



(10) 授权公告号 CN 113891908 B

(45) 授权公告日 2023.02.17

(21) 申请号 201980096891.6

(22) 申请日 2019.05.29

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 113891908 A

(43) 申请公布日 2022.01.04

(85) PCT国际申请进入国家阶段日  
2021.11.26

(86) PCT国际申请的申请数据  
PCT/EP2019/064120 2019.05.29

(87) PCT国际申请的公布数据  
W02020/239229 DE 2020.12.03

(73) 专利权人 瓦克化学股份公司  
地址 德国慕尼黑

(72) 发明人 马库斯·格郎德 格哈德·贝尔  
维尔纳·利默  
恩斯特·塞尔贝廷格

(74) 专利代理机构 北京康信知识产权代理有限  
责任公司 11240

专利代理师 杜兆东

(51) Int.Cl.  
C08G 77/388 (2006.01)  
C08G 77/452 (2006.01)  
C08G 77/54 (2006.01)  
C08K 5/11 (2006.01)  
C08L 83/08 (2006.01)  
C08L 83/10 (2006.01)  
C08L 83/14 (2006.01)

(56) 对比文件  
FR 2831799 A1, 2003.05.09  
FR 2831803 A1, 2003.05.09  
US 5039738 A, 1991.08.13  
CN 102106792 A, 2011.06.29  
FR 2954099 A1, 2011.06.24  
CN 103732210 A, 2014.04.16

审查员 孟帅

权利要求书4页 说明书36页

(54) 发明名称

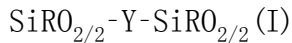
预交联有机聚硅氧烷的水性分散体

(57) 摘要

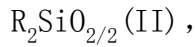
本发明涉及预交联有机聚硅氧烷的水性分散体,所述预交联有机聚硅氧烷平均包含至少一个通式 $\text{SiRO}_{2/2}-\text{Y}-\text{SiRO}_{2/2}$  (I) 的结构单元和式 $\text{R}_2\text{SiO}_{2/2}$  (II) 的单元,其中Y是式 $-\text{R}^2-[\text{NR}^3-\text{R}^4-]_x-\text{NR}^3-\text{OC}-[\text{C}(\text{Z}^1)(\text{H})]_{k1}-[\text{C}(\text{Z}^2)(\text{H})]_{k2}-\text{CO}-\text{NR}^3-[\text{R}^4-\text{NR}^3]_x-\text{R}^2-$ 的基团;R可以相同或不同并且是具有1-18个碳原子并且可以包含一个或多个来自N、P、S、O和卤素的组的杂原子的单价烃基;R<sup>2</sup>是具有3-18个碳原子的SiC键合的二价直链或支链烃基;R<sup>3</sup>是氢原子、具有1-8个碳原子的烷基或酰基;R<sup>4</sup>是具有1-6个碳原子的二价烃基;k<sub>1</sub>是0、1、2或3;k<sub>2</sub>是0、1、2或3;x是0、1、2、3或4;Z<sup>1</sup>是-OH、H或-NHR<sup>3</sup>;和Z<sup>2</sup>是-OH、H或-NHR<sup>3</sup>,条件是k<sub>1</sub>+k<sub>2</sub>总和≥1并且至少一个Z<sup>1</sup>或Z<sup>2</sup>基团是羟基或NHR<sup>3</sup>基团,

使得桥连基团Y包含至少一个羟基或NHR<sup>3</sup>基团。

1. 一种预交联有机聚硅氧烷的水性分散体,所述预交联有机聚硅氧烷平均包含至少一个以下通式的结构单元

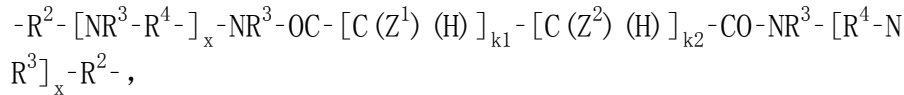


和下式的单元



其中

Y是下式的基团



R可以相同或不同并且表示具有1-18个碳原子并且可以包含一个或多个来自N、P、S、O和卤素的组的杂原子的单价烃基,

$\text{R}^2$ 表示具有3-18个碳原子的SiC键合的二价直链或支链烃基, $\text{R}^3$ 表示氢原子、具有1-8个碳原子的烷基,

$\text{R}^4$ 表示具有1-6个碳原子的二价烃基,

$\text{k1}$ 是0、1、2或3,

$\text{k2}$ 是0、1、2或3,

$\text{x}$ 是0、1、2、3或4,

$\text{Z}^1$ 是-OH,

$\text{Z}^2$ 是-OH,

条件是 $\text{k1}+\text{k2}$ 总和 $\geq 1$ 并且至少一个基团 $\text{Z}^1$ 或 $\text{Z}^2$ 是羟基基团,并且因此桥连基团Y包含至少一个羟基基团。

2. 根据权利要求1所述的水性分散体,其中所述预交联有机聚硅氧烷的水性分散体为预交联有机聚硅氧烷的水性乳液。

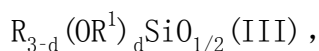
3. 根据权利要求1所述的水性分散体,其中 $\text{R}^2$ 表示具有3-10个碳原子的亚烷基。

4. 根据权利要求1所述的水性分散体,其中 $\text{R}^3$ 表示氢原子。

5. 根据权利要求1所述的水性分散体,其中 $\text{R}^4$ 表示具有1-6个碳原子的亚烷基。

6. 根据权利要求1所述的水性分散体,其中 $\text{x}$ 是0或1。

7. 根据权利要求1-6中任一项所述的水性分散体,其特征在于所述预交联有机聚硅氧烷包含下式的硅氧烷单元



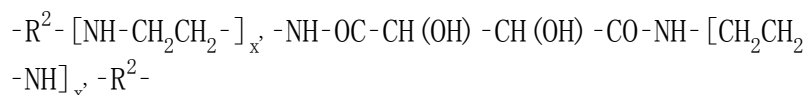
其中

R具有权利要求1中为其指示的定义,

$\text{R}^1$ 可以相同或不同并且表示氢原子或具有1-18个碳原子并且可以被一个或多个单独的氧原子间断的烷基,并且

$d$ 是0或1。

8. 根据权利要求1-6中任一项所述的水性分散体,其特征在于Y是下式的基团



其中

$x'$  是0或1, 并且

$R^2$  是式  $-(CH_2)_3-$  或  $-CH_2-CH(CH_3)-CH_2-$  的基团。

9. 一种用于制备预交联有机聚硅氧烷的水性分散体的方法, 通过使下式的氨基有机聚硅氧烷 (1) 的水性分散体

$(R^1O)_d A_e R_{3-d-e} SiO (SiARO)_p (SiR_2O)_q SiR_{3-d-e} A_e (OR^1)_d$  (IV), 其中

A 是以下通式的氨基

$-R^2-[NR^3-R^4-]_x NR^3_2$ ,

R 可以相同或不同并且表示具有1-18个碳原子并且可以包含一个或多个来自N、P、S、O和卤素的组的杂原子的单价烃基,

$R^1$  可以相同或不同并且表示氢原子或具有1-18个碳原子并且可以被一个或多个单独的氧原子间断的烷基,

$R^2$  表示具有3-18个碳原子的SiC键合的二价直链或支链烃基,  $R^3$  表示氢原子、具有1-8个碳原子的烷基,

$R^4$  表示具有1-6个碳原子的二价烃基,

d 是0或1,

e 是0或1,

p 是至少为1且至多为1000的整数, 并且

q 为0或1-2000的整数,

x 是0、1、2、3或4,

与下式的反应性酯 (2) 进行反应

$R^5O_2C-[C(Z^1)(H)]_{k1}-[C(Z^2)(H)]_{k2}-CO_2R^5\dots$  (V),

其中

$R^5$  可以相同或不同并且表示O-键合的饱和或不饱和直链或支链单价烃基, 所述单价烃基具有每个基团1-20个碳原子并且可以包含一个或多个来自N、P、S、O和卤素的组的杂原子,

k1 是0、1、2或3,

k2 是0、1、2或3,

$Z^1$  是-OH,

$Z^2$  是-OH,

条件是k1+k2总和 $\geq 1$ 并且至少一个基团 $Z^1$ 或 $Z^2$ 是羟基基团。

10. 根据权利要求9所述的方法, 其中所述预交联有机聚硅氧烷的水性分散体是预交联有机聚硅氧烷的水性乳液。

11. 根据权利要求9所述的方法, 其中所述氨基有机聚硅氧烷的水性分散体是氨基有机聚硅氧烷的水性乳液。

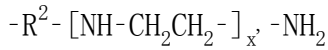
12. 根据权利要求9所述的方法, 其中 $R^2$ 表示具有3-10个碳原子的亚烷基。

13. 根据权利要求9所述的方法, 其中 $R^3$ 是氢原子。

14. 根据权利要求9所述的方法, 其中 $R^4$ 表示具有1-6个碳原子的亚烷基。

15. 根据权利要求9所述的方法, 其中x是0或1。

16. 根据权利要求9所述的方法, 其特征在于A是下式的氨基



其中

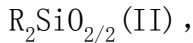
$x'$  是0或1, 并且

$R^2$  是式  $-(CH_2)_3-$  或  $-CH_2-CH(CH_3)-CH_2-$  的基团。

17. 根据权利要求9或16所述的方法, 其特征在于所述反应性酯(2) 是酒石酸二甲酯和酒石酸二乙酯。

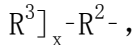
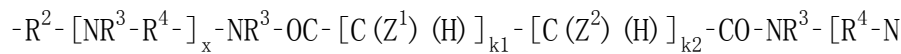
18. 一种预交联有机聚硅氧烷, 平均含有以下通式的至少一个结构单元,  $SiRO_{2/2}-Y-SiRO_{2/2}$  (I)

和下式的单元



其中

$Y$  是下式的基团



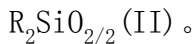
$R, R^2, R^3, R^4, k1, k2, Z^1$  和  $Z^2$  具有权利要求1中为它们指示的定义,

条件是  $k1+k2$  总和  $\geq 1$  并且至少一个基团  $Z^1$  或  $Z^2$  是羟基基团, 并且因此桥连基团  $Y$  包含至少一个羟基基团。

19. 根据权利要求18所述的预交联有机聚硅氧烷, 平均含有以下通式的至少两个结构单元,



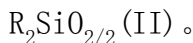
和下式的单元



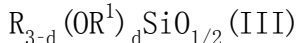
20. 根据权利要求18所述的预交联有机聚硅氧烷, 平均含有以下通式的至少三个结构单元,



和下式的单元



21. 根据权利要求18所述的预交联有机聚硅氧烷, 其特征在于所述预交联有机聚硅氧烷包含下式的硅氧烷单元

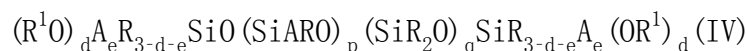


其中

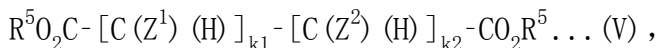
$R$  和  $Y$  具有权利要求1中为它们指示的定义, 并且

$d$  和  $R^1$  具有权利要求9中为它们指示的定义。

22. 一种用于制备预交联有机聚硅氧烷的方法, 其特征在于使下式的氨基有机聚硅氧烷



与下式的反应性酯反应



其中

A、R、R<sup>1</sup>、R<sup>5</sup>、k<sub>1</sub>、k<sub>2</sub>、Z<sup>1</sup>和Z<sup>2</sup>具有权利要求9中为它们指示的定义，

条件是k<sub>1</sub>+k<sub>2</sub>总和 $\geq 1$ 并且至少基团Z<sup>1</sup>或Z<sup>2</sup>是羟基基团，并且所得的预交联有机聚硅氧烷可选地随后在水中进行的乳化。

23. 一种化妆品组合物，包含根据权利要求1-8中任一项所述的或根据权利要求9-17中任一项所述方法制备的预交联有机聚硅氧烷的水性分散体，或根据权利要求18-21中任一项所述的或根据权利要求22所述方法制备的预交联有机聚硅氧烷。

24. 根据权利要求23所述的化妆品组合物，其中所述预交联有机聚硅氧烷的水性分散体是预交联有机聚硅氧烷的水性乳液。

25. 根据权利要求23-24中任一项所述的化妆品组合物，其特征在于所述化妆品组合物包含护发素。

26. 根据权利要求23-25中任一项所述的化妆品组合物用于处理角蛋白纤维的用途。

27. 根据权利要求23-25中任一项所述的化妆品组合物用于清洗和护理角蛋白纤维的用途。

28. 根据权利要求23-25中任一项所述的化妆品组合物用于调理角蛋白纤维的用途。

29. 根据权利要求23-25中任一项所述的化妆品组合物用于促进角蛋白纤维的可梳理性的用途。

30. 根据权利要求26-29中任一项所述的用途，其特征在于所述角蛋白纤维是毛发。

31. 一种通过将根据权利要求23-25中任一项所述的化妆品组合物施用于角蛋白纤维，然后可选地用水漂洗而处理角蛋白纤维的方法。

32. 根据权利要求31所述的方法，其中所述角蛋白纤维为毛发。

## 预交联有机聚硅氧烷的水性分散体

### 技术领域

[0001] 本发明涉及预交联有机聚硅氧烷的水性分散体、预交联有机聚硅氧烷和包含预交联有机聚硅氧烷的水性分散体的化妆品组合物。本发明进一步涉及制备该预交联有机聚硅氧烷及其水性分散体的工艺方法。本发明进一步涉及该化妆品组合物的用途。

### 背景技术

[0002] 有机聚硅氧烷因为其调理特性,如改善柔软度和光滑度,降低梳理力、光泽特性,改善感知颜色、颜色保护特性,减少静电带电情况,与毛发上的热负荷或防水性相关的保护特性而适用于化妆品组合物如,例如,护发产品。

[0003] 用于护理诸如毛发的角蛋白材料的所选有机聚硅氧烷的综述可以查阅MD Berthiaume,Society of Cosmetic Chemists(ed.),monograph,Silicones in Hair Care,1997和J.Sejпка,Silicone in Haarpflegeprodukten,[Silicones in Haircare Products]in: **SÖFW-Journal**,volume 118,No.17,1992,pp.1065-1070。

[0004] 在日常生活中,与未受损的毛发相比,毛发会受到多种外部影响,这些影响会导致毛发表面受损,从而损害美容特性如光滑度、柔软度、光泽和其他参数。例如,化学或机械处理、UV辐射或热都可能导致毛发表面受损。伴随毛发表面损伤的是覆盖角质层的脂质层的破坏和部分去除,这是未受损天然毛发具有高度疏水性的原因(R.A.Lodge,B.Bhusan, Wetting Properties of Human Hair by Means of Dynamic Contact Angle Measurement,Journal of Applied Polymer Science,vol.102,5255-5265,2006,Wiley)。与未受损毛发相比,受损毛发明显更具亲水性,因为表层脂质层破坏后的有效毛发表面是亲水性的基于氨基酸的蛋白质基质。

[0005] US 7,223,385 B2、US 7,485,289 B2、US 7,220,408 B2和US 7,504,094 B2描述了用于处理毛发的化妆品组合物,其包含结构(I)或(II)的特定氨基硅酮以及调节剂或增稠剂。结构(I)或(II)的氨基硅酮是具有末端烷氧基/羟基基团并具有氨基乙基氨基丙基-烷氧基硅氧烷单元或氨基乙基氨基丙基-甲基硅氧烷单元的未交联二甲基聚硅氧烷。

[0006] 根据US 5,039,738 A已知的是一种通过使氨基有机硅氧烷在水性乳液中与草酸二烷基酯、焦碳酸二烷基酯或其混合物反应而生产改性氨基有机硅氧烷的工艺方法。结果表明,用所述乳液处理过的织物表现出泛黄降低。

[0007] WO 2015/024079 A1描述了包含氨基有机聚硅氧烷、阳离子表面活性剂和式R'-O-CO-R-CO-O-R'的二羧酸的二烷基酯的化妆品组合物,其中R'构成C8-C30基团。

[0008] 根据WO 2004/039930 A2,用由聚羧酸和氨基有机硅氧烷组成的组合物处理的织物表现出增强的抗起皱(puckering)和抗皱性(creasing)。

[0009] US 5,399,652 A中描述了由氨基有机聚硅氧烷和交联剂组分组成的可交联组合物,所述交联剂组分是含有至少一个羧酸酐基团的烷氧基硅烷或硅氧烷。

[0010] 该目的是提供预交联有机聚硅氧烷,更具体而言是预交联有机聚硅氧烷的水性分散体,其优选在除去水时形成弹性体膜并能够用于化妆品组合物。另一个目的是提供用于

处理角蛋白纤维如毛发的化妆品组合物,优选用于为它们提供清洁和护理,其能够用于调理角蛋白纤维如毛发,更特具体而言为其提供便利的可梳理性。

[0011] 该目的通过本发明而实现。

### 发明内容

[0012] 本发明的主题是包含预交联有机聚硅氧烷的水性分散体,优选水性乳液,所述预交联有机聚硅氧烷平均含有以下通式的至少一个结构单元,优选至少两个结构单元,更优选至少三个结构单元

[0013]  $\text{SiRO}_{2/2}\text{-Y-SiRO}_{2/2}$  (I)

[0014] 和下式的单元

[0015]  $\text{R}_2\text{SiO}_{2/2}$  (II),

[0016] 其中

[0017] Y是下式的基团

[0018]  $-\text{R}^2\text{-}[\text{NR}^3\text{-R}^4\text{-}]_x\text{-NR}^3\text{-OC-}[\text{C}(\text{Z}^1)(\text{H})]_{k_1}\text{-}[\text{C}(\text{Z}^2)(\text{H})]_{k_2}\text{-CO-NR}^3\text{-}[\text{R}^4\text{-NR}^3]_x\text{-R}^2$ ,

[0019] R可以相同或不同,并且表示具有1-18个碳原子并可以包含一个或多个选自N、P、S、O和卤素的组中的杂原子的单价烃基,

[0020]  $\text{R}^2$ 表示具有3-18个碳原子的SiC键合的二价直链或支链烃基,优选具有3-10个碳原子的亚烷基,

[0021]  $\text{R}^3$ 表示氢原子、具有1-8个碳原子的烷基或酰基,如乙酰基,并优选是氢原子,

[0022]  $\text{R}^4$ 表示具有1-6个碳原子的二价烃基,优选具有1-6个碳原子的亚烷基,

[0023]  $k_1$ 是0、1、2或3,

[0024]  $k_2$ 是0、1、2或3,

[0025]  $x$ 是0、1、2、3或4,优选0或1,

[0026]  $\text{Z}^1$ 是-OH、H或-NHR<sup>3</sup>,

[0027]  $\text{Z}^2$ 是-OH、H或-NHR<sup>3</sup>,

[0028] 条件是总和 $k_1+k_2 \geq 1$ 并且至少一个基团 $\text{Z}^1$ 或 $\text{Z}^2$ 是羟基或NHR<sup>3</sup>基团,优选羟基基团,而因此所述桥连基团Y包含至少一个羟基或NHR<sup>3</sup>基团。

[0029] 本发明的一个进一步的主题是预交联有机聚硅氧烷,其平均含有以下通式的至少一个结构单元,优选至少两个结构单元,更优选至少三个结构单元

[0030]  $\text{SiRO}_{2/2}\text{-Y-SiRO}_{2/2}$  (I)

[0031] 和下式的单元

[0032]  $\text{R}_2\text{SiO}_{2/2}$  (II),

[0033] 其中

[0034] Y是下式的基团

[0035]  $-\text{R}^2\text{-}[\text{NR}^3\text{-R}^4\text{-}]_x\text{-NR}^3\text{-OC-}[\text{C}(\text{Z}^1)(\text{H})]_{k_1}\text{-}[\text{C}(\text{Z}^2)(\text{H})]_{k_2}\text{-CO-NR}^3\text{-}[\text{R}^4\text{-NR}^3]_x\text{-R}^2$ ,

[0036]  $\text{R}$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^4$ 、 $k_1$ 、 $k_2$ 、 $\text{Z}^1$ 和 $\text{Z}^2$ 具有以上为其指示的定义,

[0037] 条件是总和 $k_1+k_2 \geq 1$ 并且至少一个基团 $\text{Z}^1$ 或 $\text{Z}^2$ 是羟基或NHR<sup>3</sup>基团,优选羟基基团,

[0038] 并且因此所述桥连基团Y包含至少一个羟基或NHR<sup>3</sup>基团,优选至少一个羟基基团。

[0039] 本发明的另一主题是通过使以下组分反应而制备预交联有机聚硅氧烷的水性分

散体的工艺方法：

[0040] 水性分散体，优选水性乳液

[0041] 包含下式的氨基有机聚硅氧烷 (1)

[0042]  $(R^1O)_d A_e R_{3-d-e} SiO (SiARO)_p (SiR_2O)_q SiR_{3-d-e} A_e (OR^1)_d$  (IV)，

[0043] 其中

[0044] A是以下通式的氨基

[0045]  $-R^2 - [NR^3 - R^4 -]_x NR^3_2$

[0046] R可以相同或不同，并且表示具有1-18个碳原子并可以包含一个或多个选自N、P、S、O和卤素的组的杂原子的单价烃基，

[0047]  $R^1$ 可以相同或不同，并且表示氢原子或具有1-18个碳原子并可以被一个或多个单独的氧原子间断的烷基，

[0048]  $R^2$ 表示具有3-18个碳原子的SiC键合的二价直链或支链烃基，优选具有3-10个碳原子的亚烷基，

[0049]  $R^3$ 表示氢原子、具有1-8个碳原子的烷基或酰基，例如乙酰基，优选是氢原子，

[0050]  $R^4$ 表示具有1-6个碳原子的二价烃基，优选具有1-6个碳原子的亚烷基，

[0051] d是0或1，

[0052] e是0或1，

[0053] p为至少1，优选至少2，更优选至少3，而至多1000，优选至多10的整数，并且

[0054] q为0或1-2000，优选50-1000的整数，

[0055] x是0、1、2、3或4，优选0或1，

[0056] 和下式的反应活性酯 (2)

[0057]  $R^5O_2C - [C(Z^1)(H)]_{k1} - [C(Z^2)(H)]_{k2} - CO_2R^5 \dots$  (V)，

[0058] 其中

[0059]  $R^5$ 可以相同或不同，并且表示0-键合的饱和或不饱和直链或支链单价烃基，其具有每个基团1-20个碳原子并可以包含一个或多个选自N、P、S、O和卤素的组的杂原子，

[0060] k1是0、1、2或3，

[0061] k2是0、1、2或3，

[0062]  $Z^1$ 是-OH、H或-NHR<sup>3</sup>，

[0063]  $Z^2$ 是-OH、H或-NHR<sup>3</sup>，

[0064] 条件是总和k1+k2≥1并且至少一个基团 $Z^1$ 或 $Z^2$ 是羟基或NHR<sup>3</sup>基团，优选羟基基团。

[0065] 本发明的一个进一步的主题是制备预交联有机聚硅氧烷的工艺方法，其特征在于下式的氨基有机聚硅氧烷 (1)

[0066]  $(R^1O)_d A_e R_{3-d-e} SiO (SiARO)_p (SiR_2O)_q SiR_{3-d-e} A_e (OR^1)_d$  (IV)

[0067] 与下式的反应活性酯 (2) 进行反应

[0068]  $R^5O_2C - [C(Z^1)(H)]_{k1} - [C(Z^2)(H)]_{k2} - CO_2R^5 \dots$  (V)

[0069] 其中

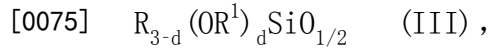
[0070] A、R、 $R^1$ 、 $R^5$ 、d、e、k1、k2、 $Z^1$ 和 $Z^2$ 具有以上对其指示的定义，

[0071] 条件是总和k1+k2≥1并且至少基团 $Z^1$ 或 $Z^2$ 是羟基或NHR<sup>3</sup>基团，优选羟基基团，

[0072] 并且所得的预交联有机聚硅氧烷可选地随后乳化于水中。

[0073] 在本发明的工艺方法中,所用的式(IV)的氨基有机聚硅氧烷(1)优选是其中e为0并因此仅包含侧链氨基A并且在与反应性酯(2)反应中形成根据式(I)的结构单元的桥接基团的那些。

[0074] 如果e为0,则本发明的预交联有机聚硅氧烷不仅包含式(I)的结构单元和式(II)的硅氧烷单元,而且优选包含下式(III)的硅氧烷单元

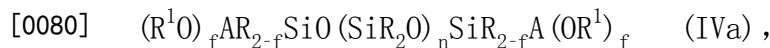


[0076] 其中R、R<sup>1</sup>和d具有以上对其指示的定义。

[0077] 然而,也有可能的是使用式(IV)的氨基有机聚硅氧烷(1),其也包含末端氨基A,并且对其而言,换言之,e为1。

[0078] 还有可能的是使用式(IV)中e为0和e为1的的氨基有机聚硅氧烷(1)的混合物。在这种情况下,在与反应性酯(2)的反应中,两个末端氨基(式(VI))之间或在末端和侧链氨基(式(VII))之间的桥接基团可以另外形成。

[0079] 此外,除了氨基有机聚硅氧烷(1)之外,还有可能使用仅包含的末端氨基的下式氨基有机聚硅氧烷(1a)



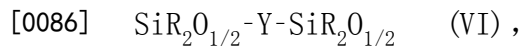
[0081] 其中A、R和R<sup>1</sup>具有以上对其指示的定义,

[0082] f是0或1,并且

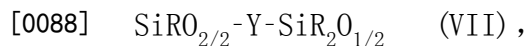
[0083] n是1-1000,优选50-1000的整数,

[0084] 条件是平均存在至少一个氨基A。

[0085] 因此,作为桥接基团,除了式(I)的结构单元之外,本发明的预交联有机聚硅氧烷还可以包含下式的进一步的结构单元



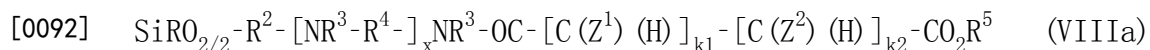
[0087] 或



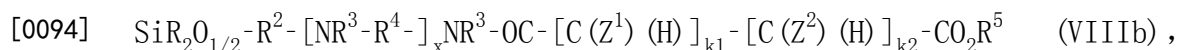
[0089] 或(VI)和(VII)的混合物,其中R和Y具有以上对其指示的定义。

[0090] 本发明的预交联有机聚硅氧烷优选包含式(III)的硅氧烷单元,其中d为0或1,优选为1。

[0091] 本发明中使用的氨基有机聚硅氧烷(1)或可选地也使用的氨基有机聚硅氧烷(1a)中的侧链和可选的末端氨基A也可能与反应性酯(2)反应而无需形成桥接基团,而因此该预交联有机聚硅氧烷可以另外包含下式的结构单元



[0093] 和/或



[0095] 其中

[0096] R、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>、R<sup>5</sup>、k<sub>1</sub>、k<sub>2</sub>、x、Z<sup>1</sup>和Z<sup>2</sup>具有以上对其指示的定义。

[0097] 出于本发明的目的,式(IV)应该理解为是指p单元-(SiARO)-和q单元-SiR<sub>2</sub>O-可以以任何所需的方式按照嵌段或无规形式分布于,例如,氨基有机聚硅氧烷分子中。

[0098] 尽管未分别由式(IV)和(Iva)表示,但本发明中使用的氨基有机聚硅氧烷(1)和也可选地使用的氨基有机聚硅氧烷(1a)还可以包含式(IXa)和/或(IXb)和/或(IXc)的硅氧烷

单元

[0099]  $\text{RSiO}_{3/2}, (\text{OR}^1)\text{SiO}_{3/2}, \text{SiO}_{4/2}$  (IXa-c)

[0100] 其中

[0101] R和R<sup>1</sup>具有以上对其指示的定义，

[0102] 而因此，本发明的预交联有机聚硅氧烷还可以包含式 (IXa-c) 的硅氧烷单元。

[0103] 优选R是具有1-18个碳原子的单价饱和或不饱和烃基。

[0104] 烃基R的实例有：烷基，如甲基、乙基、正丙基、异丙基、1-正丁基、2-正丁基、异丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、新戊基、叔-戊基；己基，如正己基；庚基，如正庚基；辛基如正辛基和异辛基，如2,2,4-三甲基戊基；壬基，如正壬基；癸基，如正癸基；十二烷基，如正十二烷基；十八烷基，如正十八烷基；环烷基，如环戊基、环己基、环庚基和甲基环己基；烯基，如乙烯基、5-己烯基、环己烯基、1-丙烯基、烯丙基、3-丁烯基和4-戊烯基；芳基，如苯基、萘基、蒽基和菲基；烷芳基，如邻-、间-和对-甲苯基；二甲苯基和乙苯基；和芳烷基，如苄基、 $\alpha$ -和 $\beta$ -苯乙基。

[0105] 优选作为基团R是甲基、乙基、辛基和苯基，更优选甲基和乙基。

[0106] 取代的基团R的实例有：卤代烷基，如3,3,3-三氟-正丙基、2,2,2,2',2',2'-六氟异丙基、七氟异丙基和卤代芳基，如邻-、间-和对-氯苯基。

[0107] 取代的基团R的其他实例有：聚环氧烷基基团，如聚环氧乙烷基、聚环氧丙烷基或聚环氧乙烷基/聚环氧丙烷基基团。

[0108] 基团R<sup>1</sup>的实例是上文对于R所述的烷基，以及甲氧基乙基、乙氧基乙基和己氧基乙基；优选所述基团R<sup>1</sup>是氢和甲基和乙基。

[0109] 优选R<sup>5</sup>是被一个或多个氧原子间断的C<sub>1-20</sub>烃基。基团R的例子也适用于基团R<sup>5</sup>。更优选R<sup>5</sup>是C<sub>1-4</sub>烷基，如甲基或乙基。

[0110] 基团A的例子是：

[0111]  $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$

[0112]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$

[0113]  $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$

[0114]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH}(\text{环己基})$

[0115]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NHCH}_3$

[0116]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-N}(\text{CH}_3)_2$

[0117]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NHCH}_2\text{CH}_3$

[0118]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-N}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_2$

[0119]  $-(\text{CH}_2)_4\text{-NH}_2$

[0120]  $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{-NH}_2$

[0121]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NHCH}_3$

[0122]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-N}(\text{CH}_3)_2$

[0123]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NHCH}_2\text{CH}_3$

[0124]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_2$

[0125]  $-(\text{CH}_2)_3[-\text{NH-CH}_2\text{CH}_2]_2\text{-NH}_2$

[0126] 及其部分或完全乙酰化的形式，如

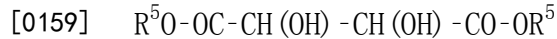
- [0127]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH}$  (乙酰基)
- [0128]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}$  (乙酰基), 和
- [0129]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-N}$  (乙酰基)  $-(\text{CH}_2)_2\text{-NH}$  (乙酰基)。
- [0130] 基团A的优选实例是:
- [0131]  $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$
- [0132]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$
- [0133]  $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$
- [0134]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NHCH}_3$ 。
- [0135] 优选A是下式的氨基
- [0136]  $-\text{R}^2\text{-}[\text{NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-}]_{x'}\text{-NH}_2$ ,
- [0137] 其中
- [0138]  $x'$  是0或1, 并且
- [0139]  $\text{R}^2$  是下式  $-(\text{CH}_2)_3\text{-}$  或  $-\text{CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)\text{-CH}_2\text{-}$  的基团。
- [0140] 基团A的特别优选例子是
- [0141]  $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$
- [0142]  $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$ , 并且
- [0143]  $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{-NH-}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$ 。
- [0144] 氨基有机聚硅氧烷(1)的进一步实例是商业上常用的官能化硅氧烷, 如胺油, 实例是具有3-(2-氨基乙基)氨基丙基官能团的胺油, 以及含有氨基基团的二醇油、苯基油或苯基甲基油。
- [0145] 在本发明的分散体的生产中, 有可能使用一种类型的氨基有机聚硅氧烷(1)或不同类型的氨基有机聚硅氧烷(1)。
- [0146] 用于制备本发明分散体的氨基有机聚硅氧烷(1)优选在25°C下具有1mPa.s-50000000mPa.s的粘度, 更优选在25°C下具有50mPa.s-100000000mPa.s的粘度, 并且非常优选在25°C下具有100mPa.s-500000mPa.s的粘度。
- [0147] 用于制备本发明分散体的氨基有机聚硅氧烷(1)可以, 例如, 按照US 7,129,369 B2中所述进行制备。
- [0148] 本发明的分散体优选包含本发明的预交联有机聚硅氧烷,
- [0149] 乳化剂(3), 和
- [0150] 水(4)。
- [0151] 本发明的预交联有机聚硅氧烷的分散体可以可选地使用不直接参与该反应的进一步的物质进行制备。
- [0152] 在干燥时-无需添加催化剂或改变pH-本发明的分散体形成硅酮网络, 优选弹性硅酮网络。本发明的分散体优选在除去水后形成弹性体膜。
- [0153] 在本发明的工艺方法中, 根据本发明的氨基有机聚硅氧烷(1)和可选的(1a)与反应性酯(2)的反应, 优选也没有使用含金属的催化剂。
- [0154] 因此本发明的分散体优选不含催化剂。
- [0155] 在本发明的预交联有机聚硅氧烷的制备中, 使用了氨基有机聚硅氧烷(1)和反应性酯(2), 并且这些组分优选在室温下彼此反应。不需要含金属的额外催化剂支持该反应,

而因此优选不需要来自周期表第VIII过渡族的过渡金属及其化合物,也不需要来自周期表第III、IV和V主族的金属及其化合物;在此定义中,元素C、Si、N和P不被视为金属。

[0156] 此外,该反应优选在中性范围内,即在约4-8的pH范围内进行,这是由于组分本身而产生的。此外,由于高反应性,不需要有针对性的化学反应,并且优选也不需要任何加热。

[0157] 在本发明的分散体的生产中,有可能使用一种类型的酯(2)作为交联剂或使用不同类型的酯(2)作为交联剂。

[0158] 优选使用的酯(2)是下式的酒石酸酯

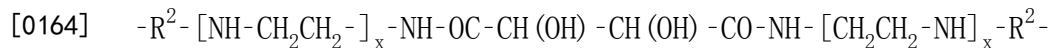


[0160] 其中

[0161]  $R^5$ 具有上文为其指示的定义,优选是 $C_{1-4}$ 烷基,更具体而言是甲基或乙基。

[0162] 因此,酯(2)的优选实例是酒石酸二乙酯,如L-酒石酸二乙酯、D-酒石酸二乙酯和内消旋酒石酸二乙酯和酒石酸二甲酯,如L-酒石酸二甲酯、D-酒石酸二甲酯和内消旋酒石酸二甲酯,尤其优选的是酒石酸二乙酯,如L-酒石酸二乙酯。

[0163] 因此,优选Y是下式的基团



[0165] 其中是0或1,并且

[0166]  $R^2$ 是式 $-(CH_2)_3-$ 或 $-CH_2-CH(CH_3)-CH_2-$ 的基团。

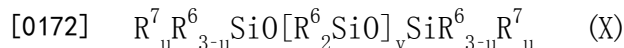
[0167] 取决于交联剂(2)或线性、支化或树脂状氨基有机聚硅氧烷(1)的使用,该预交联有机聚硅氧烷可以具有支化或甚至高度支化或高度交联的具有线性部分的结构。

[0168] 在本发明的工艺方法中,氨基有机聚硅氧烷和酯的性质和量经过选择而使所得分散体中有机聚硅氧烷是预交联的。

[0169] 所用的优选氨基有机聚硅氧烷(1)是在侧链氨基A中平均含有至少一个伯氨基官能团的那些,从而得到本发明的预交联有机聚硅氧烷。此外,还有可能使用氨基有机聚硅氧烷(1a),其仅包含具有伯氨基官能团的末端氨基A。

[0170] 如果使用氨基有机聚硅氧烷(1a),则它们的用量优选每100重量份氨基有机聚硅氧烷(1)为10-300重量份。

[0171] 此外,当使用氨基有机聚硅氧烷(1)和非官能性有机聚硅氧烷(1b)的混合物时,也获得了本发明的预交联有机聚硅氧烷。此处的非官能性有机聚硅氧烷(1b)是没有氨基A的有机聚硅氧烷,优选以下通式的线性有机聚硅氧烷



[0173] 其中 $R^6$ 具有R的定义,并且

[0174]  $R^7$ 具有 $R^6$ 的定义,或是HO-基团,

[0175] u是0或1,并且

[0176] v为0或1-2000的整数。

[0177] 优选 $R^6$ 是单价 $C_{1-18}$ 烷基,更优选 $C_{1-18}$ 烷基。

[0178] 非官能性有机聚硅氧烷(1b)的实例是二烷基聚硅氧烷,优选二甲基聚硅氧烷。

[0179] 如果使用非官能性有机聚硅氧烷(1b),则它们优选以100-800重量份/100重量份氨基有机聚硅氧烷(1)的量使用。

[0180] 此处的交联度取决于用于反应性酯(2)的当量 $-OR^5$ 与氨基有机聚硅氧烷(1)中氨

基A的所用比率。

[0181] 为了制备由氨基有机聚硅氧烷(1)和反应性酯(2)组成的本发明分散体,此处酯(2)优选以每当量氨基有机聚硅氧烷(1)中的氨基A,0.6-10当量-OR<sup>5</sup>,更优选0.65-2当量-OR<sup>5</sup>,非常优选0.7-1.5当量-OR<sup>5</sup>的量使用,其中A和R<sup>5</sup>具有以上对其指示的定义。

[0182] 本发明的预交联有机聚硅氧烷的分散体通过将氨基有机聚硅氧烷(1)与酯(2)、乳化剂(3)和水(4)彼此强烈混合而制备。该生产可以间歇式或连续式进行。

[0183] 用于制备本发明分散体的组分的混合方式不是特别关键,并且可以以各种顺序进行实施。例如,组分(1)和(2)可以彼此预混合,然后加入乳化剂(或多种乳化剂),然后加入水(4)。另一种可能性是将组分(1)-(4)按顺序计量加入乳化设备中。在特殊情况下,例如出于所采用的氨基有机聚硅氧烷(1)和可选的(1a)非官能性有机聚硅氧烷(1b)的粘度或反应性的原因,将酯(2)与氨基有机聚硅氧烷混合,然后再引入不同的氨基有机聚硅氧烷或非官能性有机聚硅氧烷,反之亦然,可能是有利的,这取决于如何产生对组分加工更有利的流变特性。

[0184] 此外,还有可能将酯(2)作为交联剂引入到氨基有机聚硅氧烷(1)的完成乳液中,从而实现乳液中氨基有机聚硅氧烷的所需反应和交联。为了获得不含VOC的产品,这些产品不含挥发性有机化合物,副产物醇R<sup>5</sup>OH(其中R<sup>5</sup>具有上述对其定义)可以通过合适的已知措施如蒸馏、膜技术或其他分离技术完全或部分去除。

[0185] 在本发明的分散体的生产中,水(4)以优选1wt%-99wt%,更优选25wt%-95wt%的量使用,在每种情况下都基于该分散体的所有组分的总重量。

[0186] 本发明的预交联有机聚硅氧烷的水性分散体用作水包油体系。

[0187] 作为用于生产预交联有机聚硅氧烷的水性分散体的乳化剂(3),可以使用迄今为止已知的单独和作为不同乳化剂的混合物的所有阴离子、非离子、阳离子或两性乳化剂,迄今为止也可以使用它们产生水性分散体,更具体而言有机聚硅氧烷的水性乳液。

[0188] 阴离子乳化剂的实例如下:

[0189] 1. 烷基硫酸盐,特别是链长为8-18个碳原子的那些,疏水基团中具有8-18个碳原子和具有1-40个环氧乙烷(E0)和/或环氧丙烷(PO)单元的烷基和烷芳基醚硫酸盐。

[0190] 2. 磺酸盐,特别是具有碳原子数8-18的烷基磺酸盐,具有碳原子数8-18的烷基芳基磺酸盐,牛黄酸盐,磺基琥珀酸与具有碳原子数4-15的一元醇或烷基酚的酯和单酯;这些醇或烷基酚也可以可选地用1-40个E0单元进行乙氧基化。

[0191] 3. 在烷基、芳基、烷芳基或芳烷基中具有8-20个碳原子的羧酸的碱金属盐和铵盐。

[0192] 4. 磷酸的部分酯和所述酯的碱金属盐和铵盐,特别是有机基团中具有8-20个碳原子的烷基和烷芳基磷酸酯,烷基或烷芳基中具有8-20个碳原子和1-40个E0单元的烷基醚磷酸酯和烷芳基醚磷酸酯。

[0193] 非离子乳化剂的实例如下:

[0194] 5. 另外含有5%-50%,优选8%-20%的乙酸乙烯酯单元的具有聚合度为500-3000的聚乙烯醇。

[0195] 6. 烷基聚乙二醇醚,优选具有3-40个E0单元和8-20个碳原子的烷基的那些。

[0196] 7. 烷芳基聚乙二醇醚,优选在烷基和芳基中具有5-40个E0单元和8-20个碳原子的那些。

- [0197] 8. 环氧乙烷/环氧丙烷 (EO/PO) 嵌段共聚物, 优选具有8-40个EO和/或PO单元的那些。
- [0198] 9. 具有8-22个碳原子的烷基的烷基胺与环氧乙烷或环氧丙烷的加成物。
- [0199] 10. 具有6-24个碳原子的脂肪酸。
- [0200] 11. 通式 $R''-O-Z_0$ 的烷基多糖苷, 其中 $R''$ 是具有平均8-24个碳原子的直链或支链、饱和或不饱和烷基, 而 $Z_0$ 是平均具有 $o=1-10$ 个己糖或戊糖单元或其混合物的寡糖苷基团。
- [0201] 12. 天然物质及其衍生物, 如卵磷脂、羊毛脂、皂苷、纤维素; 纤维素烷基醚和羧烷基纤维素, 其烷基基团在每种情况下都具有至多4个碳原子。
- [0202] 13. 含有, 特别是含有元素O、N、C、S、P和/或Si的极性基团的直链有机(聚)硅氧烷, 更具体而言具有最多24个碳原子的烷氧基基团和/或最多40个EO和/或PO基团的那些硅氧烷。
- [0203] 阳离子乳化剂的实例如下:
- [0204] 14. 具有8-24个碳原子的伯、仲和叔脂肪胺与乙酸、硫酸、盐酸和磷酸的盐。
- [0205] 15. 季烷基铵和烷基苯铵盐, 更具体而言其烷基基团具有6-24个碳原子的那些, 更具体而言是其盐酸盐、硫酸盐、磷酸盐和乙酸盐。
- [0206] 16. 烷基吡啶鎓、烷基咪唑啉鎓和烷基噁唑啉鎓盐, 更特具体而言是其烷基链具有最多18个碳原子的那些, 尤其是盐酸盐、硫酸盐、磷酸盐和乙酸盐。
- [0207] 特别合适的两性乳化剂如下:
- [0208] 17. 具有长链取代的氨基酸, 如N-烷基-二(氨基乙基)甘氨酸或N-烷基-2-氨基丙酸盐。
- [0209] 18. 甜菜碱, 如具有 $C_8-C_{18}$ 酰基的N-(3-酰胺基丙基)-N,N-二甲基铵盐, 和烷基咪唑鎓甜菜碱, 或N,N-二甲基甘氨酸的季铵化烷基或取代烷基衍生物。
- [0210] 用于制备用于水性分散体的预交联有机聚硅氧烷的优选乳化剂是非离子乳化剂, 更具体而言是以上6.所列的烷基聚乙二醇醚。
- [0211] 组分(3)可以由上述乳化剂中之一或两种或更多种上述乳化剂的混合物组成; 它能够以纯形式或以一种或多种乳化剂在水或有机溶剂中的溶液形式使用。
- [0212] 在本发明的分散体的制备中, 乳化剂(3)的用量优选为0.1wt%-60wt%, 更优选0.5wt%-30wt%, 在每种情况下都基于氨基有机聚硅氧烷(1)和酯(2)的总重量。
- [0213] 如果该氨基有机聚硅氧烷(1)或酯(2), 或本身形成的预交联有机聚硅氧烷充当乳化剂, 则不需要添加单独的乳化剂(3)。
- [0214] 用于制备分散体的乳化工序优选在低于120°C的温度下, 更优选在5-100°C, 非常优选在10-80°C的温度下进行。温度的升高优选通过引入乳化操作所需的机械剪切能而实现。不需要升高温度加速化学操作。此外, 分散体优选在周围气氛的压力下制备, 但也可以在更高或更低的压力下进行。
- [0215] 氨基有机聚硅氧烷(1)与酯(2)在分散体的制备中的反应优选进行几分钟至几天。
- [0216] 在分散体生产中作为缩合副产物获得的醇可以保留于产物中或通过例如真空蒸馏、膜技术或通过萃取而除去。
- [0217] 在本发明的分散体中通过光散射测量的平均粒径优选处于0.001-50 $\mu\text{m}$ 范围内, 更优选0.005-20 $\mu\text{m}$ 范围内, 非常优选0.01-10 $\mu\text{m}$ 范围内。

[0218] pH值可以在1-14,优选3-9,更优选4-8内变化。

[0219] 本发明的主题是包含根据本发明的预交联有机聚硅氧烷的水性分散体,优选水性乳液的化妆品组合物。

[0220] 本发明的化妆品组合物,优选以0.2wt%-65wt%,更优选0.5wt%-50wt%的量包含预交联有机聚硅氧烷的水性分散体,在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0221] 本发明的化妆品组合物优选包含水作为化妆品的可接受介质。

[0222] 本发明的化妆品组合物优选包含护发素。术语护发素(conditioning agents)的使用类似于K.Krummel,Stephane Chiron,J.Jachowicz,Chapter14,in:“The Chemistry and Manufacture of Cosmetics”,volume II,Formulating,Third Edition by Mitchell L.Schlossmann,2000,pp.359-396,是指修饰毛发表面并影响毛发状况的化妆品组分。使用包含护发素的化妆品组合物以改进或改善毛发的柔软度,更容易解缠,降低干湿梳理力,护理毛发,防止静电带电,更容易通过毛发和顺着毛发表面的滑动效果,改善毛发光泽,保持毛发的色牢度,减少毛发断裂,保持毛发表状,以及与自然和健康毛发相关的进一步美容特性。

[0223] 本发明的化妆品组合物改善了上述一种或多种效果,尤其是可梳理性和硅酮在毛发上的沉积。

[0224] 该护发素及其INCI名称的实例描述于个人护理产品委员会(编撰)(Personal Care Product Council(ed.))的“国际化妆品成分词典和手册(International Cosmetic Ingredient Dictionary&Handbook)”中。也有可能参考使用基于万维网的“wINCI Web Based International Cosmetic Ingredient Dictionary&Handbook(<http://online.personalcarecouncil.org/jsp/Home.jsp>)”或International Cosmetic Ingredient Dictionary&Handbook,13th Edition,The Personal Care Products Council(formerly:The Cosmetic,Toiletry,and Fragrance Association(CTFA)),2010。

[0225] 所用的护发素优选选自以下的组中的那些

[0226] 阳离子聚合物,

[0227] 阳离子表面活性剂,

[0228] 非聚合季铵化合物,

[0229] 有机聚硅氧烷和不同于含有式(I)的结构单元的预交联有机聚硅氧烷的有机聚硅氧烷共聚物,

[0230] 脂肪酸酯和脂肪酸醇,

[0231] 天然或合成油和蜡,以及

[0232] 泛醇、脂质、蛋白质和水解蛋白质,

[0233] 以及这些的混合物。

[0234] 护发素的优选实例是阳离子聚合物。这些被理解为意指在侧链或末端带有阳离子基团或在侧链或末端带有能够通过电离转化为阳离子基团的基团的聚合物。

[0235] 优选使用具有季铵基团的阳离子聚合物。

[0236] 优选使用的阳离子聚合物的实例以Polyquaternium之名公开于International Cosmetic Ingredient Dictionary&Handbook中,每种聚合物由单独的数字缩写标识-例如,Polyquaternium-1。

[0237] 阳离子聚合物的进一步的实例是改性多糖的含季铵基团的衍生物,例如,具有INCI名称决明子(Cassia)羟丙基三甲基氯化铵的聚合物(hydroxypropyltrimonium chloride)、改性纤维素和/或淀粉的衍生物,例如,以INCI名称瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵(Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride)的丙二醇醚改性Cyamopsis Tetragonoloba(瓜尔豆)胶的季铵衍生物,或羟乙基纤维素与三甲基铵取代的环氧化物(如纤维素)反应产物的聚合季铵盐,2-羟基乙基2-(2-羟基-3-(三甲基铵)丙氧基)乙基2-羟基-3-(三甲基氨基)丙基醚氯化物,如纤维素,2-羟基乙基2-羟基-3-(三甲基铵)丙基醚氯化物,例如纤维素,2-羟基乙基-2,3-羟基-3(三甲基铵)丙基醚氯化物,2-[2-羟基-3-(三甲基铵)丙氧基]乙基醚氯化物,如纤维素,2-[2-羟基-3-(三甲基铵)丙氧基]乙基醚氯化物,INCI名称为Polyquaternium-10。

[0238] 阳离子聚合物的进一步的实例是含季铵基团的丙烯酸聚合物衍生物、丙烯酸共聚物衍生物、甲基丙烯酸衍生物和甲基丙烯酸共聚物衍生物,实例是INCI名称为Polyquaternium-37的聚合物。

[0239] 阳离子聚合物的进一步的实例是二甲基二烯丙基氯化铵和丙烯酸的含季铵基团的共聚物,实例是INCI名称为Polyquaternium-22的聚合物。

[0240] 阳离子聚合物的其他实例是乙烯基吡咯烷酮、乙烯基咪唑和乙烯基咪唑啉和甲基丙烯酸的衍生物的含季铵基团的共聚物,实例是INCI名称为Polyquaternium-86的聚合物。

[0241] 阳离子聚合物的其他例子是丙烯酰胺和二甲基二烯丙基氯化铵的含季铵基团聚合物,实例是INCI名称为Polyquaternium-7的聚合物。

[0242] 阳离子聚合物的进一步的实例是硫酸二乙酯与乙烯基吡咯烷酮和甲基丙烯酸二甲氨基乙酯的反应产物的含季铵基团共聚物,实例是INCI名称为Polyquaternium-11的聚合物。

[0243] 如果使用阳离子聚合物,则本发明的化妆品组合物包含的阳离子聚合物的量优选为0.01wt%-5wt%,更优选为0.05wt%-4wt%,特别优选为0.10wt%-3wt%,在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0244] 护发素(conditioning agent)的进一步优选的实例是阳离子表面活性剂。优选使用的阳离子表面活性剂的实例对应于小节14.-16.中在阳离子乳化剂的实例之下列出的材料。

[0245] 实例是十六烷基三甲基铵盐或二十二烷基三甲基铵盐。存在的阴离子抗衡离子可以是,例如,氯离子、溴离子、甲基硫酸根。优选使用的阳离子表面活性剂的INCI名称是,例如,十六烷基三甲基氯化铵(Cetrimonium Chloride)、甲基硫酸十六烷基三甲基铵(Cetrimonium Methosulfate)、二十二烷基三甲基氯化铵(Behentrimonium Chloride)、甲基硫酸二十二烷基三甲基铵(Behentrimonium Methosulfate)、溴化硬脂基三甲基铵(Steartrimonium Bromide)。

[0246] 如果使用阳离子表面活性剂,本发明的化妆品组合物包含的阳离子表面活性剂的量优选为0.1wt%-7wt%,更优选0.15wt%-6wt%,特别优选0.2wt%-5wt%,在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0247] 护发素的进一步的实例是非聚合季铵化合物。该术语是指以阳离子形式存在或能够通过电离转化为阳离子基团的非聚合铵化合物。

[0248] 优选使用的非聚合季铵化合物的实例是具有INCI名称二硬脂基二甲基氯化铵 (Distearyldimonium Chloride) 的二甲基二(十八烷基)氯化铵、具有INCI名称硬脂酰胺基丙基二甲胺 (Stearamidopropyl Dimethylamine) 的N-[3-(二甲基氨基)丙基]十八烷酰胺, 或具有INCI名称二椰油酰乙基羟乙基铵甲硫酸盐 (Dicocoylethyl Hydroxyethylmonium Methosulfate) 或聚季铵盐 (Quaternium) -87的化合物。

[0249] 护发素的进一步优选的实例是不同于存在于水性分散体中的具有式(I)结构单元的预交联有机聚硅氧烷的有机聚硅氧烷和有机聚硅氧烷共聚物。该有机聚硅氧烷可以以油、蜡、树胶或树脂的形式或以乳液的形式存在。

[0250] 此类不同于具有式(I)的结构单元的预交联有机聚硅氧烷的有机聚硅氧烷的实例如下:

[0251] 下式的环状有机聚硅氧烷

[0252]  $[R^*_2SiO]_x$

[0253] 其中x是4-8的整数,

[0254] 以下通式的直链有机聚硅氧烷

[0255]  $R^*_3SiO[R^*_2SiO]_ySiR^*_3$ 或

[0256]  $HOSiR^*_2O[R^*_2SiO]_ySiR^*_2OH$ ,

[0257] 其中y是0或1-2000的整数,

[0258] 和以下通式的树脂状有机聚硅氧烷

[0259]  $R^*_tSiO_{(4-t)/2}$

[0260] 其中R\*在每种情况下具有如上对其指示的R、R<sup>1</sup>或A的定义, 优选R和R<sup>1</sup>的定义, 并且

[0261] t是0、1、2或3,

[0262] 并且因此该有机聚硅氧烷树脂由M、D、T和/或Q单元构成, 优选主要或仅D和T单元的组合以及主要或仅M和Q单元的组合; 在主要或仅由D和T单元构成的树脂的情况下, T单元优选以0.45-1, 更优选0.55-1.0的T/[M+D+T+Q]摩尔比存在, 并且在两种情况下, M和Q单元的数量优选为零, 并且在主要或仅由M和Q单元构成的有机聚硅氧烷树脂的情况下, Q单元优选以0.25-0.9, 更优选0.35-0.7的Q/[M+D+T+Q]摩尔比存在, 并且在两种情况下D和T单元的数量优选为零。

[0263] 以油形式存在的有机聚硅氧烷的实例是粘度为0.65-2 000 000mPas (25℃) 和INCI名称二硅氧烷 (Disiloxane) 和二甲基硅氧烷 (Dimethicone) 的聚二甲基硅氧烷。

[0264] 以油或蜡形式存在的有机聚硅氧烷的进一步的实例是官能化的有机聚硅氧烷, 实例是其中至少一个烷基不同于甲基的聚烷基硅氧烷, 实例是INCI名称为硬脂基二甲基硅氧烷 (Stearyl Dimethicone)、十六烷基二甲基硅氧烷 (Cetyl Dimethicone) 或C26-28烷基二甲基硅氧烷 (C26-28 Alkyl Dimethicone) 的有机聚硅氧烷, 或, 例如, 聚芳基硅氧烷和聚芳烷基硅氧烷, 实例是INCI名称为苯基三甲基硅氧烷 (Phenyl Trimethicone)、三甲基硅氧基苯基二甲基硅氧烷 (Trimethylsiloxyphenyl Dimethicone) 或二甲基苯基二甲基硅氧烷 (Dimethylphenyl Dimethicone) 的有机聚硅氧烷, 或, 例如, 具有有机官能团如氨基丙基、氨基丙基-氨基乙基、氨基丙基-氨基异丁基的有机聚硅氧烷, 实例是具有INCI名称氨基二甲基硅氧烷 (Amodimethicone) 的有机聚硅氧烷, 或, 例如, 具有聚乙二醇或聚亚烷基二醇基团的有机聚硅氧烷, 实例是具有INCI名称PEG 12二甲基硅氧烷 (PEG 12Dimethicone)、PEG/

PPG-25、25-二甲基硅氧烷 (25-Dimethicone) 或十六烷基PEG/PPG-15/15丁基醚二甲基硅氧烷 (Cetyl PEG/PPG-15/15Butyl Ether Dimethicone) 的有机聚硅氧烷。

[0265] 有机聚硅氧烷的其他实例是具有INCI名称三甲基甲硅烷氧基硅酸盐 (Trimethylsiloxysilicate) 或聚甲基-倍半硅氧烷 (Polymethyl-silsesquioxane) 的硅酮树脂。

[0266] 如果使用此类有机聚硅氧烷或有机聚硅氧烷共聚物,则本发明的化妆品组合物包含不同于具有式(I)结构单元的预交联有机聚硅氧烷的有机聚硅氧烷和有机聚硅氧烷共聚物,其存在于水性分散体中的量优选为0.1wt%-40wt%,更优选0.2wt%-30wt%,特别优选0.3wt%-20wt%,在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0267] 护发素的进一步优选的实例是脂肪酸酯和脂肪酸醇。

[0268] 脂肪酸醇的实例是具有C8-C28碳链的醇,如具有INCI名称硬脂醇 (Stearyl Alcohol) 的脂肪醇1-十八醇、具有INCI名称十六醇 (Cetyl Alcohol) 的1-十六醇,或具有INCI名称鲸蜡硬脂醇 (Cetearyl Alcohol)、肉豆蔻醇 (Myristyl Alcohol)、辛酸醇 (Caprylic Alcohol)、月桂醇 (Lauryl Alcohol)、癸醇 (Decyl Alcohol) 和油醇 (Oleyl Alcohol) 的脂肪醇。除了调理特性,脂肪酸醇还在化妆品组合物中实现结构化、增稠效果。

[0269] 脂肪酸酯的进一步的实例是INCI名称为棕榈酸 (Palmitic Acid)、油酸 (Oleic Acid)、亚麻酸 (Linolic Acid)、亚油酸 (Linoleic Acid)、辛酸 (Caprylic Acid)、肉豆蔻酸 (Myristic Acid)、硬脂酸 (Stearic Acid) 的脂肪酸的酯,实例是INCI名称为棕榈酸异丙酯 (Isopropyl Palmitate)、棕榈酸乙基己酯 (Ethylhexyl Palmitate)、肉豆蔻酸异丙酯 (Isopropyl Myristate)、硬脂酸异丙酯 (Isopropyl Stearate) 的脂肪酸酯。

[0270] 如果使用脂肪酸酯和脂肪酸醇,则本发明的化妆品组合物优选以0.1wt%-15wt%,更优选0.3wt%-12wt%,特别优选0.5wt%-10wt%的量包含脂肪酸酯和脂肪酸醇,在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0271] 护发素的进一步优选的实例是天然或合成油和蜡。

[0272] 优选的油和蜡的实例是具有直链或支链的、饱和或不饱和的C4-C60碳链的烃,如INCI名称为异十二烷 (Isododecane)、水合聚异丁烯 (hydrated Polyisobutylene)、水合聚癸烯 (hydrated Polydecene)、石蜡 (Paraffin) 和异石蜡 (Isoparaffin) 的油和蜡。

[0273] 优选的油和蜡的进一步的实例是巴西棕榈蜡 (carnauba wax)、蜂蜡、羊毛蜡、微晶蜡、荷荷巴油、米油、金盏花油、葵花油、大豆油、椰子油、橄榄油和杏仁油。

[0274] 如果使用天然或合成油和蜡,则本发明的化妆品组合物包含油和蜡的量优选为0.1wt%-10wt%,更优选0.2wt%-7wt%,特别优选0.3wt%-5wt%,每种情况都基于该化妆品组合物的总重量。

[0275] 护发素的进一步优选的实例是泛醇、脂质,如神经酰胺、蛋白质和水解蛋白质,如水解胶原、水解小麦蛋白质和水解丝。

[0276] 该化妆品组合物可选地包含进一步的化妆品常用添加剂如,例如,表面活性剂、增稠剂、胶凝剂、成膜剂、保湿剂、UV过滤剂、珠光颜料、维生素、抗氧化剂、咖啡因、活性去头屑成分或防腐剂。

[0277] 在个人护理产品委员会 (Personal Care Product Council) 的“国际化妆品成分词典和手册 (International Cosmetic Ingredient Dictionary&Handbook)”中描述了美

容学中常用的进一步的添加剂的实例及其INCI名称。

[0278] 该化妆品组合物可选地包含进一步的化妆品常用添加剂如表面活性剂。

[0279] 美容学中常用表面活性剂的实例也描述于K.Schrader, A.Domsch, *Cosmetology-Theory and Practice*, volume II, pages II-8 to II-22, Verlag für chemische Industrie, 2005中以及以“乳化剂的实例 (examples of emulsifiers)”之下的第1.-18.小节。

[0280] 优选使用的阴离子表面活性剂的实例对应于以“阴离子乳化剂的实例 (examples of anionic emulsifiers)”之下的第1.-3.小节中列出的材料。

[0281] 优选使用的阴离子表面活性剂的INCI名称是, 例如, 月桂基硫酸钠 (Sodium Lauryl Sulfate)、月桂基醚硫酸铵 (Ammonium Laureth Sulfate) 月桂基醚硫酸钠 (Sodium Laureth Sulfate)、2-磺基月桂酸二钠 (Disodium 2-Sulfolaurate)、月桂基磺基琥珀酸二钠 (Disodium Lauryl Sulfosuccinate) 或月桂基醚-磺基琥珀酸二钠 (Disodium Laureth-Sulfosuccinate)。

[0282] 如果使用阴离子表面活性剂, 本发明的化妆品组合物包含的阴离子表面活性剂的量优选为1wt%-30wt%, 更优选5wt%-25wt%, 特别优选7wt%-20wt%, 在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0283] 优选使用的非离子表面活性剂的实例对应于以“非离子乳化剂的实例 (examples of nonionic emulsifiers)”之下的第5.-13.小节中列出的材料。

[0284] 优选使用的非离子表面活性剂的INCI名称是, 例如, 椰油基葡萄糖苷 (Coco Glucoside)、月桂基葡萄糖苷 (Lauryl glucoside)、癸基葡萄糖苷 (Decyl Glucoside)、PEG-40氢化蓖麻油 (PEG-40 Hydrogenated Castor Oil)、聚山梨醇酯80或PEG-7椰油酸甘油酯 (PEG-7 Glyceryl Cocoate)。

[0285] 如果使用非离子表面活性剂, 本发明的化妆品组合物包含的非离子表面活性剂的量优选为1wt%-15wt%, 更优选2wt%-12wt%, 特别优选3wt%-10wt%, 在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0286] 优选使用的两性表面活性剂的实例对应于以“非离子乳化剂的实例”之下的第17.-18.小节中列出的材料。进一步优选的实例是来自烷基酰胺基甜菜碱、烷基两性乙酸酯和烷基两性丙酸酯类的化合物。优选使用的非离子表面活性剂的INCI名称是, 例如, 椰油酰胺丙基甜菜碱、鲸蜡基甜菜碱 (Cetyl Betaine)、椰油酰胺MEA (Cocamide MEA)、椰油酰胺DEA (Cocamide DEA)、椰油酰胺MIPA (Cocamide MIPA)、椰油酰两性乙酸钠 (Sodium Cocoamphoacetate) 和椰油酰两性丙酸钠 (Sodium Cocoamphopropionate)。

[0287] 如果使用两性表面活性剂, 则本发明的化妆品组合物包含的两性表面活性剂的量优选为1wt%-15wt%, 更优选2wt%-12wt%, 特别优选3wt%-10wt%, 在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0288] 该化妆品组合物可选地包含进一步的化妆品常用添加剂, 如增稠剂。

[0289] 优选使用的增稠剂的实例是改性多糖, 如淀粉、纤维素、阿拉伯树胶和瓜尔胶, 实例是INCI名称为纤维素胶 (Cellulose Gum)、瓜尔胶 (Guar Gum)、黄原胶 (Xanthan Gum) 或木薯胶 (Cassia Gum) 的聚合物。

[0290] 增稠剂的进一步的实例是疏水改性的非离子纤维素衍生物, 一个实例是INCI名称

为羟乙基纤维素的纤维素衍生物。

[0291] 增稠剂的进一步的实例是交联的丙烯酸和甲基丙烯酸聚合物以及交联的丙烯酸和甲基丙烯酸聚合物的衍生物,实例是INCI名称为卡波姆的聚合物。

[0292] 增稠剂的进一步的实例是与表面活性剂组合实现增稠效果的试剂。实例是脂肪酸的单甘油酯、乙氧基化脂肪酸的单/二甘油酯和乙氧基化脂肪醇。优选使用的与表面活性剂组合实现增稠效果的增稠剂的INCI名称是PEG-120甲基葡萄糖二油酸酯(PEG-120Methyl Glucose Dioleate)、PEG-150二硬脂酸酯(PEG-150Distearate)、肉豆蔻二醇(Myristyl Glycol)、PEG-200甘油基棕榈酸酯(PEG-200Glyceryl Palmitate)、月桂醇聚醚-4(Laureth-4)或PEG-200甘油基棕榈酸酯(PEG-200Glyceryl Palmitate)。

[0293] 增稠剂的进一步的实例是盐,实例是INCI名称为氯化钠(Sodium Chloride)的盐。

[0294] 如果使用增稠剂,则本发明的化妆品组合物包含的增稠剂的量优选为0.1wt%-10wt%,在每种情况下均基于该化妆品组合物的总重量。

[0295] 该化妆品组合物可选地包含进一步的化妆品常用添加剂,如成膜剂。

[0296] 成膜剂的优选实例是聚合物。

[0297] 优选使用的成膜聚合物的实例描述于个人护理产品委员会(Personal Care Product Council)的“国际化妆品成分词典和手册(International Cosmetic Ingredient Dictionary&Handbook)”中。

[0298] 优选的成膜聚合物的实例是丙烯酸聚合物衍生物、丙烯酸共聚物衍生物、甲基丙烯酸衍生物和甲基丙烯酸共聚物衍生物。优选的阴离子聚合物的实例是乙酸乙烯酯和一种或多种丙烯酸单体、甲基丙烯酸单体及其酯的共聚物,实例是INCI名称为丙烯酸酯/VA共聚物(Acrylates/VA Copolymer)的聚合物。

[0299] 优选的成膜聚合物的进一步的实例是乙烯基吡咯烷酮和一种或多种丙烯酸单体、甲基丙烯酸单体及其酯的共聚物,实例是INCI名称为丙烯酸酯/VP共聚物(Acrylates/VP Copolymer)的聚合物。

[0300] 优选的成膜聚合物的进一步的实例是叔丁基丙烯酰胺和一种或多种丙烯酸单体、甲基丙烯酸单体及其酯的共聚物,实例是INCI名称为丙烯酸酯/叔丁基丙烯酰胺共聚物(Acrylates/t-Butylacrylamide Copolymer)的聚合物。

[0301] 优选的成膜聚合物的进一步的实例是乙酸乙烯酯、巴豆酸和新癸酸乙烯酯单体的共聚物,实例是INCI名称为VA/巴豆酸酯/新癸酸乙烯酯(VA/Crotonates/Vinyl Neodecanoate Copolymer)的聚合物。

[0302] 优选的成膜聚合物的进一步的实例是乙酸乙烯酯、巴豆酸和新癸酸乙烯酯单体和乙烯基硅酮的共聚物,实例是INCI名称为巴豆酸/乙烯基C8-C12异烷基酯/VA/二乙烯基二甲基硅氧烷共聚物Copolymer(Crotonic Acid/Vinyl C8-C12 Isoalkyl Esters/VA/Bis-Vinyldimethicone Copolymer)的聚合物。

[0303] 如果使用成膜聚合物,则本发明的化妆品组合物包含的成膜聚合物的量优选为0.1wt%-15wt%,更优选0.2wt%-10wt%,特别优选0.3wt%-7wt%,在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0304] 该化妆品组合物可选地包含进一步的化妆品常用添加剂,如保湿剂。

[0305] 优选使用的保湿剂的实例是甘油、山梨糖醇、木糖醇、聚乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-

丙二醇或聚丙二醇。

[0306] 如果使用保湿剂,则本发明的化妆品组合物包含的保湿剂的量优选为0.1wt%-10wt%,更优选0.2wt%-8wt%,特别优选0.3wt%-6wt%,在每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0307] 该化妆品组合物可选地包含进一步的化妆品常用添加剂,如珠光剂。

[0308] 优选使用的珠光剂的实例是珠光颜料或乙二醇二硬脂酸酯。

[0309] 如果使用赋予珠光的试剂,则本发明的化妆品组合物包含的赋予珠光的试剂的量优选为0.1wt%-7wt%,更优选0.2wt%-6wt%,特别优选0.3wt%-5wt%,每种情况下都基于该化妆品组合物的总重量。

[0310] 该化妆品组合物优选通过在化妆品可接受的介质,优选水中将至少一种根据本发明的预交联有机聚硅氧烷的水性分散体与可选的至少一种护发素和可选的进一步的化妆品常用添加剂进行混合而制备。

[0311] 各成分可以在热/热、热/冷或冷/冷工艺过程中彼此混合。

[0312] 在本发明的化妆品组合物的生产中,根据本发明的预交联有机聚硅氧烷的分散体优选在至多50°C的温度下,更优选在至多40°C的温度下,非常优选在至多35°C的温度下添加。它们优选在至少5°C的温度下,更优选在至少10°C的温度下添加。

[0313] 本发明的化妆品组合物可以以乳液、悬浮液、溶液、霜剂、洗剂、摩丝、棒、皂条、糊剂或凝胶的形式存在。

[0314] 本发明乳液形式的化妆品组合物可以以W/O乳液(油包水乳液)、O/W乳液(水包油乳液)或作为多重乳液的形式存在。

[0315] 如果目的是生产包含根据本发明的预交联有机聚硅氧烷的水性分散体的具有半透明或透明外观乳液形式的化妆品组合物,则优选使用根据本发明具有粒径<700nm,更优选<400nm,尤其优选<300nm的预交联有机聚硅氧烷水性分散体。

[0316] 本发明的一个进一步的主题是本发明的化妆品组合物用于处理角蛋白纤维如毛发的用途。该化妆品组合物优选用于清洁和护理角蛋白纤维,如毛发。

[0317] 用于清洁和护理毛发的产品的实例是洗发水、洗发剂(清洗型护发素)、护发素、发膜、护发精油(hair sera)、摩丝、定型喷雾、发乳、发胶、发油、发尾流体和染发剂。

[0318] 本发明的另一个主题是本发明的化妆品组合物用于调理角蛋白纤维如毛发的用途,其目的更具体而言是促进可梳理性。

[0319] 本发明的另一个主题是通过将本发明的化妆品组合物施加于角蛋白纤维,优选毛发,然后可选地用水冲洗而处理角蛋白纤维,优选毛发的方法。

## 具体实施方式

[0320] 在以下描述的实施例中,份数和百分比的所有数据,除非另有说明,均基于重量。此外,所有粘度数据均基于25°C的温度。除非另有说明,以下实施例在周围大气压力,换言之约1020hPa下进行,并在室温,换言之,约20°C下,或在反应物在室温下混合时所处温度下进行,而无需额外加热或冷却。

[0321] 氨基硅油乳液E1-E7的制备:

[0322] 氨基硅油乳液E1的制备:

[0323] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将4.9g以商品名Lutensol T0 10(来自BASF)商购获得的80%十乙氧基异十三烷基醚(isotridecyl decaethoxylate)水溶液和1.4g完全除矿物质水预先混合。将34.8g由3-(2-氨基乙基氨基)丙基-甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.13和粘度4000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的羟基/甲氧基封端共聚物分三份以4000rpm的剪切加入,而形成相对坚硬相(relatively firm, stiff phase),作为预备乳液。该乳液用57.8g完全除矿物质水分批稀释,微微剪切,形成所需的乳液,并加入0.20g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧基乙醇。

[0324] 该产品为光滑的白色低粘度硅油乳液,具有固含量40%,pH值为5。粒径分布呈单峰,D50为110nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0325] 氨基硅油乳液E2的制备:

[0326] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将5.5g以商品名Lutensol T0 10(来自BASF)商购获得的80%十乙氧基异十三烷基醚水溶液和5.5g完全除矿物质水预先混合。将34.8g由3-(2-氨基乙基氨基)丙基-甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.25和粘度4000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的羟基/甲氧基封端共聚物以4000rpm的剪切分三份加入,而形成相对坚硬相,作为预备乳液。该乳液用53.0g完全除矿物质水进行分批稀释,微微剪切,形成所需的乳液,并加入0.25g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧基乙醇。

[0327] 该产品是一种低粘度光滑白色硅油乳液,具有固含量40%,pH值为6.5。粒径分布呈双峰,D50为110nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0328] 氨基硅油乳液E3的制备:

[0329] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将1.5g以商品名Lutensol T0 5(来自BASF)商购获得的五乙氧基异十三烷基醚(isotridecyl pentaethoxylate)、3.0g以商品名Lutensol T0 8商购获得的八乙氧基异十三烷基醚(isotridecyl octaethoxylate)和5.0g完全除矿物质水的混合物预先混合。将26.1g由3-(2-氨基乙基氨基)丙基-甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.6和粘度1000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的三甲基甲硅烷基封端共聚物以4000rpm的剪切分三份加入,而形成相对坚硬相,作为预备乳液。该乳液用62.7g完全除矿物质水进行分批稀释,微微剪切,形成所需的乳液,并加入0.75g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧基乙醇。

[0330] 该产品是一种低粘度光滑的部分透明的蓝色硅油乳液,具有固含量为31.5%,pH值为6.5。

[0331] 粒径分布呈单峰,D50为56nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0332] 氨基硅油乳液E4的制备:

[0333] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将5.5g以商品名Lutensol T0 10(来自BASF)商购获得的80%十乙氧基异十三烷基醚水溶液和5.5g完全除矿物质水预先混合。将12.6g由3-(2-氨基乙基氨基)丙基-甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.13和粘度4000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的羟基/甲氧基封端共聚物和22.2g具有粘度60 000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷的混合物以4000rpm的剪切分三份加入,而形成相对坚硬相,作为预备乳液。该乳液用53.0g完全除矿物质水进行分批稀释,微微剪切,形成所需的乳液,并加入0.08g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧

基乙醇。

[0334] 该产品是一种低粘度的光滑白色硅油乳液,具有固含量为40%,pH值为5。粒径分布呈双峰,D50为219nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0335] 氨基硅油乳液E5的制备:

[0336] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将5.5g以商品名Lutensol T0 10(来自BASF)商购获得的80%十乙氧基异十三烷基醚水溶液和5.5g完全除矿物质水预先混合。将10.2g由3-(2-氨基乙基氨基)丙基-甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.6和粘度2100mm<sup>2</sup>/s(25℃)的三甲基甲硅烷基封端共聚物和24.6g具有粘度60 000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷的混合物以6000rpm的剪切分三份加入,而形成相对坚硬相,作为预备乳液。该乳液用53.0g完全除矿物质水进行分批稀释,微微剪切,形成所需的乳液,并加入0.30g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧基乙醇。

[0337] 该产品为光滑的白色低粘度硅油乳液,具有固含量为40%,pH值为5。粒径分布呈单峰,D50为186nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0338] 氨基硅油乳液E6的制备:

[0339] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将5.5g以商品名Lutensol T0 10(来自BASF)商购获得的80%十乙氧基异十三烷基醚水溶液和5.5g完全除矿物质水预先混合。将17.1g由3-(2-氨基乙基氨基)丙基-甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.6和粘度2100mm<sup>2</sup>/s(25℃)的三甲基甲硅烷基封端共聚物和17.7g具有粘度60 000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷的混合物以6000rpm的剪切分三份加入,而形成相对坚硬相,作为预备乳液。该乳液用52.8g完全除矿物质水进行分批稀释,微微剪切,形成所需的乳液,并加入0.49g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧基乙醇。

[0340] 该产品是一种中等粘度的光滑白色硅油乳液,具有固含量为40%,pH值为5。粒径分布呈多峰,D50为171nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0341] 氨基硅油乳液E7的制备:

[0342] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将5.5g以商品名Lutensol T0 10(来自BASF)商购获得的80%十乙氧基异十三烷基醚水溶液和5.5g完全除矿物质水预先混合。将17.4g由羟基/甲氧基封端的3-(2-氨基乙基氨基)丙基-甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.13和粘度4000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的共聚物和17.4g具有胺值0.04和粘度13 100mPas(25℃)的(3-氨基丙基)二甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷的混合物以6000rpm的剪切分三份加入,而形成相对坚硬相,作为预备乳液。该乳液用53.2g完全除矿物质水进行分批稀释,微微剪切,形成所需的乳液,并加入0.23g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧基乙醇。

[0343] 该产品为光滑的白色低粘度硅油乳液,具有固含量为40%,pH值为5。粒径分布呈双峰,D50为115nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0344] 实施例1-6:

[0345] 下面的实施例1-6代表了用于合成根据本发明的预交联有机聚硅氧烷的水性分散体的生产方法,其用于生产本发明的化妆品组合物。

[0346] 实施例1:乳液B1

[0347] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将98.9g氨基硅油乳液E1在一分钟内与1.1g L-酒石酸二乙酯一起均质化。

[0348] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液B1,具有固体含量为41%,pH值为5。粒径分布呈单峰,D50为110nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0349] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明凝胶状薄膜,该薄膜具有粘性表面并且对玻璃和铝具有弱粘附作用。

[0350] 实施例2:乳液B2

[0351] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将98.9g氨基硅油乳液E2在一分钟内与1.1g L-酒石酸二乙酯一起均质化。

[0352] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液B2,具有41%的固含量和6.5的pH值。粒径分布呈双峰,D50为110nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0353] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的弹性薄膜,该薄膜具有非粘性表面并能很好地粘附于玻璃和铝上。

[0354] 实施例3:乳液B3

[0355] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将98.9g氨基硅油乳液E3与1.1g L-酒石酸二乙酯均质化一分钟的一段时间。

[0356] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液B3,具有41%的固含量和6.5的pH。粒径分布呈双峰,D50为110nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0357] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的弹性薄膜,该薄膜具有非粘性表面并能很好地粘附玻璃和铝。

[0358] 实施例4:乳液B4

[0359] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将98.9g氨基硅油乳液E4与1.1g L-酒石酸二乙酯一起均质化一分钟的一段时间。

[0360] 这会获得低粘度的光滑半透明乳液B4,具有33%的固含量和6.5的pH。粒径分布呈单峰,D50为56nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0361] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的弹性薄膜,该薄膜具有非粘性表面并能很好地粘附玻璃和铝。

[0362] 实施例5:乳液B5

[0363] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将98.9g乳液E5与1.1g L-酒石酸二乙酯一起均质化一分钟的一段时间。

[0364] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液B5,具有固体含量为41%,pH值为5。粒径分布呈单峰,D50为186nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0365] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的凝胶状薄膜,该薄膜具有粘性表面并对玻璃和铝粘附较弱。

[0366] 实施例6:乳液B6

[0367] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将98.9g乳液E6与1.1g L-酒石酸二乙酯一起均质化1分钟的一段时间。

[0368] 这会获得中等粘度的光滑白色硅油乳液B6,具有41%的固含量和5的pH。粒径分布

呈多峰,D50为171nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0369] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的凝胶状薄膜,该薄膜具有粘性表面并且对玻璃和铝粘附较弱。

[0370] 实施例7:乳液B7

[0371] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将98.9g乳液E7与1.1g L-酒石酸二乙酯一起均质化1分钟的一段时间。

[0372] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液B7,具有固含量为41%,pH值为5。粒径分布呈双峰,D50为115nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0373] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的凝胶状薄膜,该薄膜具有粘性表面并且对玻璃和铝粘附较弱。

[0374] 实施例8:

[0375] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将4.9g以商品名Lutensol T0 10(来自BASF)商购获得的80%十乙氧基异十三烷基醚水溶液和2.4g完全除矿物质水预先混合。将34.4g由3-(2-氨基乙基-氨基)丙基甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.13和粘度4000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的羟基/甲氧基封端共聚物分三份以4000rpm剪切加入,以提供相对坚硬相。用4.9g完全除矿物质水进一步预稀释该硬相。此时进一步以4000rpm掺入1.1g L-酒石酸二乙酯。

[0376] 用51.2g完全除矿物质水分批进行稀释,轻轻剪切,而形成所需乳液,并加入0.20g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧基乙醇。

[0377] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液B8,具有40%的固体含量和5的pH。粒径分布呈单峰,D50为105nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0378] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的凝胶状薄膜,该薄膜具有粘性表面并且对玻璃和铝粘附较弱。

[0379] 实施例9:

[0380] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以4000rpm,将5.5g以商品名Lutensol T0 10(来自BASF)商购获得的80%十乙氧基异十三烷基醚水溶液和5.5g完全除矿物质水预先混合。将33.76g由3-(2-氨基-乙基-氨基)丙基甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.13和粘度4000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的共聚物和1.04g L-酒石酸二乙酯的混合物分三份以4000rpm的剪切加入,而得到相对坚硬相,作为预备乳液。用53.1g完全除矿物质水分批进行稀释,轻轻剪切,形成所需乳液,并加入0.20g 80%乙酸和0.9g 2-苯氧基乙醇。

[0381] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液B9,具有40%的固含量和5的pH。粒径分布呈双峰,D50为134nm。在50℃下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0382] 在25℃下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的凝胶状薄膜,该薄膜具有粘性表面并且对玻璃和铝粘附较弱。

[0383] 实施例10:

[0384] 将97.0g由3-(2-氨基乙基氨基)丙基甲基甲硅烷氧基和二甲基甲硅烷氧基单元组成的具有胺值0.13和粘度4000mm<sup>2</sup>/s(25℃)的羟基/甲氧基封端共聚物和3.0g L-酒石酸二乙酯的混合物用桨式搅拌器在来自IKA的搅拌装置上彻底均质化。此后立即浇铸成膜,如下

所述。这会获得透明的弹性体膜。

[0385] 比较实验V1和V2:

[0386] 下面的比较实验V-1和V-2代表合成非本发明的水性乳液的生产工艺方法。

[0387] 比较实验V1(与非本发明的琥珀酸二乙酯交联):

[0388] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将99.91g氨基硅油乳液E1与0.9g琥珀酸二乙酯一起均质化一分钟的一段时间。

[0389] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液V1,具有40%的固含量和5的pH。粒径分布呈单峰,D50为110nm。在50°C下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0390] 在25°C下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的糊状层,其对玻璃和铝粘附较弱。

[0391] 比较实验V2(根据US 5,039,738 A与非本发明的草酸二乙酯交联):

[0392] 使用Ultra-Turrax T 50乳化机(来自Janke&Kunkel/IKA),以5000rpm,将99.91g氨基硅油乳液E1与0.9g草酸二乙酯一起均质化一分钟的一段时间。

[0393] 这会获得低粘度的光滑白色硅油乳液V2,具有40%的固含量和5的pH。粒径分布呈单峰,D50为110nm。在50°C下储存4周后,乳液仍然均匀且稳定。

[0394] 在25°C下干燥24小时后,乳液的蒸发会产生白色不透明的糊状层,其对玻璃和铝粘附较弱。

[0395] 除水后弹性体膜的流变性:

[0396] 流变学测量用膜的制备:

[0397] 将具有内径为40mm的特氟隆环放置于直径65mm的圆形玻璃板上,而形成浇铸模。在该环中,称取2.5g待测乳液,置于无气泡的玻璃板上。然后将浇铸乳液在25°C和101.425kPa下干燥。这应该确保装有用于干燥的浇铸乳液的铸模位于平整的平面上,以形成厚度均匀的薄膜。在这种情况下,干燥后,获得约0.5mm厚的薄膜。

[0398] 在25°C下静置1周后,对所得薄膜进行流变学分析。使用来自Anton Paar的MCR 302流变仪,采用PP12.5板/板测量系统和0.5mm的间隙高度,进行测量。该仪器使用来自Physikalisch-Technische Bundesanstalt的标准油10 000进行校准。测量温度为25.00°C +/-0.05°C。

[0399] 表1中列出的储能模量 $G'$ 、损耗模量 $G''$ 和损耗因子 $\tan\delta$ 的值能够通过应用正弦变形而测量剪切应力 $\tau$ 和相移角 $\delta$ 进行计算。表1中列出的测量值是以1Hz频率和0.1%变形下进行测量。在变形下,被测样品处于线性粘弹性测量范围内。适用以下关系: $\tan\delta = G''/G'$ 。如果 $\tan\delta < 1$ ,则样品的弹性特性占优势;如果 $\tan\delta > 1$ ,则样品的粘性特性占优势。

[0400] 本发明实施例B1-B10、比较实验V-1和V-2以及未交联氨基硅油乳液E1-E7的弹性体膜的流变学测量结果整理于表1中。

[0401] 表1:弹性体薄膜的流变数据

实施例/比较实施例	储能模量 G' [Pa]	损耗模量 G'' [Pa]	tan $\delta$
B1	20 600	5930	0.29
B2	10 600	2630	0.25
B3	37 900	7890	0.21
B4	2060	1290	0.63
B5	15 600	1880	0.12
B6	29 100	5080	0.18
B7	9020	4010	0.45
B8	13 200	4190	0.32
B9	13 200	4190	0.32
B10	53 200	16 300	0.31
V-1	231	725	3.13
V-2	11 900	7860	0.66
E1	53	319	6.05
E2	405	723	1.78
E3	18.1	248	13.6
E4	12	211	18.1
E5	1.3	19.6	15.3
E6	100	451	4.5
E7	143	765	5.4

[0404] 表1表明,本发明具有L-酒石酸二乙酯作为交联剂组分的乳液B1-B9在除水后形成弹性膜,因为 $\tan\delta < 1$ 。在实施例10中也形成弹性膜。

[0405] 非本发明的乳液V2(含有草酸二乙酯作为交联剂)同样在除水后形成弹性膜。

[0406] 相反,含琥珀酸二乙酯而不是L-酒石酸二乙酯的非本发明乳液V1不形成膜。这表现为3.13的损耗因子。

[0407] 蒸发的纯氨基硅油乳液E1-E7在除水时同样没有表现出成膜,因为在所有情况下 $\tan\delta$ 都大于1。这表明为了实现成膜必须添加交联剂。

[0408] 这些结果令人惊讶地表明,由于添加了根据本发明的羟基官能化交联剂L-酒石酸二乙酯,而不是通过添加非本发明的未官能化二酯,如琥珀酸二乙酯,而发生了成膜。

[0409] 评价化妆品组合物效果的测试方法:

[0410] 天然毛发

[0411] 该化妆品组合物的应用行为及其在梳理力和柔软度方面的效果在白种人毛发上进行评价,获自Kerling International Haarfabrik GmbH。在使用之前,对未损坏的天然毛发束进行清洁,并且在适当的情况下,在进一步的工艺步骤中,通过漂白而损坏。

[0412] 基础清洁

[0413] 为了清洁,将未损坏的发束在由等份甲苯和异丁基酮组成的溶剂混合物中放置一小时,然后摇晃。除去溶剂混合物后,在每种情况下用3mL月桂基硫酸铵溶液(25%)、STEPANOL (R) ALS 25(来自STEPAN Company)洗涤发束两次,然后用具有温度30°C的完全除矿物质水进行洗涤。使用粗齿梳子梳理发束。随后将发束置于盛有完全除矿物质水的大烧杯中一小时,取出,并另外在流动的完全除矿物质水下进行冲洗。在基础清洁之后,在进一

步使用之前,将发束在23℃和50%湿度下至少调理12小时,并在使用前进行梳理。

[0414] 毛发漂白-受损毛发的产生

[0415] 受损的毛发通过漂白经清洁的天然发束而产生。这通过在每种情况下将五束发束放入由30%过氧化氢和25%氨(比率为33.5:1)组成的溶液中30分钟而完成。随后用完全除矿物质水彻底冲洗毛发,并用3mL月桂基硫酸铵溶液(25%)、STEPANOL (R) ALS 25 (STEPAN Company) 和温度30℃的完全除矿物质水洗涤两次。此后,将发束置于盛有完全除矿物质水的大烧杯中1小时,取出,并在流动的完全除矿物质水下进一步冲洗。在进一步处理之前,漂白的发束在23℃和50%湿度下调理至少12小时,并在使用前进行梳理。

[0416] 梳理力测量:

[0417] 使用重量为2g而长度20cm的来自Kerling International Haarfabrik GmbH的受损白种人毛发的发束(毛发束受损程度B,双拉)测定湿发和干发上的梳理力。梳理力通过Y.K.Kamath and Hans-Dietrich Weigmann, J.Soc.Cosmet.Chem., 37, 111-124, 1986的双梳法,使用Instron 3343拉伸-伸长机进行测量。首先,在未处理的发束上沿着测量部分测定湿梳理力和干梳理力。然后用本发明的化妆品组合物处理发束并测定梳理过程期间的力吸收。报告的测量值是沿着测量部分在处理和未处理的发束之间产生的梳理力的减少(功, work)。形成来自五个发束的平均值。梳理力降低以百分比报告。

[0418] 光滑度/柔软度(根据拉伸测试):

[0419] 毛发的柔软度使用来自Kerling International Haarfabrik GmbH的重量为2g而长度为20cm的发束(高加索人毛发,双拉)进行测定。使用Instron3343拉力试验机,通过将所需的拉力与毛发束的弯曲刚度和表面粗糙度参数关联,确定干燥状态下的毛发柔软度。这两个参数由此与毛发柔软度关联。为此,未经处理的发束夹于测量装置中,该装置由五个彼此相对并具有偏移量放置的杆组成。在这个初始位置发束的形状是一种双S型。在此准备之后,将发束沿一个方向从测量装置中拉出,并沿着测量部分评价所需的力,作为功。然后用本发明的化妆品组合物处理发束,并且沿着测量部分确定通过测量装置拉动发束时的力吸收。所报告的测量值是在处理过的和未处理过的发束之间产生的沿着测量部分(功)的张力减少。张力(功)的大幅降低对应于良好的柔软感/高光滑度。由五个发束形成平均值。

[0420] 柔软度(根据专家组测试):

[0421] 为了评价发束的柔软度,它们的触觉特性由专家(经过培训的小组成员)进行评价。在每种情况下,成对地比较发束——例如,洗发水处理的毛发与未处理的毛发进行比较。评价的发束对的数量至少为三,小组成员的数量至少为五。评价是基于来自Kerling International Haarfabrik GmbH的发束(高加索人毛发,双拉),重量为2g,长度为20cm。

[0422] 洗涤程序、洗发水:

[0423] 将洗发水以每克毛发0.2g的量涂抹于干净湿润发束上。将洗发水沿发梢方向揉搓30秒。然后将发束在流动的完全除矿物质水中冲洗30秒,并使用粗齿梳子梳理(解缠绕, detangle)。该过程重复两次。最后一次,冲洗过程延长至60秒。然后将发束在50%的大气湿度和23℃的温度下干燥至少12小时。

[0424] 洗涤程序,护发素:

[0425] 将漂洗型护发素以0.3g/g毛发施用到清洁的湿润发束上。将漂洗型护发素沿发梢方向揉搓120秒。然后将发束在流动的完全除矿物质水中冲洗60秒,并使用粗齿梳子梳理。

重复该过程。然后将发束在50%大气湿度和23℃的温度下干燥至少12小时。

[0426] 以ppm计测定沉积于毛发表面的Si量(硅酮沉积)：

[0427] 使用能量色散X-射线荧光光谱仪(METEK, XEPOS)测定沉积于毛发表面的硅酮量。将发束放置于一个专门制成的样品架中,其具有一个直径为12mm的圆形测量区域。测量区的区域内毛发表面光滑,毛发平行排列。样品在氦气气氛下使用钨管(17.05kV, 2.0mA)激发。激发时间为300s。对照样品(天然发束)进行定期测量。如果出现偏差,则使用玻璃片进行漂移校正。使用的校准标准是载有50-2000ppm范围内(由原子吸收光谱控制)的聚二甲基硅氧烷的发束。

[0428] 为了确定硅酮沉积的有效性,首先测定清洁过的发束上以ppm计的硅含量=空白值。随后,例如,通过用洗发水洗涤,处理相同的发束。再次测定以ppm计的Si量=样品值。通过执行以下减法而获得沉积的Si量,以ppm计:样品值-空白值。每个发束在正面和反面上进行居中测量。报告的结果是来自三个发束的平均值。

[0429] 通过在表面活性剂溶液中搅拌毛发束而模拟洗发水洗发：

[0430] 许多用户期望美容效果,如改善毛发柔软度,降低湿梳理力和保持毛发颜色以在使用毛发调理产品后尽管随后用洗发水多次洗涤而持续。为了评价用本发明的化妆品组合物处理毛发后美妆效果的持久性,开发了一种由模拟连续洗发水洗发构成的方法。为此,将处理过的发束在100mL带螺旋盖的瓶子中与50mL 5%月桂基铵溶剂化物的溶液混合,该溶液已调节至40℃并通过稀释Stepanol®ALS 25(来自Stepan Company)获得,并将所述处理过的发束在温度为40℃的培养摇床(Heidolph Unimax 1010+Incubator 1000)中以250rpm的速度摇晃规定的时间。摇动后,用温度为30℃的完全除矿物质水将发束漂洗一分钟,然后干燥。

[0431] 颜色保护/颜色测量：

[0432] 使用有色真发评价本发明的化妆品组合物对角蛋白纤维的颜色保护效果。这使用具有重量4g、长度20cm的由来自Kerling International Haarfabrik GmbH的受损白种人毛发(欧洲人毛发的致密粘性发束,漂白阶段A,混合物79)组成的发束而完成。毛发束染成红色。使用的色调是来自Wella的Koleston Perfect®77/44或来自L'Oréal的Majirel Mix Rouge。将50mL染发膏与80mL 6%过氧化氢溶液混合。将该糊状物均匀地施加到发束上(1.6g糊状物/g毛发)。在室温下接触40分钟后,将染发膏从发束中洗掉。用表面活性剂溶液(Stepan Company的Stepanol®ALS 25,稀释至5%活性成分)处理发束并干燥发束后,使用Koleston Perfect®77/44重复着色操作。

[0433] 使用Byk-Gardner的Spectro Guide色度计在发束的光滑表面上进行颜色测量。记录颜色参数L、a、b(Lab颜色空间)。

[0434] 用本发明的化妆品组合物处理毛发对颜色保护的评价：

[0435] 染色毛发在用洗发水洗涤后会感知颜色的变化。感知颜色的变化可以用 $\Delta E$ 值进行描述,其定义为：

$$[0436] \quad \Delta E = ((L1 - L0)^2 + (a1 - a0)^2 + (b1 - b0)^2)^{1/2}$$

[0437] L0、a0、b0是染色未处理发束的颜色值。

[0438] L1、a1和b1是通过在表面活性剂溶液中搅拌发束而模拟洗发水洗发后发束的颜色

值。低 $\Delta E$ 值表明颜色变化相对较低或持久性增强。

[0439] 化妆品组合物的实施例：

[0440] 实施例A1-A4(漂洗型护发素(漂洗))A1-A4：

[0441] 以下实施例代表根据表2的本发明化妆品组合物A1-A4,其包含来自实施例1和2的乳液B1和B2。活性组分量-化妆品组合物中预交联有机聚硅氧烷的量-为0.5%-2%。

[0442] 制剂说明：

[0443] 引入水并在搅拌下加热至75°C。加入1.3份羟乙基纤维素。当达到65°C时,加入0.5份聚山梨醇酯80、0.5份硬脂醇、0.5份鲸蜡醇(Cetyl Alcohol)和0.2份山嵛基三甲基氯化铵(Behentrimonium Chloride)。搅拌混合物直至达到75°C且各成分处于溶液中。然后冷却混合物。在冷却过程中,加入0.1份柠檬酸和0.2份EDTA四钠。在35°C下,加入0.9份苯氧乙醇和乙基己基甘油。随着进一步搅拌,加入来自各实施例的乳液。该组合物在搅拌下均化15分钟。

[0444] 表2:漂洗型护发素A1-A4

组分 (INCI 名称)	实施例 A1 [重量份]	实施例 A2 [重量份]	实施例 A3 [重量份]	实施例 A4 [重量份]
水	加至 100	加至 100	加至 100	加至 100
羟乙基纤维素 <sup>1)</sup>	1.3	1.3	1.3	1.3
鲸蜡醇 <sup>2)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5
聚山梨醇酯 80 <sup>3)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5
山嵛基三甲基氯化铵 <sup>4)</sup>	0.2	0.2	0.2	0.2
[0445] 硬脂醇 <sup>5)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5
柠檬酸 <sup>6)</sup>	0.1	0.1	0.1	0.1
EDTA 四钠 <sup>7)</sup>	0.2	0.2	0.2	0.2
实施例 1 的乳液 <b>B1</b>	5.71			
实施例 1 的乳液 <b>B1</b>		1.43		
实施例 2 的乳液 <b>B2</b>			5.71	
实施例 2 的乳液 <b>B2</b>				1.43
苯氧基乙醇, 乙基己基甘油 <sup>8)</sup>	0.9	0.9	0.9	0.9

[0446] 表2中列出的原材料能够以以下商品名商购获得：

[0447] 1) 羟乙基纤维素: Natrosol 250 HR, Ashland

[0448] 2) 鲸蜡醇: cetyl alcohol, Merck KGaA

[0449] 3) 聚山梨醇酯80: Tween<sup>TM</sup> 80, Croda GmbH

[0450] 4) 山嵛基三甲基氯化铵: Genamin<sup>®</sup> KDMP, Clariant GmbH

[0451] 5) 硬脂醇: stearyl alcohol, Merck KGaA

[0452] 6) 柠檬酸: citric acid, Sigma

[0453] 7) EDTA四钠: EDETA<sup>®</sup> B Powder, BASF Corporation

[0454] 8) 苯氧乙醇,乙基己基甘油:Eueryl PE 9010,Schülke&Mayr

[0455] 比较实验V-A1至V-A5(漂洗型护发素(漂洗)V-A1至V-A5,非本发明)

[0456] 下面的比较实验V-A1至V-A5代表包含非预交联有机聚硅氧烷的水性分散体的非本发明化妆品组合物V-A1至V-A4或包含使用非本发明草酸二乙酯的预交联水性分散体的非本发明化妆品组合物。活性组分量-有机聚硅氧烷的量-为0.5wt%-2wt%。对于比较实验V-A1至V-A5的化妆品组合物的制备,重复实施例A1-A4的工序,其中进行的修改是,不用实施例1和2的乳液B1和B2(本发明预交联有机聚硅氧烷的乳液),而使用未交联的乳液E1和E2或非本发明比较实验V2的乳液。比较实验E1和E2的乳液含有在初始粘度方面与实施例B1和B2类似而未交联的有机聚硅氧烷。比较实验V2的乳液采用非本发明的草酸二乙酯而非本发明的L-酒石酸二乙酯进行预交联。

[0457] 表3:漂洗型护发素V-A1至V-A5

组分 (INCI 名称)	比较实验 V-A1 [重量份]	比较实验 V-A2 [重量份]	比较实验 V-A3 [重量份]	比较实验 V-A4 [重量份]	比较实验 V-A5 [重量份]
水	加至 100	加至 100	加至 100	加至 100	加至 100
羟乙基纤维素 <sup>1)</sup>	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
[0458] 鲸蜡醇 <sup>2)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
聚山梨醇酯 80 <sup>3)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
山嵛基三甲基氯化铵 <sup>4)</sup>	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
硬脂醇 <sup>5)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
柠檬酸 <sup>6)</sup>	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
EDTA 四钠 <sup>7)</sup>	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
实施例 1 的乳液 E1	5.71				
实施例 1 的乳液 E1		1.43			
[0459] 实施例 2 的乳液 E2			5.71		
实施例 2 的乳液 E2				1.43	
比较实验 V2 的乳液 V2					5.71
苯氧基乙醇,乙基己基甘油 <sup>8)</sup>	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9

[0460] 表3中所述的原材料能够以以下商品名商购获得:

[0461] 1) 羟乙基纤维素:Natrosol 250HR,Ashland

[0462] 2) 鲸蜡醇:cetyl alcohol,Merck KGaA

[0463] 3) 聚山梨醇酯80:Tween<sup>TM</sup> 80,Croda GmbH

[0464] 4) 山嵛基三甲基氯化铵:Genamin®KDMP,Clariant GmbH

[0465] 5) 硬脂醇:stearyl alcohol,Merck KGaA

[0466] 6) 柠檬酸:citric acid,Sigma

[0467] 7) EDTA四钠:EDETA®B Powder,BASF Corporation

[0468] 8) 苯氧乙醇,乙基己基甘油:Eueryl PE 9010,Schülke&Mayr

[0469] 制剂说明:

[0470] 引入水并在搅拌下加热至75℃。加入1.3份羟乙基纤维素。当达到65℃时,加入0.5份聚山梨醇酯80、0.5份硬脂醇、0.5份鲸蜡醇和0.2份山嵛基三甲基氯化铵。搅拌混合物直至达到75℃且各成分均处于溶液中。然后冷却混合物。在冷却过程中,加入0.1份柠檬酸和0.2份EDTA四钠。在35℃下,加入0.9份苯氧乙醇、乙基己基甘油。随着进一步搅拌,加入根据表3用于比较实验的乳液。该组合物在搅拌下均化15分钟。

[0471] 本发明实施例A1-A4的漂洗型护发素与比较实验V-A1至V-A4的比较

[0472] 所引述的实施例和比较实验的不同之处在于,在实施例A1-A4的情况下,使用了本发明的预交联有机聚硅氧烷的水性分散体,而比较实验V-A1至V-A4在每种情况下都使用相应的非预交联有机聚硅氧烷的类似水性分散体。活性组分含量-化妆品组合物中有机聚硅氧烷的量-为0.5wt%。

[0473] 以下实施例/比较实验在直接比较中关联:

[0474] 实施例A1-比较实验V-A1

[0475] 实施例A2-比较实验V-A2

[0476] 实施例A3-比较实验V-A3

[0477] 实施例A4-比较实验V-A4

[0478] 用漂洗型护发素处理受损毛发后以及通过在表面活性剂水溶液中搅拌毛发的模拟多次洗发水洗发(持久效应)后的湿梳理力

[0479] 实施例A2-比较实验V-A2

[0480] 本发明预交联有机聚硅氧烷的水性分散体B1在漂洗型护发素(实施例A2)中的使用导致调理性能改进如,例如,与来自实施例V-A2的包含非预交联有机聚硅氧烷E1的非本发明漂洗型护发素相比,在湿状态下的梳理力降低。本发明的漂洗型护发素的另一个目的是即使在多次洗发水洗发后仍保持护理特性。在该实施例中,通过在表面活性剂溶液中搅拌用漂洗型护发素处理过的发束长达四小时而模拟洗发水洗发操作。这种处理的细节描述于以上测试方法中。

[0481] 下文表4中列出了实施例A2和V-A2的漂洗型护发素在湿润状态下的梳理力的测定结果。

[0482] 表4:漂洗型护发素/在用本发明的漂洗型护发素处理后与非本发明的护发素相比,以及在通过毛发在表面活性剂水溶液中搅拌四小时而模拟多次洗发水洗发后对受损白种人毛发的湿梳理力降低的结果。所有结果均是指相对于未处理发束的比较。

[0483] 实 施 例 / 比 较 实 施 例	护发素处理之后湿梳理力的降低率[%]	毛发在护发素处理和随后在表面活性剂水溶液中搅拌(持久性测试)之后的湿梳理力的降低率[%]
A2	89	47
V-A2	85	34

[0484] 通过用本发明的含有预交联有机聚硅氧烷B1(实施例A2)的水性乳液的漂洗型护发素处理,有可能测量到发束的湿梳理力显著降低89%。具体而言,在表面活性剂溶液中搅拌经处理的毛发后仍保持非常高的调理效果,而这反映于47%的持续湿梳理力降低率。用

含有乳液E1 (比较实施例V-A2) 的非本发明的漂洗型护发素处理的毛发则表现出85%的略微降低的湿梳理力降低率。然而,在表面活性剂处理之后,与实施例A2相比,湿梳理力降低了34%,这是显著降低。毛发在表面活性剂溶液中的处理代表用洗发水多次洗发的模拟,并证明本发明的漂洗型护发素表现出更好的耐洗性,并且与用非本发明的漂洗型护发素处理毛发的情况相比,调理性能保持更长的时间。

[0485] 用漂洗型护发素处理受损毛发后和毛发通过在表面活性剂水溶液中4小时搅拌而模拟多次洗发水洗发后的硅酮沉积的比较

[0486] 实施例A2-比较实验V-A2

[0487] 实施例A4-比较实验V-A4

[0488] 类似于测定湿梳理力降低率,研究了通过用护发素处理,硅酮沉积于受损毛发上的效率。还对通过在表面活性剂溶液中4小时搅拌毛发而模拟洗发水洗发后有多少调理性有机聚硅氧烷保留于毛发表面进行了研究。结果整理于表5中。有机硅沉积的测定在以上的测试方法中进行了描述。

[0489] 表5:漂洗型护发素/硅酮沉积

实施例/ 比较实施例	硅酮沉积 [ppm]	毛发在表面活性剂水溶液中搅拌之后的 硅酮沉积 (持久率试验) [ppm]
A2	65	55
V-A2	47	41
A4	79	42
V-A4	67	32

[0491] 表5表明,分别与非本发明比较实验V-A2和V-A4相比,本发明实施例A2和A4的硅酮沉积-即使在洗发水洗发后-更持久。

[0492] 用漂洗型护发素处理红色染发毛发并通过在表面活性剂水溶液中10分钟搅拌毛发而模拟多次洗发水洗发后的保色性

[0493] 实施例A2-比较实验V-A2

[0494] 使用Wella染发剂KolestonPerfect® 77/44 (参见上文测试方法部分) 对染红色的毛发测定颜色保护率。随后用根据实施例A2的本发明漂洗型护发素或根据比较实验V-A2的非本发明护发素处理该染色毛发。用两种护发素处理后毛发的初始颜色是相同的。为了评价所用护发素的护色效果,将毛发在表面活性剂溶液中在每种情况下摇动10分钟,对应于多次洗发水洗发的模拟。然后与初始颜色相比而确定颜色变化 (见表6)。颜色测量和颜色保护的评价在以上的测试方法中进行了描述。

[0495] 表6:漂洗型护发素/用本发明漂洗护发素处理染色毛发后与用不含非预交联有机聚硅氧烷分散体的非本发明护发素处理相比以及随后通过在表面活性剂水溶液中10分钟搅拌毛发而模拟多次洗发水洗发的颜色保护测量结果。所有结果都与新染色毛发相比。

实施例/比较实施例	$\Delta E$	$\Delta L$
A2	5.7	3.6
V-A2	8.0	6.2

[0497] 由于在表面活性剂溶液中摇动毛发以模拟多次洗发水洗发会导致颜色变化,在用本发明的护发素A2处理毛发时, $\Delta E=5.7$ ,低于非本发明护发素V-A2的 $\Delta E=8.0$ 。使用本发

明护发素A2处理毛发的亮度变化,  $\Delta L=3.6$ ,比使用非本发明护发素V-A2进行毛发处理的情况下的 $\Delta L=6.2$ 低。这两个参数都强调本发明的预交联有机聚硅氧烷比未交联有机聚硅氧烷会产生更好的颜色保护。

[0498] 包含用本发明的酯预交联的有机聚硅氧烷的护发素与包含用草酸二乙酯预交联的有机聚硅氧烷(非本发明)的护发素相比的护理性能和颜色保护作用

[0499] 本发明实施例A1和A3的漂洗型护发素与比较实验V-A5(草酸二乙酯交联)的比较

[0500] 所引述的实施例和比较实验的不同之处在于,在实施例A1和A3的情况下,使用了用本发明的酯预交联的有机聚硅氧烷的水性分散体,而在比较实验V-A5中,使用了类似的有机聚硅氧烷但用草酸二乙酯(非本发明)预交联。活性组分的量(化妆品组合物中有机聚硅氧烷的量)为2wt%。

[0501] 用漂洗型护发素处理受损毛发后以及毛发通过在表面活性剂水溶液中4小时搅拌而模拟多次洗发水洗发后的湿梳理力

[0502] 与非本发明的用草酸二乙酯预交联的相应有机聚硅氧烷分散体V-A5相比,在漂洗型护发素中使用本发明的水性分散体B1导致调理性能改进,如例如,在湿态下的梳理力降低。本发明的漂洗型护发素的另一个目的是即使在多次洗发水洗发后仍保持护理特性。本实施例中的洗发水洗发操作通过在表面活性剂溶液中搅拌用漂洗型护发素处理过的发束四小时进行模拟。这种处理的细节在上面的测试方法中进行了描述。

[0503] 以下表7中列出了实施例A1以及比较实验V-A5的漂洗型护发素的结果。

[0504] 表7:漂洗型护发素/用本发明的漂洗型护发素处理后与非本发明护发素相比以及通过在表面活性剂水溶液中4小时搅拌毛发而模拟多次洗发水洗发后湿梳理力降低的结果。所有结果都涉及与相对于未处理发束的比较。

[0505]	实施例/比较实施例	湿梳理力降低率[%]	毛发在表面活性剂水溶液中搅拌之后的湿梳理力降低率[%]
	A1	85	48
	V-A5	82	26

[0506] 通过用含有预交联有机聚硅氧烷B1的水性乳液的漂洗型护发素处理,有可能测量到发束的湿梳理力显著降低85%。具体而言,在表面活性剂溶液中搅拌所处理过的毛发后仍保持非常高的调理效果,这反映于实施例A1的湿梳理力降低48%。用根据比较实验V-A5的非本发明漂洗型护发素处理的毛发表现出82%的湿梳理力降低,但在表面活性剂处理后,湿梳理力降低下降至26%。毛发在表面活性剂溶液中的处理代表了用洗发水多次洗涤毛发的模拟,并表明本发明的漂洗型护发素表现出更好的耐洗性,并且与用非本发明的漂洗型护发素进行毛发处理的情况相比,调理性能保持更长的时间。

[0507] 实施例A5:本发明乳液在染发预处理中的用途

[0508] 用氧化性色剂染发对毛发纤维会造成严重损害。与天然毛发相比,不仅毛发内部的结构而且毛发表面都会被染发过程改变,而这有损于美容特性,如发柔软感和易梳理性。这些负面影响能够通过染色操作之前用本发明的化妆品制剂预处理毛发而抵消。

[0509] 通过将高度漂白的毛发(欧洲人毛发的浓密粘性发束,漂白级别A)在乳液B1(来自实施例1)的0.1%水溶液中浸泡一分钟而进行预处理。然后将毛发从水溶液中取出并用吹

风机吹干五分钟。在此预处理之后,使用毛发染色剂L'Oreal Majirel Mix Rouge如上文测试方法中所述对毛发进行染色。

[0510] 在22°C和50%大气湿度下将毛发染色和干燥后,在专家组测试中将预处理的毛发的柔软度与染色操作前未处理毛发的柔软度进行比较。预处理过的毛发始终被评为更柔软。在染色操作后,预处理的和未处理的毛发之间没有视觉上可察觉的颜色差异。随后,为了模拟多次洗发水洗发,将预处理过的毛发和未预处理的毛发在如上所述的表面活性剂水溶液中搅拌十分钟(遵照测试方法)。毛发干燥后,重复评价发束柔软度的小组测试。同样在表面活性剂处理之后,预处理过的毛发始终被评为更柔软。这表明在用本发明的化妆品乳液/组合物预处理毛发后,美妆效果具有高度持久性。

[0511] 此外,使用来自Byk-Gardner的Spectro Guide色度计,通过与初始值进行比较而确定表面活性剂处理后染色毛发的颜色变化 $\Delta E$ 。对于预处理的发束,颜色变化 $\Delta E=4.6$ 低于未预处理发束 $\Delta E=7.3$ 。用本发明的化妆品乳液/组合物预处理毛发会导致更好的颜色保持率。

[0512] 实施例A6和A7和比较实验V-A6

[0513] 化妆品组合物:洗发水

[0514] 以下实施例代表包含来自实施例4的乳液B4和来自实施例7的B7的本发明化妆品组合物。比较实施例V-A6代表包含二甲基聚硅氧烷(dimethicone)(二甲基聚硅氧烷(dimethylpolysiloxane); **Belsil®** DM 5102E,商购获自Wacker Chemie AG)的乳液的标准商业洗发剂制剂,具有粘度 $60\ 000\text{mm}^2/\text{s}$ (25°C)。

[0515] 活性组分量-化妆品组合物中有机聚硅氧烷的量-为1.3%。

[0516] 洗发水的组成总结于表8中。

[0517] 制剂说明:

[0518] 加入32.11份水并在搅拌下加热至50°C。在此时间期间加入0.20份瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵、6.06份十二烷基硫酸钠、29.90份月桂醇聚醚硫酸钠(Sodium Laureth Sulfate)、0.05份柠檬酸、5.0份椰油酰胺丙基甜菜碱(Cocamidopropyl Betaine)。搅拌混合物直至达到50°C且各成分都存在于溶液中。然后冷却混合物。向一个单独的容器装入20.0份水;在搅拌下加入0.60份卡波姆(Carbomer),继续搅拌直至混合物均匀。然后加入0.06份乳酸。将该混合物加入到第一混合物中。在40°C下,加入0.95份苯氧乙醇,乙基己基甘油。在进一步搅拌下加入0.30份C12-13烷基乳酸酯、3.71份本发明乳液B4和B7或2.60份非本发明二甲基聚硅氧烷乳液(Dimethicone Emulsion) **Belsil®** DM 5102E、0.40份氢氧化钠和0.66份氯化钠。必要时通过添加氢氧化钠能够将所需pH值设置为6.5。

[0519] 表8:洗发水制剂A6、A7和V-A6

组分 (INCI 名称)	实施例 A6 [重量份]	实施例 A7 [重量份]	比较实验 V-A6[重量份]
柠檬酸 <sup>1)</sup>	0.05	0.05	0.05
椰油酰胺丙基甜菜碱 <sup>2)</sup>	5.00	5.00	5.00
月桂醇聚醚硫酸钠 <sup>3)</sup>	29.90	29.90	29.90
瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵 <sup>4)</sup>	0.20	0.20	0.20
月桂基硫酸钠 <sup>5)</sup>	6.06	6.06	6.06
水(DI 水)	32.11	32.11	32.11
卡波姆 <sup>6)</sup>	0.60	0.60	0.60
[0520] 乳酸 <sup>7)</sup>	0.06	0.06	0.06
水(DI 水)	20.00	20.00	20.00
苯氧乙醇, 乙基己基甘油 <sup>8)</sup>	0.95	0.95	0.95
C12-13 烷基乳酸酯 <sup>9)</sup>	0.30	0.30	0.30
实施例 4 的乳液 B4	3.71		
实施例 7 的乳液 B7		3.71	
Belsil® DM 5102 E <sup>10)</sup> (二甲基聚硅氧烷乳液)			2.60
氢氧化钠 <sup>11)</sup>	0.40	0.40	0.40
氯化钠 <sup>12)</sup>	0.66	0.66	0.66

[0521] 1) 柠檬酸: citric acid, Sigma

[0522] 2) 椰油酰胺丙基甜菜碱: Genagen CAB 818 30%, Clariant

[0523] 3) 月桂醇聚醚硫酸钠: Genapol® LRO 26.5%, Clariant

[0524] 3) 乙二醇二硬脂酸酯: Genapol® PMS, Clariant GmbH

[0525] 4) 瓜尔羟丙基三甲基氯化铵: N-Hance® BF 13, Ashland

[0526] 5) 月桂基硫酸钠: Texapon K 12G, BASF

[0527] 6) 卡波姆: Carbopol 980, Lubrizol

[0528] 7) 乳酸: L- (+) Lactic Acid, 90%, Bernd Kraft GmbH

[0529] 8) 苯氧乙醇, 乙基己基甘油: Euxyl PE 9010, Schülke & Mayr

[0530] 9) C12-13 烷基乳酸酯: Ceraphyl™ 41 ester, Ashland

[0531] 10) Belsil® DM 5102E, 商购获自 Wacker Chemie AG

[0532] 11) 氢氧化钠: Sodium Hydroxide, Sigma-Aldrich

[0533] 12) 氯化钠: Sodium Chloride ultrapure, Bernd Kraft GmbH

[0534] 本发明实施例 A6 和 A7 的洗发剂与比较实验 V-A6 的比较

[0535] 所引述的实施例和比较实验的不同之处在于, 在实施例 A6 和 A7 的情况下, 使用了预交联有机聚硅氧烷的水性分散体。在比较实验 V-A6 中, 使用了市售二甲基聚硅氧烷水性乳液 Belsil® DM 5102E (Wacker Chemie AG), 其作为活性调理成分包含粘度为 60 000 mm<sup>2</sup>/s 的聚二甲基硅氧烷 (二甲基聚硅氧烷)。活性组分量-化妆品组合物中有机聚硅氧烷的量-为

1.3wt%。洗发水美妆效果的结果整理于表9中。

[0536] 表9:洗发水/湿梳理力降低率的结果。用洗发水处理后的柔软度改善和受损毛发上沉积的硅酮量。所有结果都与未经处理的发束相比。

	实施例/比较实 施例	湿梳理力降低率 [%]	柔软度改善 [%]	毛发表面上的硅酮沉积 [ppm]
[0537]	实施例 A6	67	28	126
	实施例 A7	68	55	140
	比 较 实 验 V-A6 <sup>*)</sup>	20	2	46

[0538] <sup>\*)</sup> Belsil®DM 5102E (聚二甲基硅氧烷乳液), 商购获自Wacker Chemie AG

[0539] 具有本发明乳液的实施例A6和A7的洗发水与具有商购聚二甲基硅氧烷乳液的比较实验V-A6的洗发水相比,表现出显著更高的湿梳理力降低、显著改善的柔软度(根据拉伸试验)和显著更高的硅酮毛发上沉积。

[0540] 实施例A8和A9:化妆品组合物-洗发水

[0541] 以下的实施例A8代表包含来自实施例4的乳液B4的化妆品组合物;实施例A9是包含乳液B1与二甲基聚硅氧烷乳液Belsil®DM 5102E(商购获自Wacker Chemie AG)组合的化妆品组合物。活性组分的量-化妆品组合物中有机聚硅氧烷的量-为1.3%。

[0542] 洗发水的组成总结于表10中。

[0543] 制剂说明:

[0544] 0.30份瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵分散于水中。缓慢搅拌41.50份月桂醇聚醚硫酸钠并将混合物分阶段加热至75°C。在加热过程中,在50°C加入0.20份PEG-150二硬脂酸酯,在65°C加入0.50份乙二醇二硬脂酸酯。随后冷却混合物。当达到35°C时,加入0.90份苯氧乙醇,乙基己基甘油和对应于实施例的乳液,接着搅拌5分钟。最后,加入13.4份椰油酰胺丙基甜菜碱,继续搅拌10分钟。

[0545] 确定在用实施例A8和A9的洗发水制剂处理后受损发束的柔软度改善(与未处理发束相比)。结果整理于表11中。

[0546] 表10:洗发水制剂A8和A9(用量以重量份计)

组分 (INCI 名称)	实施例 A8	实施例 A9
水(水 VES)	加至 100	加至 100
瓜尔胶羟丙基三甲基氯化铵 <sup>1)</sup>	0.30	0.30
月桂醇聚醚硫酸钠 <sup>2)</sup>	41.50	41.50
乙二醇二硬脂酸酯 <sup>3)</sup>	0.50	0.50
[0547] PEG-150 二硬脂酸酯 <sup>4)</sup>	0.20	0.20
实施例 1 的乳液 B1	1.43	
Belsil <sup>®</sup> DM 5102 E <sup>5)</sup> (聚二甲基硅氧烷乳液)	1.60	
实施例 4 的乳液 B4		3.71
椰油酰胺丙基甜菜碱 <sup>6)</sup>	13.33	13.33
苯氧基乙醇, 乙基己基甘油 <sup>7)</sup>	0.90	0.90

[0548] 1) 瓜尔羟丙基三甲基氯化铵: N-Hance<sup>®</sup> 3196, Ashland

[0549] 2) 月桂醇聚醚硫酸钠: Genapol<sup>®</sup> LR0 26.5%, Clariant GmbH

[0550] 3) 乙二醇二硬脂酸酯: Hallstar<sup>®</sup> EGDS, Hallstar Company

[0551] 4) PEG-150 二硬脂酸酯: Eumulgin<sup>®</sup> E0 33, BASF AG

[0552] 5) Belsil<sup>®</sup> DM 5102E, 商购获自 Wacker Chemie AG

[0553] 6) 椰油酰胺丙基自由基甜菜碱: Genagen<sup>®</sup> CAB 30%, Clariant GmbH

[0554] 7) 苯氧乙醇, 乙基己基甘油: Euxyl PE 9010, Schülke & Mayr

[0555] 表11: 洗发水/柔软度改善。所有结果与未经处理的发束比较。

实施例	柔软度改善 [%]
A8	45
A9	46

[0557] 用实施例A8和A9的洗发水处理的受损毛发在评价柔软度的试验中被评定为比受损的未处理毛发柔软得多(根据拉伸试验)。

[0558] 实施例A10: 化妆品组合物-洗发水

[0559] 以下实施例代表包含实施例7的乳液B7的化妆品组合物。活性组分的量-化妆品组合物中有机聚硅氧烷的量-为1.0%。

[0560] 洗发水的组成总结于表12中。

[0561] 表12: 洗发水制剂A10(重量份数)

组分 (INCI 名称)	实施例 A10
水(水 FD)	加至 100
聚季铵-10 <sup>1)</sup>	0.10
月桂醇聚醚硫酸钠 <sup>2)</sup>	52.80
PEG-150 二硬脂酸酯 <sup>3)</sup>	0.25
椰油酰胺 MEA <sup>4)</sup>	1.00
实施例 7 的乳液 <b>B7</b>	2.85
椰油酰胺丙基甜菜碱 <sup>5)</sup>	10.06
苯氧基乙醇, 乙基己基甘油 <sup>6)</sup>	0.95

[0563] 1) 聚季铵-10: UCARE Polymer JR 400, Dow Chemical

[0564] 2) 月桂醇聚醚硫酸钠: **Genapol®** LRO 26.5%, Clariant GmbH

[0565] 3) PEG-150 二硬脂酸酯: **Eumulgin®** EO 33, BASF AG

[0566] 4) 椰油酰胺 MEA: Comperlan 100, BASF AG

[0567] 5) 椰油酰胺丙基甜菜碱: **Genagen®** CAB 30%, Clariant GmbH

[0568] 7) 苯氧乙醇, 乙基己基甘油: Euxyl PE 9010, Schülke&Mayr

[0569] 用实施例 A10 的洗发水处理的受损毛发比受损的未处理毛发更柔软 (根据小组测试)。

[0570] 实施例 A11-A14

[0571] 以下实施例代表根据表 13 的本发明化妆品组合物 A11-A14, 其包含来自实施例 4-7 的乳液 B4、B5、B6 和 B7。活性组分量-化妆品组合物中预交联有机聚硅氧烷的量-为 2%。

[0572] 表 13: 漂洗型护发素 A11-A14

组分 (INCI 名称)	实施例 A11 [重量份]	实施例 A12 [重量份]	实施例 A13 [重量份]	实施例 A14 [重量份]
水	加至 100	加至 100	加至 100	加至 100
羟乙基纤维素 <sup>1)</sup>	1.3	1.3	1.3	1.3
鲸蜡醇 <sup>2)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5
聚山梨醇酯 80 <sup>3)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5
山嵛基三甲基氯化铵 <sup>4)</sup>	0.2	0.2	0.2	0.2
硬脂醇 <sup>5)</sup>	0.5	0.5	0.5	0.5
柠檬酸 <sup>6)</sup>	0.1	0.1	0.1	0.1
EDTA 四钠 <sup>7)</sup>	0.2	0.2	0.2	0.2
实施例 4 的乳液 <b>B4</b>	5.71			
实施例 5 的乳液 <b>B5</b>		5.71		
实施例 6 的乳液 <b>B6</b>			5.71	
实施例 7 乳液 <b>B7</b>				5.71
苯氧基乙醇, 乙基己基甘油 <sup>8)</sup>	0.9	0.9	0.9	0.9

[0574] 表13中所列的原材料能够以以下商品名下商购获得:

[0575] 1) 羟乙基纤维素: Natrosol 250HR, Ashland

[0576] 2) 鲸蜡醇: cetyl alcohol, Merck KGaA

[0577] 3) 聚山梨醇酯80: Tween™ 80, Croda GmbH

[0578] 4) 山嵛基三甲基氯化铵: **Genamin®** KDMP, Clariant GmbH

[0579] 5) 硬脂醇: Stearyl alcohol, Merck KGaA

[0580] 6) 柠檬酸: citric acid, Sigma

[0581] 7) EDTA四钠: **EDETA®** B Pulver, BASF Corporation

[0582] 8) 苯氧乙醇, 乙基己基甘油: Euxyl PE 9010, Schülke&Mayr

[0583] 制剂说明:

[0584] 引入水并在搅拌下加热至75°C。加入1.3份羟乙基纤维素。当达到65°C时,加入0.5份聚山梨醇酯80、0.5份硬脂醇、0.5份鲸蜡醇和0.2份山嵛基三甲基氯化铵。搅拌混合物直至达到75°C且成分处于溶液中。然后冷却混合物。冷却过程中加入0.1份柠檬酸和0.2份EDTA四钠。在35°C下,加入0.9份苯氧乙醇,乙基己基甘油。随着进一步搅拌,加入来自实施例的乳液。该组合物在搅拌下均化15分钟。

[0585] 用漂洗型护发素处理受损毛发后以及通过在表面活性剂水溶液中4小时搅拌毛发而模拟多次洗发水洗发后的湿梳理力

[0586] 表14: 漂洗型护发素/用本发明的漂洗型护发素处理后和通过在表面活性剂水溶液中4小时搅拌毛发而模拟多次洗发水洗发后湿梳理力降低的结果。所有结果都涉及与未处理发束的比较。

	实施例	护发素处理后湿梳理力下降率[%]	护发素处理和随后在表面活性剂水溶液中搅拌毛发之后的湿梳理力降低率(持久性测试) [%]
[0587]	A11	78	37
	A12	82	63
	A13	83	69
	A14	87	44

[0588] 通过用分别包含预交联有机聚硅氧烷B4、B5、B6和B7的水性乳液的漂洗型护发素处理,有可能显著降低发束的湿梳理力,在78%-87%内。具体而言,在表面活性剂溶液中搅拌经处理的毛发后仍保持非常高的调理效果,这反映于实施例A11湿梳理力降低37%、实施例A14的湿梳理力降低44%和实施例A12和A13的值为63%和69%。

[0589] 实施例A15-漂洗型护发素

[0590] 以下的实施例代表根据表15的本发明化妆品组合物A15,其包含实施例3的乳液B3。活性组分的量-化妆品组合物中预交联有机聚硅氧烷的量-为0.5%。

[0591] 制剂说明:

[0592] 引入水并在搅拌下加热至75°C。加入1.3份羟乙基纤维素。当达到65°C时,加入0.5份硬脂酰胺基丙基二甲胺、1.0份聚山梨醇酯80、3.0份硬脂醇、2.0份鲸蜡醇和1.8份山嵛基三甲基氯化铵。搅拌混合物直至达到75°C且成分处于溶液中。然后冷却混合物。在冷却过程中,加入0.2份柠檬酸和0.2份EDTA四钠。在35°C下,加入0.9份苯氧乙醇,乙基己基甘油。随

着进一步搅拌,加入来自实施例的乳液。该组合在搅拌下均化15分钟。

[0593] 表15:漂洗型护发素A15

组分 (INCI 名称)	实施例 A15 [重量份]
水	加至 100
羟乙基纤维素 <sup>1)</sup>	1.3
鲸蜡醇 <sup>2)</sup>	2.0
聚山梨醇酯 80 <sup>3)</sup>	1.0
[0594] 山嵛基三甲基氯化铵 <sup>4)</sup>	1.8
硬脂酰胺基丙基二甲胺 <sup>5)</sup>	0.5
硬脂醇 <sup>6)</sup>	3.0
柠檬酸 <sup>7)</sup>	0.2
EDTA 四钠 <sup>8)</sup>	0.2
实施例 3 的乳液 B3	1.87
苯氧基乙醇, 乙基己基甘油 <sup>9)</sup>	0.9

[0595] 表15中所列的原材料能够以以下商品名商购获得:

[0596] 1) 羟乙基纤维素: Natrosol 250HR, Ashland

[0597] 2) 鲸蜡醇: Cetyl alcohol, Merck KGaA

[0598] 3) 聚山梨醇酯80: Tween<sup>TM</sup> 80, Croda GmbH

[0599] 4) 山嵛基三甲基氯化铵: Genamin<sup>®</sup> KDMP, Clariant GmbH

[0600] 5) 硬脂酰胺基丙基二甲胺, Incromine<sup>TM</sup> SB, Croda GmbH

[0601] 6) 硬脂醇: Stearyl alcohol, Merck KGaA

[0602] 7) 柠檬酸: Citric Acid, Sigma

[0603] 8) EDTA四钠: EDETA<sup>®</sup> B Pulver, BASF Corporation

[0604] 9) 苯氧乙醇, 乙基己基甘油: Euxyl PE 9010, Schülke&Mayr

[0605] 通过用本发明实施例A15的漂洗型护发素处理受损毛发, 该护发素包含预交联有机聚硅氧烷B3(实施例3)的水性乳液, 可以实现发束的湿梳理力显著降低(与未经处理的毛发束比较)。