジラミ、ケジラミ (pubic [crab] lice) 及びキモノジラミの治療用の殺シラミ活性成分；ふけ症、脂漏皮膚炎又は乾癬の蔓延防止用の活性成分；並びに日焼け止め剤及び処置剤である。

30

#### 【 0 0 5 1 】

本発明に係る方法での使用に有用な活性成分としては、脂溶性又は油溶性ビタミン及び水溶性ビタミンの両方が挙げられる。本発明において有用な油溶性ビタミンとしては、限定するわけではないが、ビタミン A<sub>1</sub>、レチノール、レチノールの C<sub>2</sub> - C<sub>18</sub> エステル、ビタミン E、トコフェロール、ビタミン E のエステル、及びこれらの混合物が挙げられる。レチノールには、trans - レチノール、13 - cis - レチノール、11 - cis - レチノール、9 - cis - レチノール及び 3, 4 - ジデヒドロレチノールが包含される。工程 3 及び 4 において、油溶性ビタミンを 0.01 ~ 約 50 質量% の量で組成物に使用できる。

40

#### 【 0 0 5 2 】

レチノールは、ワシントン D C に所在の The Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association (C T F A) により規定されたビタミン A に対する国際命名法化粧品成分名 [International Nomenclature Cosmetic Ingredient Name (I N C I)] である。他の適切なビタミン及びここで考慮するものに含まれるビタミンに関する I N C I 名は、レチニルアセテート、レチニルパルミテート、レチニルプロピオネート、 - トコフェロール、トコフェルソラン、トコフェリルアセテート、トコフェリルリノリエート、トコフェリルニコチネート及びトコフェリルスクシネートである。

#### 【 0 0 5 3 】

本発明において有用な水溶性ビタミンとしては、限定するわけではないが、ビタミン C、

50

ビタミンB<sub>1</sub>、ビタミンB<sub>2</sub>、ビタミンB<sub>6</sub>、ビタミンB<sub>12</sub>、ナイアシン、葉酸、ピオチン及びパントテン酸が挙げられる。他の適切な水溶性ビタミン及びここで考慮するものに含まれるビタミン類に関するINCI名は、アスコルビルジパルミテート、アスコルビルメチルシラノールペクチネート、アスコルビルパルミテート及びアスコルビルステアレートである。油溶性ビタミンのように、工程3及び4において、水溶性ビタミンを0.01～50質量%の量で組成物に使用できる。

#### 【0054】

本発明での使用に適する商業的に入手可能な製品の幾つかの例は、ビタミンAアセテート及びビタミンC〔両方ともFluka Chemie AG（スイス国ブックス（Buchs）所在）の製品〕；COVI-OX T-50〔Henkel Corporation（イリノイ州ラグランジ（La Grange）所在）のビタミンE製品〕；COVI-OX T-70〔Henkel Corporation（イリノイ州ラグランジ所在）のもう1つ別のビタミンE製品〕；ビタミンEアセテート〔Roche Vitamins & Fine Chemicals（ニュージャージー州ナトレイ（Nutley）所在）の製品〕である。

10

#### 【0055】

本発明に係る方法において使用される活性成分は、水溶性又は油溶性の活性薬剤成分であることができる。使用できる幾つかの適切な水溶性の活性薬剤成分の代表例は、ヒドロコルチゾン、ケトプロフェン、チモロール、ピロカルピン、アドリアマイシン、ミトマイシンC、モルヒネ、ヒドロモルホン、ジルチアゼム、セオフィリン、ドキシソルピシン、ダウノルピシン、ヘパリン、ペニシリンG、カルペニシリン、セファロチン、セフォキシチン、セフォタキシム、5-フルオロウラシル、シタラビン、6-アザウリジン、6-チオグアニン、ピンブラスチン、ピンクリスチン、プレオマイシンスルフェート、アウロチオグルコース、スラミン及びメベンダゾールである。

20

#### 【0056】

使用できる幾つかの適切な油溶性の活性薬剤成分の代表例は、クロニジン、スコポラミン、プロプラノロール、フェニルプロパノールアミン塩酸塩、ウアバイン、アトロピン、ハロペリドール、イソソルビド、ニトログリセリン、イブプロフェン、ユビキノン、インドメタシン、プロスタグランジン、ナプロキセン、サルブタモール、グアナベンズ、ラベタロール、フェニラミン、メトリホネート及びステロイドである。

#### 【0057】

本発明の目的に対して活性薬剤成分として含まれるであろうものには、過酸化ベンゾイル及びトレチノイン等のざそう止め剤；クロロヘキサジエングルコネート等の抗菌剤；硝酸ミコナゾール等の抗真菌剤；抗炎症剤；コルチコステロイド剤；ジクロフェナク等の非ステロイド系抗炎症剤；クロベタゾールプロピオナート等の抗乾癬剤；リドカイン等の麻酔剤；かゆみ止め剤；抗皮膚炎剤；並びにバリアーフィルムと概して見なされる剤である。

30

#### 【0058】

前記方法は、SiH含有シロキサン、モノアルケニルポリエーテル、活性成分、油、  
、 - 不飽和炭化水素及び白金触媒を組み合わせ、ゲル、エラストマー、ペースト又はエマルジョンが形成されるまでそれらの成分を高温で混合することにより段階的に行われる。

#### 【0059】

所望であれば、ワンポットで全ての反応物（すなわち、SiH含有シロキサン、モノアルケニルポリエーテル、活性成分、油、  
、 - 不飽和炭化水素及び白金触媒）を組み合わせ反応させることができる。ワンポット法は米国特許第5,889,108号に概説されている。

40

#### 【0060】

さらなる活性成分を含むように工程3及び4においてゲル、エラストマー、ペースト又はエマルジョンをさらに変性させることも、追加の油でゲル、エラストマー、ペースト又はエマルジョンを希釈して最終組成物を形成させることもできる。

#### 【0061】

すなわち、追加量の油をゲルに添加することができ（すなわち、任意工程3）、得られた

50

混合物に剪断力を加えてペーストを形成することができる。工程4において、一次エマルジョン $W_1/O$ を形成させるために、ペーストに水を添加している間又は添加した後に再び剪断力を使用できる。工程5において剪断力の適用を続けることができ、それにより工程4で調製された一次エマルジョン $W_1/O$ を $W_1/O/W_2$ 多重エマルジョンにすることができる。

#### 【0062】

これらの工程を実施するために、回分混合機、遊星形混合機、一軸又は多軸スクリュウ押出機、動的又は静的混合機、コロイドミル、ホモジナイザー、ソノレーター又はこれらの組み合わせのような任意の型の混合及び剪断設備を使用してよい。

#### 【0063】

前記方法の工程3は上述のように任意の工程である。しかしながら、工程3を実施して追加の油を含めようとする場合には、その追加の油は、活性成分が可溶なものであるべきである。このことは、活性成分がビタミンである場合に特に重要である。幾つかの適切な油としては、シリコン油及び炭化水素系油が挙げられる。さらに、油は、意図する最終用途に必要な融点及び溶解性に関わる条件を満たすべきである。

#### 【0064】

典型的には、この方法は、ポリエーテル基を有する $Si-H$ 含有シロキサン中の $Si-H$ と、 $\quad$ 、 $\quad$ -不飽和炭化水素との当量比がおよそ1:1であるように実施される。ポリエーテル基を有する $Si-H$ 含有シロキサン又は $\quad$ 、 $\quad$ -不飽和炭化水素を過剰に使用して前記方法を実施することによっても有用な材料を調製できることが予測されるが、原料を有効に利用するものでないと思なされるであろう。組成物の残りは、組成物の概して60~98質量%の範囲内の量で活性成分及び油から構成される。

#### 【0065】

工程3は、(i)活性成分を溶解させるため、特にビタミンの場合にはビタミンを追加の油に混合しながら室温で添加することによりビタミンを溶解させるために追加の油を使用すること、及び(ii)混合しながら室温で、ビタミンを含有する追加の油をエラストマーシリコンポリエーテルに徐々に添加することを必要とする場合がある。

#### 【0066】

工程4及び5において、特に、脂溶性活性成分と水溶性活性成分をエマルジョンの内部相に併存させることのできる多重エマルジョン $W_1/O/W_2$ は、(i)まず、内部エマルジョン、すなわち一次エマルジョン $W_1/O$ を調製し、(ii)次に、最低限度の量の混合エネルギーを使用して内部又は一次エマルジョン $W_1/O$ を外部水相 $W_2$ に添加することにより調製される。

#### 【0067】

一次エマルジョン $W_1/O$ を形成する際に、0.1~99質量%の水相 $W_1$ を使用することが好ましい。この量は水相 $W_1$ 中に保持されうるビタミン等の任意の水溶性活性成分の質量を含む。一次エマルジョン $W_1/O$ の油相 $O$ は、1~99.9質量%の量で使用される。この量は油相 $O$ 中に含まれるエラストマーシリコンポリエーテル、任意の他の油、油溶性ビタミン又は脂溶性活性成分の質量を含む。

#### 【0068】

次に、0.1~70質量%の一次エマルジョン $W_1/O$ と30~99.9質量%の最終的な連続相 $W_2$ とをたんに混合することにより多重エマルジョン $W_1/O/W_2$ を調製できる。連続相 $W_2$ の量はその最終的な連続相中に含まれる任意の他の水溶性活性成分の質量を含む。

#### 【0069】

#### 【実施例】

本発明をより詳しく説明するために以下に実施例を示す。

#### 実施例1 - エラストマーシリコンポリエーテルの調製方法

この実施例において、ESCO EL-1 プロセッサー混合機を使用した。このプロセッサー混合機は、加熱及び冷却能を有する1リットルジャケット付きガラス容器と、速度調節設定値

10

20

30

40

50

が20～300rpm(2～31rad/s)であるアンカースウィープブレードと、Cowles型ブレードを有する高速ホモジナイザーと、750～15,000rpm(78～1,570rad/s)の運転のための速度調節装置と、温度計と、生成物送入口と、真空接合具と、加熱及び冷却能を有する循環浴を備えていた。この実施例1に係るエラストマーシリコンポリエーテルの調製に使用した原料1(a)、1(b)及び2～7を以下に示す。この実施例で調製された得られたエラストマーシリコンポリエーテルを以下の実施例2～10で使用した。

#### 実施例1で使用した原料

1(a)．実施例2～8に係るエラストマーシリコンポリエーテルの調製に使用したSiHシロキサンは、式： $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{93}(\text{MeHSiO})_6\text{SiMe}_3$  (式中、Meはメチルを表す)に概して対応するコポリマーであった。このコポリマーの重合度(DP)は101であった。しかしながら、このコポリマー中には、反応又は架橋に利用できる6個の反応性部位が存在する。反応性部位のほんの一部だけがモノアルケニルポリエーテルとの反応に消費された。表1の「SiH：PE比」と題された第4欄に示されているように、初期反応後及び活性成分にさらされた後、残りの反応性部位が、  
- 不飽和炭化水素による架橋で消費された。これらの比は、最終組成物中に含まれる $\text{EO}_4$ のモル数又は $\text{EO}_7$ のモル数に対するSi-H含有ポリシロキサン中のSiH単位の比である。実施例2～8の場合において、この比は一定であり、12：1に等しかった。換言すれば、どの場合においてもエラストマーシリコンポリエーテルの架橋数： $\text{EO}_4$ 又は $\text{EO}_7$ 比は12：1であった。

#### 【0070】

1(b)．実施例9及び10に係るエラストマーシリコンポリエーテルの調製に使用したSiHシロキサンは、式： $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{77}(\text{MeHSiO})_{20}\text{SiMe}_3$  (式中、Meはメチルを表す)に対応するコポリマーであった。このコポリマーの分子量は7,067であり、重合度(DP)は99であった。このコポリマー中には、反応又は架橋に利用できる20個の反応性部位が存在する。しかしながら、反応性部位のほんの一部だけがモノアルケニルポリエーテルとの反応に消費された。表1の「SiH：PE比」と題された第4欄に示されているように、初期反応後及び活性成分にさらされた後、残りの反応性部位が、  
- 不飽和炭化水素による架橋で消費された。これらの比は、最終組成物中に含まれる $\text{EO}_7$ のモル数又は $\text{EO}_{12}$ のモル数に対するSi-H含有ポリシロキサン中のSiH単位の比である。実施例9及び10の場合において、この比は一定であり、それぞれ20：1及び10：1に等しかった。換言すれば、どの場合においてもエラストマーシリコンポリエーテルの架橋数： $\text{EO}_7$ 又は $\text{EO}_{12}$ 比は20：1又は10：1であった。

#### 【0071】

- 2．  
- 不飽和炭化水素は1,5-ヘキサジエンであった。
- 3．モノアルケニルポリエーテルはそれぞれ鎖長が4,7及び12である一般式： $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_n\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m\text{H}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_7\text{H}$ 及び $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_n\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{12}\text{H}$ に対応する組成であった。
- 4．油は環状シロキサン種であるデカメチルシクロペンタシロキサンから成っていた。
- 5．触媒は、溶剤中に保持された約1質量%の白金を含む白金ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体、すなわちカルステット触媒であった。
- 6．後硬化クエンチング剤は式： $(\text{CH}_3)_2\text{H}_2\text{C}=\text{CHSiOSiCH}=\text{CH}_2(\text{CH}_3)_2$ により表されるジメチルビニルシロキシ末端ジシロキサンであった。
- 7．活性成分は、ビタミンE；抗菌剤である5-クロロ-2-(2,4-ジクロロフェノキシ)フェノール、すなわち下記式に示されるトリクロサン；日焼け止め剤である2-エチルヘキシルメトキシシンナメート、すなわちオクチルメトキシシンナメート；2種の収斂剤、すなわち(i)アルミニウムクロロハイドレート及び(ii)アルミニウムジルコニウムテトラクロロハイドレックスグリシン錯体、すなわちアルミニウムジルコニウムテ

10

20

30

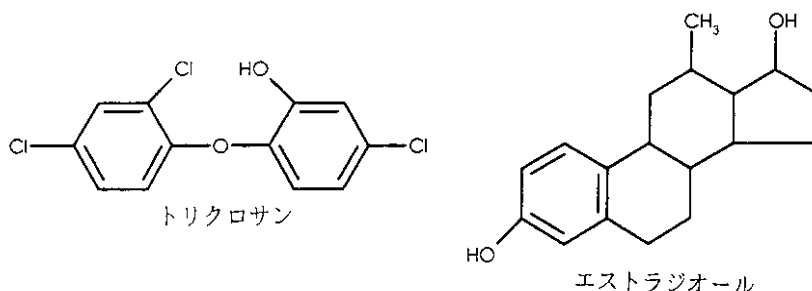
40

50

トラクロロハイドレックス G L Y 又は A Z G ; 並びに下記式に示されるエストラジオール (女性ホルモン) であった。

【 0 0 7 2 】

【 化 6 】



10

【 0 0 7 3 】

S i Hシロキサン、モノアルケニルポリエーテル及びこの例で使用した D<sub>5</sub> の全量の 8 4 ~ 9 5 質量 % を ESCO EL-1 プロセッサ混合機に加えることによりエラストマーシリコーンポリエーテルを調製した。材料を混合機の容器に入れた後、混合機を閉じた。循環浴を 7 0 の設定値に設定することにより混合機の加熱を開始した。混合機のスウィープブレードの速度をその最大能力の 1 5 ~ 3 0 % まで増加させるとともに混合機の高モジナイザーの速度をその最大能力の 5 % まで増加させた。混合機のポートホールに差し込まれたシリンジを通じて混合機に白金触媒を添加し、タイマーを始動させた。混合を 3 0 分間続けた。次に、活性成分を添加し、容器内容物の混合をさらに最低 1 5 分間続けた。化学天秤を使用して、 - 不飽和炭化水素、すなわち 1 , 5 - ヘキサジエンを 1 0 ~ 2 0 g のデカメチルシクロペンタシロキサンとともに計量して 1 オンス入りバイアルに入れ、そしてバイアルに栓をした。残り、すなわち 5 ~ 1 6 質量 % のデカメチルシクロペンタシロキサンを計量してビーカーに入れた。

20

30

【 0 0 7 4 】

1 , 5 - ヘキサジエンの揮発性のために、1 , 5 - ヘキサジエンを反応混合物に添加する際に注意を払った。高モジナイザーを停止し、スクレーパの速度をその能力の 5 % まで低下させた。ESCO プロセッサ混合機の送入口プラグをはずし、送入口のポートホールに、漏斗の脚が容器内の液体の表面下に達するように脚の長い漏斗を差し込んだ。 - 不飽和炭化水素、すなわち 1 , 5 - ヘキサジエンをデカメチルシクロペンタシロキサンの一部と混合し、漏斗に入れ、続いてデカメチルシクロペンタシロキサンの残りを添加した。漏斗内の内容物が添加されたら、漏斗を除去し、送入口を閉じ、そしてタイマーを再始動させた。

【 0 0 7 5 】

スクレーパブレードの速度をその最大能力の 1 5 ~ 3 0 % まで増加させ、高モジナイザーの速度をその最大能力の 5 ~ 1 0 % まで増加させた。混合機容器内の流体はゲルを形成し始めた。このことは、容器内で材料が増粘して混合機のシャフトに這い上がってきたことからはっきり示された。このゲル化が起こった時間を対数表に記録し、内容物の混合を続けた。 - 不飽和炭化水素の添加時点から求めた全混合時間は 7 0 の一定温度で最低 3 時間であった。この時間の最後に、混合機循環浴の設定値を 2 5 に下げ、混合を続けた。後硬化クエンチング剤を添加し、続いて混合機容器の内容物をデカメチルシクロペンタシロキサンにより希釈した。

40

【 0 0 7 6 】

上記の手順を用い、6 つの異なる型の活性成分を含む 9 つのエラストマーシリコーンポリ

50

エーテルを調製した。実施例 2 ～ 10 に従って調製された 9 つのエラストマーシリコンポリエーテルの特性を表 1 に示した。

【 0 0 7 7 】

【表 1】

表 1

活性成分	ゲル中の エラスト マーの質 量%	E0 鎖長	SiH:PE比	エラストマー 中の活性成分 の質量%	D <sub>5</sub> により 希釈した 後の活性 度 (%)	実施例
ビタミンE	15	4	12 : 1	8.33	5	2
ビタミンE	15	7	12 : 1	0.87	0.87	3
トリクロサン	15	4	12 : 1	0.33	0.20	4
オクチルメトキシ シンナメート	15	4	12 : 1	16.70	10	5
アルミニウム クロロハイドレート	15	4	12 : 1	25	25	6
AZG	15	7	12 : 1	15	15	7
エストラジオール	15	7	12 : 1	0.75	0.53	8
エストラジオール	15	12	20 : 1	5	5	9
エストラジオール	20	7	10 : 1	5.13	5	10

【 0 0 7 8 】

表 1 中、実施例 2 ～ 10 では、D<sub>5</sub> は、これらの実施例の各々で調製されたゲル組成物の残りを構成する構成要素を成していた。すなわち、実施例 2 では、ゲル組成物は、15 質量%のエラストマーシリコンポリエーテルと、8.3 質量%の活性成分であるビタミン E を含んで成り、100%となるようなゲル組成物の残りはデカメチルシクロペンタシロキサンであった。

【 0 0 7 9 】

本発明の範囲から離れずにエラストマーシリコンポリエーテルの調製に他の種類の反応性組成を使用できる。

例えば、前述の特定の Si-H 含有ポリシロキサン及び、- 不飽和炭化水素を使用する代わりに次の他の種類の反応性組成： $ZMe_2SiO(Me_2SiO)_r(MeHSiO)_sSiMe_2Z$  及び  $QMe_2SiO(Me_2SiO)_t(MeQSiO)_uSiMe_2Q$  (式中、Me はメチルであり、Z は 1 分子当たり少なくとも 2 個の H 原子が存在することを条件として  $CH_3$ 、又は H であり、Q は 1 分子当たり少なくとも 2 個の炭素 - 炭素二重結合が存在することを条件としてビニル若しくは他の - 不飽和アルケニル基又は  $CH_3$  であり、r は 0 ~ 1,000 であり、s は 0 ~ 100 であり、t は 0 ~ 1,000 であり、u は 0 ~ 100 である) を有するモノアルケニルポリエーテルを反応させることに

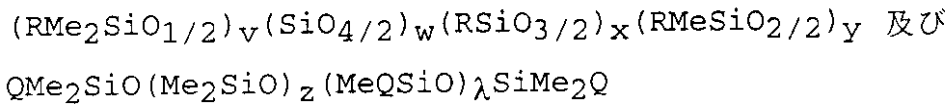
よりエラストマーシリコンポリエーテルを調製できる。

【 0 0 8 0 】

また、前述の特定の Si - H 含有ポリシロキサン及び、 - 不飽和炭化水素を使用する代わりに次の種類の反応性組成：

【 0 0 8 1 】

【 化 7 】



10

【 0 0 8 2 】

(式中、Me はメチルであり、R は 1 分子当たり少なくとも 2 個の H 原子が存在することを条件としてメチル又は H 原子であり、Q は 1 分子当たり少なくとも 2 個の炭素 - 炭素二重結合が存在することを条件としてビニル若しくは他の - 不飽和アルケニル基又はメチルであり、v は 2 ~ 50 であり、w は 0 ~ 20 であり、x は 0 ~ 50 であり、y は 0 ~ 1, 000 であり、z は 0 ~ 1, 000 であり、λ は 0 ~ 100 である) を有するモノアルケニルポリエーテルを反応させることによりエラストマーシリコンポリエーテルを調製できる。

20

【 0 0 8 3 】

本発明に係る活性成分と油を含むエラストマーシリコンの架橋三次元ゲル化網目構造は、米国特許第 5, 654, 362 号及び第 5, 880, 210 号に記載のシリコンエラストマーを使用することによっても調製できる。

【 0 0 8 4 】

本発明に係る組成物は、パーソナルケア分野において特別な価値を有する。本発明に係る組成物は、それら自体で使用されても、又は医師の処方不要 (OTC) の種々のパーソナルケア製品を形成するために他の化粧品成分と配合されてもよい。

【 0 0 8 5 】

すなわち、本発明に係る組成物は、発汗抑制剤及び脱臭剤中でキャリアーとして有用である。本発明に係る組成物は、潤滑性があり、スキンクリーム、スキンケアローション、加湿剤、ざそう止め剤又はしわ取り剤等のフェーシャルトリートメント、パーソナルクレンザー及びフェーシャルクレンザー、バスオイル、香水、コロソ、サッシュ (sachet)、日焼け止め剤、プレシェーブローション及びアフターシェーブローション、液体石鹸、ひげそり用石鹸及びひげそり用石鹸泡の特性を改良することができる。光沢を高めるため及び状態調節の利点を提供するために、本発明に係る組成物をヘアシャンプー、ヘアコンディショナー、ヘアスプレー、ムース、パーマネント、脱毛剤及びキューティクルコート中に使用できる。

30

【 0 0 8 6 】

化粧品において、本発明に係る組成物は、メイクアップ (make-ups)、有色化粧品、ファンデーション、ブラッシェ (blushes)、リップスティック (lip sticks)、リップバalm 剤 (lip balms)、アイライン、マスカラ、油除去剤、有色化粧品除去剤及びパウダー中の顔料用の均展剤及び展着剤として作用する。本発明に係る組成物は、スティック (sticks)、ゲル、ローション、エアゾール及びロールオン (roll-ons) に含まれた場合には、さらさらした絹のような滑らかさを付与する。

40

【 0 0 8 7 】

さらに、本発明に係る組成物は、貯蔵安定性及び調製のし易さのような他の利点及び有益な特性を示す。それ故、本発明に係る組成物の用途は広く、特に発汗抑制剤、脱臭剤、スキンケア製品中で、及び毛髪を状態調節することに関して特に有用である。

【 0 0 8 8 】

50



さらに、本発明に係る組成物は、一般的に周辺衛生及び家庭用清掃労務のために販売されているウェットワイパー、ウェットティッシュ及びウェットタオル等のぬれているような掃除用ワイパーにおいて使用されるセルロース系又は合成不織キャリアー基材用の添加剤としての用途がある。

【 0 0 8 9 】

本発明の基本的な態様から離れずに本明細書に記載した化合物、組成物及び方法に他の変更を加えることができる。本明細書で具体的に示した本発明の態様はたんに例示のためのものであり、特許請求の範囲に規定される本発明の範囲を限定することを意図したものではない。

## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
C 0 8 G 81/00 (2006.01) C 0 8 G 81/00

(74)代理人 100082898

弁理士 西山 雅也

(74)代理人 100081330

弁理士 樋口 外治

(72)発明者 リン ツウチェン

アメリカ合衆国, ミシガン 4 8 6 4 0 , ミッドランド, フォックスポイント サークル 5 0 2  
5

(72)発明者 ウィリアム ジェームズ シュルツ, ジュニア

アメリカ合衆国, ミシガン 4 8 6 4 2 , ミッドランド, オールド パイン トレール 3 8 4 1

(72)発明者 ジャネット メリー スミス

アメリカ合衆国, ミシガン 4 8 7 0 6 , ベイ シティ, サウス エリー ストリート 1 3 1 2

審査官 渡辺 陽子

(56)参考文献 特開平 1 1 - 0 4 9 9 5 7 ( J P , A )

特開平 0 9 - 2 0 2 8 2 9 ( J P , A )

特開昭 6 1 - 1 1 1 3 6 0 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C08L、A61K8

C08G77、81-85

C08F251-289,291-297

C08F4