

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **035393**

(13) **B1**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

- |  |   |
|--|---|
| <p><b>(45)</b> Дата публикации и выдачи патента<br/><b>2020.06.05</b></p> <p><b>(21)</b> Номер заявки<br/><b>201891558</b></p> <p><b>(22)</b> Дата подачи заявки<br/><b>2017.02.22</b></p> | <p><b>(51)</b> Int. Cl. <i>A61K 8/895</i> (2006.01)<br/><i>A61K 8/37</i> (2006.01)<br/><i>A61Q 17/04</i> (2006.01)<br/><i>A61Q 19/00</i> (2006.01)<br/><i>C08G 77/12</i> (2006.01)<br/><i>C08J 3/24</i> (2006.01)<br/><i>C08L 83/04</i> (2006.01)</p> |
|--|---|

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКОГО ЭЛАСТОМЕРА И КОМПОЗИЦИЯ ДЛЯ ЛИЧНОЙ ГИГИЕНЫ, СОДЕРЖАЩАЯ УКАЗАННЫЙ ЭЛАСТОМЕР**

- |  |  |
|--|--|
| <p><b>(31)</b> PCT/CN2016/074539</p> <p><b>(32)</b> 2016.02.25</p> <p><b>(33)</b> CN</p> <p><b>(43)</b> 2019.03.29</p> <p><b>(86)</b> PCT/EP2017/054061</p> <p><b>(87)</b> WO 2017/144530 2017.08.31</p> <p><b>(71)(73)</b> Заявитель и патентовладелец:<br/><b>ЮНИЛЕВЕР Н.В. (NL)</b></p> <p><b>(72)</b> Изобретатель:<br/><b>Лимер Адам Джон (GB), Лоу Аньцин,<br/>Добковски Брайан Джон (US), Чжао<br/>Вэй, Сун Вэньхуэй (CN)</b></p> <p><b>(74)</b> Представитель:<br/><b>Нилова М.И. (RU)</b></p> | <p><b>(56)</b> US-A1-2005027051<br/>US-A1-2007148244<br/>US-B1-6168782<br/>WO-A1-2013162738<br/>US-A1-2015225507<br/>US-A1-2003165452<br/>US-A1-2007142575</p> |
|--|--|

**(57)** Описан способ получения кремнийорганических эластомеров, содержащих гидрофобные активные вещества для кожи, с превосходными характеристиками. Эластомер показал улучшенную эффективность активных веществ для кожи по сравнению с композициями для ухода за кожей, изготовленными с использованием отдельно эластомера и активного(ых) компонента(ов). Также описаны композиции для ухода за кожей, содержащие кремнийорганические эластомеры согласно изобретению и способы воздействия на кожу.

**035393**  
**B1**

**035393**  
**B1**

### **Область техники**

Изобретение относится к полимеризации кремнийорганического эластомера (силиконового эластомера) и к in-situ захвату получаемым эластомером гидрофобных активных веществ для кожи. Также изобретение относится к получаемому эластомеру, а также к композициям для личной гигиены, содержащим указанные эластомеры, причем указанные композиции демонстрируют превосходную стабильность и характеристики активности по сравнению с составами, полученными традиционным способом путем введения активного вещества с использованием методики введения активного вещества в объем.

### **Уровень техники**

Кожа подвергается повреждению, например, в результате кожных заболеваний, воздействия среды (ветер, кондиционированный воздух, центральное отопление) или в результате обычного процесса старения (возрастное старение), которое может ускоряться при воздействии на кожу солнечных лучей (фотостарение). В последние годы значительно увеличился спрос на композиции для личной гигиены и способы улучшения внешнего вида и состояния кожи.

Например, хорошо известно, что применяемые ранее солнцезащитные средства склонны взаимодействовать с ингредиентами в составах для ухода за кожей, это включает и взаимодействия с другими солнцезащитными средствами, что часто наблюдается между фильтрами УФА и УФВ. К сожалению, это приводит к такой ситуации, когда активность УФ-фильтров солнцезащитных агентов снижается при хранении или после нанесения на кожу. Предпринималось множество попыток улучшения эффективности активных веществ, такой как фотостабильность солнцезащитных средств, путем замены традиционных активных веществ другими менее эффективными агентами или введения усилителей активных веществ. Однако указанные способы часто приводят к увеличению стоимости состава и/или эффективности активного вещества и ощущаемого пользователями органолептического эффекта.

Возрастающий интерес вызывает разработка путей стабилизации композиций для личной гигиены с одновременным получением формул, приводящих к превосходным эффектам с точки зрения ощущений и активности при топическом нанесении на кожу.

Следовательно, настоящее изобретение относится к включению или захвату in-situ активного вещества в кремнийорганический эластомер в ходе полимеризации указанного эластомера. Было обнаружено, что эластомер с захваченным активным веществом согласно настоящему изобретению улучшает стабильность активного вещества (такую как стабильность солнцезащитного фактора), чаще всего, когда эластомер с захваченным активным веществом включают в композиции для личной гигиены для конечного применения, особенно при сравнении таких композиций для конечного применения с аналогичными композициями, в которые активное вещество вводят при помощи традиционной методики, как ингредиент в объеме. Неожиданными преимуществами настоящего изобретения являются композиции для личной гигиены для конечного применения, такие как композиции для ухода за кожей, которые обеспечивают превосходную эффективность активного вещества и превосходные сенсорные преимущества, являющиеся результатом действия активного вещества, содержащегося в эластомере как во время, так и после изготовления составов таких композиций для личной гигиены.

### **Дополнительная информация**

Предпринимались попытки улучшения стабильности активного вещества с использованием различных подходов. Например, заменяли традиционные солнцезащитные активные вещества менее эффективными агентами или комбинировали с усилителями солнцезащитного фактора, как описано в патентах США № 8465729 и 6126925 соответственно.

Проводились также другие мероприятия для улучшения стабильности активного вещества путем капсулирования активных веществ в систему типа ядро-оболочка или в структурированную систему. Например, в патенте США № 6774179 описан способ захвата активных веществ в частицы типа ядро-оболочка или в гелевые частицы для увеличения стабильности активного вещества в составах.

Кроме того, в опубликованной заявке на патент США № 2008/0199526 описан способ капсулирования основного солнцезащитного агента в микрокапсулу для улучшения стабильности солнцезащитного агента.

В патенте США № 6207717 описан способ введения водорастворимых витаминов в эластомер.

Хотя предпринимались попытки улучшения эффективности активных веществ, никакие из этих попыток не обошлись без результатов, включающих плохие органолептические свойства и/или нестабильность состава. Кроме того, ни в одной из указанных попыток не были описаны способ и композиция согласно настоящему изобретению.

### **Краткое описание изобретения**

В первом аспекте изобретение относится к способу получения кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом, включающему следующие стадии:

1) объединение, в произвольном порядке:

(i) от 0,05 до 8 мас.% предшественника кремнийорганического эластомера с гидридными функциональными группами;

(ii) от 2 до 60 мас.% предшественника кремнийорганического эластомера с винильными функциональными группами;

(iii) от 0,5 до 97 мас.% растворителя, содержащего полидиметилсилоксан и/или каприлилтриметилкон;

(iv) от 0,25 до 65 мас.% гидрофобного активного вещества; и

(v) катализатора в количестве, эффективном для катализа полимеризации предшественников эластомеров с гидридными и винильными функциональными группами; и

2) полимеризация полученной смеси; и

3) выделение кремнийорганического эластомера с захваченным гидрофобным активным веществом, причем:

(i) гидрофобное активное вещество растворимо в растворителе и представляет собой солнцезащитный агент, жирорастворимый витамин, гидроксикислоту или резорцин; и

(ii) по меньшей мере 20% от общего количества растворителя, применяемого для получения кремнийорганического эластомера, обеспечивают до инициирования полимеризации, где оставшийся применяемый растворитель постепенно обеспечивают в течение от 5 до 30 мин для дальнейшего набухания эластомера после полимеризации гидридного предшественника на 90 до 99%,

и кремнийорганический эластомер с захваченным гидрофобным активным веществом имеет вязкость от 50 до 3000 сП и модуль накопления G' от 700 до 10000 Па.

Во втором аспекте настоящее изобретение относится к кремнийорганическому эластомеру, получаемому в первом аспекте настоящего изобретения.

В третьем аспекте настоящее изобретение относится к композиции для личной гигиены для конечного применения, содержащей кремнийорганический эластомер согласно второму аспекту настоящего изобретения.

В четвертом аспекте настоящее изобретение относится к способу или применению композиции для личной гигиены согласно третьему аспекту настоящего изобретения для воздействия на волосы, ногти и/или кожу.

Все прочие аспекты настоящего изобретения будут более понятны при рассмотрении приведенных ниже подробного описания и примеров.

Кожа в настоящем описании включает кожу лица, шеи, груди, спины, рук (включая подмышки), кистей рук, ног, ягодиц и волосистой части головы. Волосы включают волосы на голове, и ногти включают ногти на ногах и руках. Активное вещество в настоящем описании включает компонент, улучшающий телесную характеристику при местном нанесении, такую как характеристику кожи, волос и/или ногтей, и/или оказывающий полезное действие на указанные объекты, причем указанное активное вещество может являться, и предпочтительно является активным веществом в составе не требующей смывания композиции и, наиболее предпочтительно, крема, лосьона, бальзама, дезодоранта или геля, а также шампуня, кондиционера или очищающей композиции, включая жидкую или твердую очищающую композицию. Растворитель обозначает гидрофобный материал, представляющий собой текучую среду при комнатной температуре и подходящий для растворения выбранного для захвата активного вещества. Кремнийорганический эластомер с захваченным активным веществом обозначает кремнийорганический эластомер, поперечно сшитый и заключающий в себе активное вещество и растворитель. В случае растворителя захваченный растворитель является синонимом растворителя, обеспечивающего набухание эластомера. Такой кремнийорганический эластомер содержит молекулярно диспергированное активное вещество таким образом, что активное вещество равномерно диспергировано в эластомере и по существу не содержит капелек активного вещества. По существу не содержит означает, что менее 0,5%, предпочтительно менее 0,05% и, наиболее предпочтительно, менее 0,01 мас.% от всего активного вещества, захваченного эластомером, содержится в капельках. В особенно предпочтительном варианте реализации эластомер не содержит активного вещества в виде капелек.

Предшественник эластомера с гидридными функциональными группами и предшественник эластомера с винильными функциональными группами могут также упоминаться как гидридный предшественник и винильный предшественник, соответственно. "Содержащий" в настоящем документе следует понимать как включающий "состоящий, по существу, из" и "состоящий из". Кремнийорганический эластомер, следовательно, может состоять, по существу, из продукта полимеризации предшественника эластомера с гидридными функциональными группами и предшественника эластомера с винильными функциональными группами, активного вещества и растворителя. Во избежание неоднозначности, уточним, что предшественники кремнийорганических эластомеров согласно настоящему изобретению не содержат связей кислород-кислород, и получаемые кремнийорганические эластомеры с захваченным активным веществом и растворителем представляют собой неэмульгирующие эластомеры. Эмульсия в настоящем описании включает эмульсии типа вода-в-масле, масло-в-воде или двойные эмульсии. Обычно предпочтительными являются эмульсии типа масло-в-воде. Катализатор, при наличии, относится к раствору с концентрацией от 0,25 до 5%, предпочтительно от 0,25 до 4% и, наиболее предпочтительно, от 0,3 до 3,5% активного вещества (например, металла) относительно общей массы раствора катализатора, и включает все поддиапазоны. Все диапазоны, указанные в настоящем документе, включают все поддиапазоны, даже если это явно не указано.

За исключением рабочих и сравнительных примеров, или если не указано особо, все числа в на-

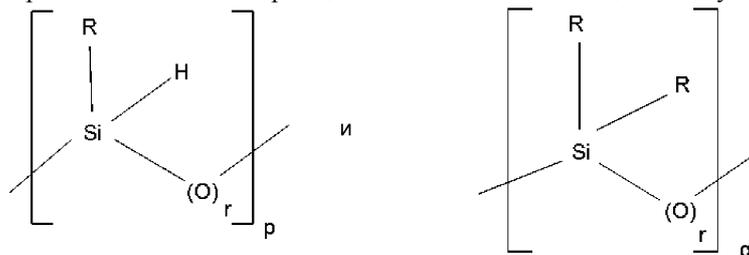
стоящем описании, указывающие количества или отношения материалов или условия реакций, физические свойства материалов и/или применение, следует понимать как модифицированные словом "примерно".

Все процентные содержания в описании и примерах указаны по массе, если не указано иное.

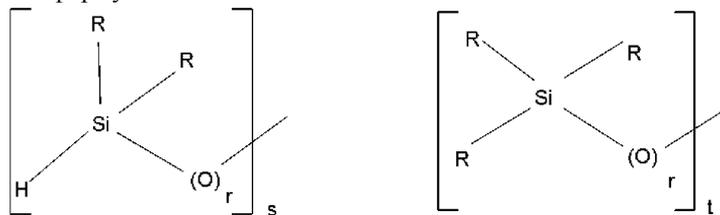
#### Подробное описание предпочтительных вариантов реализации

Единственными ограничениями в отношении предшественников эластомеров с гидридными функциональными группами, подходящих для применения в настоящем изобретении, является способность к полимеризации с выбранными для применения предшественниками эластомеров с винильными функциональными группами.

В предпочтительном варианте реализации предшественник эластомера с гидридными функциональными группами, подходящий для применения в изобретении, содержит в виде блоков или распределенные случайным образом по меньшей мере одно из звеньев основной цепи следующих формул:



и концевые группы формул



где каждый R независимо представляет собой  $C_{1-6}$ алкил или арил (предпочтительно, метильную группу);

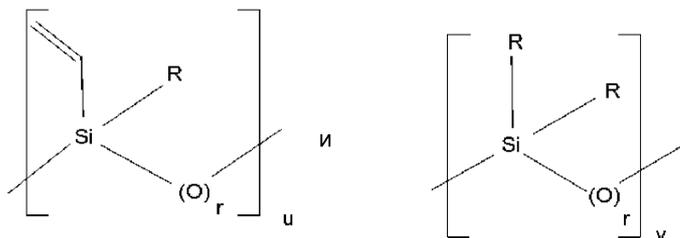
каждый r в отдельности равен 0, если основная цепь заканчивается кислородом, и равен 1, если основная цепь заканчивается кремнием;

r равен от 0 до 50, q равен от 0 до 250, s равен от 0 до 2, t равен от 0 до 2,  $s+t=2$ , p и s одновременно не равны 0,  $p+q \geq 1$  и  $p+s$  равно по меньшей мере 2 (предпочтительно, от 2 до 15, и наиболее предпочтительно, от 3 до 10).

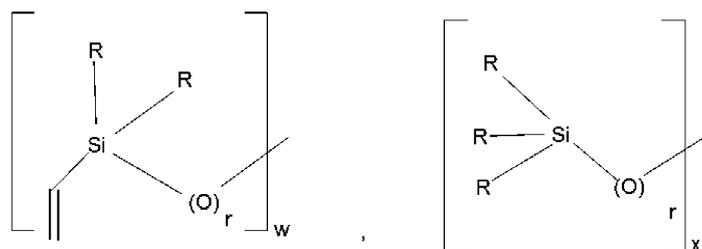
В предпочтительном варианте реализации p равен от 2 до 40 и, предпочтительно, 10-30, включая все поддиапазоны. В предпочтительном варианте реализации q равен от 2 до 200 и, предпочтительно, от 15 до 160, включая все поддиапазоны.

Единственными ограничениями в отношении предшественников эластомеров с винильными функциональными группами, подходящих для применения в настоящем изобретении, является способность к полимеризации с выбранными для применения предшественниками эластомеров с гидридными функциональными группами.

В предпочтительном варианте реализации предшественник эластомера с винильными функциональными группами, подходящий для применения в настоящем изобретении, содержит в виде блоков или распределенные случайным образом по меньшей мере одно из звеньев основной цепи следующих формул:



и концевые группы формул



где каждый R и г такие, как определено выше, u равен от 0 до 50, v равен от 0 до 2500, w равен от 0 до 2, x равен от 0 до 2,  $w+x=2$ , и u и w одновременно не равны 0,  $u+v \geq 1$  и  $u+w$  равно по меньшей мере 2 (предпочтительно, от 2 до 15 и, наиболее предпочтительно, от 2 до 10).

В предпочтительном варианте реализации u равен от 0 до 40 и, предпочтительно, от 0 до 30, включая все поддиапазоны. В предпочтительном варианте реализации v равен от 5 до 2250 и, предпочтительно, от 30 до 1750, включая все поддиапазоны.

Иллюстративные примеры предшественников кремнийорганических эластомеров с гидридными функциональными группами, которые можно применять в настоящем изобретении, включают Andisil® XL-12, XL-13 и XL-15 (AB Specialty Chemicals), а также HMS-301, доступные от Gelest, Inc. или подобные вещества. Иллюстративные примеры предшественников кремнийорганических эластомеров с винильными функциональными группами, которые можно применять в настоящем изобретении, включают Andisil VS-6, VS-10, VS-20, VS-50, VS-100, VS-200, VS-250 (AB Specialty Chemicals), а также DMS-V21, доступные от Gelest, Inc. или подобные вещества.

Обычно, при получении кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом согласно изобретению массовое отношение предшественника кремнийорганического эластомера с гидридными функциональными группами (hf) к предшественнику кремнийорганического эластомера с винильными функциональными группами (vf) составляет более 0,015, предпочтительно более 0,025 и, наиболее предпочтительно, от примерно 0,035 до примерно 0,75, включая все поддиапазоны. В желательном варианте реализации отношение hf/vf составляет от 0,045 до 0,5, включая все поддиапазоны.

В другом желательном варианте реализации в способе (и продукте) согласно настоящему изобретению применяют от 0,05 до 6%, предпочтительно, от 0,1 до 5% и, наиболее предпочтительно, от 0,1 до 4 мас.% предшественника кремнийорганического эластомера с гидридными функциональными группами относительно общей массы гидридного предшественника, винильного предшественника, активного вещества, растворителя и катализатора, применяемых для получения кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом, включая все поддиапазоны.

В другом желательном варианте реализации в способе (и продукте) согласно настоящему изобретению применяют от 5 до 50%, предпочтительно от 6 до 40% и, наиболее предпочтительно, от 10 до 25 мас.% предшественника кремнийорганического эластомера с винильными функциональными группами относительно общей массы гидридного предшественника, винильного предшественника, активного вещества, растворителя и катализатора, применяемых для получения кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом, включая все поддиапазоны.

Растворитель, подходящий для применения в настоящем изобретении, можно также применять в качестве косметически приемлемых носителей, подходящих для применения в композициях для конечного применения, содержащих кремнийорганические эластомеры с захваченным активным веществом согласно настоящему изобретению. Такие растворители/носители могут включать минеральные масла, кремнийорганические масла, синтетические или природные сложные эфиры и спирты. В композициях для конечного применения количества указанных материалов могут варьироваться от 0,1 до 50%, предпочтительно от 0,1 до 30% и, наиболее предпочтительно, от 1 до 20% относительно массы композиции, включая все поддиапазоны. В кремнийорганическом эластомере, полученном согласно настоящему изобретению (т.е. ингредиент для применения в продукте для конечного применения потребителем), растворитель обычно составляет от 1 до 96%, предпочтительно от 2 до 80% и, наиболее предпочтительно, от 3 до 75 мас.% относительно общей массы кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом и растворителем, включая все поддиапазоны. В особенно желательном варианте реализации применяют от 30 до 70% растворителя по массе относительно общей массы кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом и растворителем, включая все поддиапазоны. Вышеуказанные количества также представляют количества, применяемые в способе получения кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом согласно настоящему изобретению. Во избежание неоднозначности уточним, что в аддитивной/винильной полимеризации, проводимой для получения кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом согласно настоящему изобретению, растворитель также захватывается полученным эластомером, вместе с активным веществом, что приводит к набуханию эластомера.

Кремнийорганические масла можно разделить на летучие и нелетучие разновидности. Термин "летучий" в настоящем описании относится к материалам, обладающим измеримым давлением паров при

атмосферном давлении. Летучие кремнийорганические масла предпочтительно выбраны из циклических или линейных полидиметилсилоксанов, содержащих от примерно 3 до примерно 9, предпочтительно от примерно 4 до примерно 5 атомов кремния.

Линейные летучие кремнийорганические материалы в общем случае имеют вязкости менее примерно 5 сСт при 25°C, в то время как циклические материалы обычно имеют вязкости менее примерно 10 сСт.

Нелетучие кремнийорганические масла, подходящие в качестве материала носителя, отличающиеся от реагентов, применяемых для синтеза полимерного эластомера согласно настоящему изобретению, включают полиалкилсилоксаны, полиалкиларилсилоксаны, модифицированные арилами силиконы (особенно модифицированные фенилом ди- и триметиконы) и сополимеры простых полиэфиров-силоксанов. По существу нелетучие полиалкилсилоксаны, подходящие для настоящего изобретения, включают, например, полидиметилсилоксаны (такие как диметикон) с вязкостями от примерно 5 до примерно 100000 сантистокс при 25°C. Предпочтительными для применения являются кремнийорганические масла (особенно диметиконы, такие как С6-С22 алкилдиметикон), коммерчески доступные от Dow Corning.

Подходящие для применения сложные эфиры включают:

(1) алкенильные или алкильные сложные эфиры жирных кислот, содержащих от 6 до 30 атомов углерода, такие как изопропилпальмитат, изопропилизоостеарат, изононилизонаноат, олеилмирилат, изопропилмирилат, олеилстеарат и олеилолеат;

(2) соединения, содержащие одновременно простую эфирную и сложноэфирную группы, такие как сложные эфиры жирных кислот и этоксилированных жирных спиртов;

(3) сложные эфиры многоатомных спиртов, такие как моно- и диэфиры этиленгликоля и жирных кислот, моно- и диэфиры диэтиленгликоля и жирных кислот, моно- и диэфиры полиэтиленгликоля (200-6000) и жирных кислот, моно- и диэфиры пропиленгликоля и жирных кислот, полипропиленгликоль-2000-моноолеат, полипропиленгликоль-2000-моностеарат, моностеарат этоксилированного пропиленгликоля, моно- и диэфиры глицерина и жирных кислот, полиэфиры полиглицерина и жирных кислот, моностеарат этоксилированного глицерина, моностеарат 1,3-бутиленгликоля, дистеарат 1,3-бутиленгликоля, сложный эфир жирной кислоты и полиоксиэтиленполиола, сложные эфиры сорбитана и жирных кислот и сложные эфиры полиоксиэтиленсорбитана и жирных кислот;

(4) простые эфиры, включая С<sub>6</sub>-С<sub>30</sub> простые эфиры, такие как дикаприлиловый эфир; и

(5) сложные эфиры стероидов, примерами которых являются сложные эфиры жирных кислот и холестерина или соевых стероидов.

Предпочтительными растворителями часто являются полидиметилсилоксан (такой как Xiameter X-200, 5 сСт, коммерчески доступный от Dow Corning), циклодиметилсилоксан, ди- и/или триметиконы, дикаприлиловый эфир или смеси указанных соединений. Если указанные растворители модифицируют, обычно их модифицируют фенильной группой и/или модифицируют С<sub>6</sub>-С<sub>30</sub>, предпочтительно С<sub>6</sub>-С<sub>22</sub> алкильными группами. Особенно предпочтительным для применения в качестве растворителя является каприлилтриметикон, такой как Silsoft 034, коммерчески доступный от Momentive.

Что касается активных веществ, подходящих для включения в кремнийорганические эластомеры согласно настоящему изобретению, они ограничены только растворимостью в растворителе, включаемом в эластомер в ходе синтеза.

Иллюстративные примеры активных веществ, подходящих для включения в эластомеры, включают витамины, такие как витамины А, D, Е (и их жирорастворимые производные) и К, солнцезащитные агенты, такие как метоксициннамат, этилгексилметоксициннамат, октилметоксициннамат, бис-этилгексилфенолметоксифенилтриазин, дрометризолтрисилоксан и смеси указанных соединений.

Другие активные вещества, растворимые в маслах, для включения в эластомер, включают резорцины, такие как 4-этилрезорцин, 4-гексилрезорцин, 4-фенилэтилрезорцин, 4-циклопентилрезорцин, 4-циклогексилрезорцин, гидроксикислоты, смеси указанных соединений и подобные соединения.

Обычно применяемое в способе и входящее в состав кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом количество активного вещества, подходящее для применения в продукте для конечного применения пользователем, составляет от 0,25 до 50%, предпочтительно от 2 до 35% и, наиболее предпочтительно, от 10 до 25 мас.% относительно общей массы кремнийорганического эластомера, содержащего захваченное активное вещество, включая все поддиапазоны.

Катализатор, подходящий для применения в настоящем изобретении, предпочтительно представляет собой переходнометаллический катализатор, такой как оксид ванадия, железо, оксид марганца, и особенно платиновые катализаторы, такие как платина(0)-1,3-дивинил-1,1,3,3-тетраметилдисилоксан. Такой катализатор ограничен только способностью ускорять полимеризацию гидридного и винильного предшественников согласно описанию. Для ускорения полимеризации применяют эффективное количество катализатора. Обычно применяют от 0,00001 до 0,04% катализатора, предпочтительно от 0,00001 до 0,02% и, наиболее предпочтительно, от 0,0001 до 0,004 мас.% катализатора относительно общей массы предшественников, растворителя, активного вещества и катализатора, включая все поддиапазоны.

В композиции для конечного применения, содержащей кремнийорганический эластомер с захваченным активным веществом, указанная композиция обычно содержит от 1 до 45% и, наиболее предпоч-

тительно, от 2 до 35 мас.% кремнийорганического эластомера с захваченным активным веществом относительно общей массы композиции для конечного применения, включая все поддиапазоны. Такие композиции для конечного применения можно наносить топически (например, на волосы, ногти и кожу) и смывать или оставлять, в зависимости от выбранной композиции для конечного применения.

Композиции для личной гигиены для конечного применения, содержащие кремнийорганический эластомер с захваченным активным веществом согласно настоящему изобретению, обычно содержат от 0 до 95% воды, предпочтительно от 3 до 85% и, наиболее предпочтительно, от 10 до 75 мас.% воды относительно общей массы композиции для конечного применения, включая все поддиапазоны.

Предпочтительно, в композиции для конечного применения, содержащей эластомер согласно настоящему изобретению, содержится эмульгатор. Общая концентрация эмульгатора может варьироваться от 0,1 до 12%, предпочтительно от 1 до 9% и, наиболее предпочтительно, от 1 до 6% относительно массы композиции, включая все поддиапазоны. Эмульгатор может быть выбран из группы, состоящей из анионных, неионных, катионных и амфотерных активных веществ. Особенно предпочтительными неионными активными веществами являются вещества, в которых гидрофобный фрагмент, представленный  $C_{10}$ - $C_{20}$  жирным спиртом или кислотой, конденсирован с 2-100 моль этиленоксида или пропиленоксида на моль гидрофобного соединения;  $C_2$ - $C_{10}$  алкилфенолы, конденсированные с 2-20 моль алкиленоксида; моно- и диэфиры жирных кислот и этиленгликоля; моноглицерид жирной кислоты; моно- и диэфиры сорбитана и  $C_8$ - $C_{20}$  жирных кислот; и полиоксиэтиленсорбитан, а также комбинации указанных соединений. Алкилполигликозиды и жирные амиды сахаридов (например, метилглюконамиды) также являются подходящими неионными эмульгаторами.

Предпочтительные анионные эмульгаторы включают сульфаты и сульфонаты алкильных простых эфиров, алкилсульфаты и -сульфонаты, алкилбензолсульфонаты, алкил- и диалкилсульфосукцинаты,  $C_8$ - $C_{20}$  ацилизэтионаты, фосфаты  $C_8$ - $C_{20}$  алкильных простых эфиров, алкилэфиркарбоксилаты и комбинации указанных соединений.

Катионные эмульгаторы, которые можно применять, включают, например, хлорид пальмитамидо-пропилтримония, хлорид дистеарилдимония и смеси указанных соединений. Подходящие амфотерные эмульгаторы включают кокоамидопропилбетаин,  $C_{12}$ - $C_{20}$  триалкилбетаины, лауроамфоацетат натрия и лауродиамфоацетат натрия, или смеси указанных соединений.

Другие в целом предпочтительные эмульгаторы включают глицерилстеарат, гликольстеарат, стеарамид АМР, ПЭГ-100-стеарат, цетиловый спирт, а также эмульгирующие/загущающие добавки, такие как гидроксипропилкарбонат/сополимер акрилоилдиметилтауратов натрия/сквалан и смеси указанных соединений.

Стабилизаторы эмульсий, в целом определяемые как жидкости на растительной основе, также можно применять в композициях для конечного применения. Предпочтительные стабилизаторы продаются под названием Oilwax LC и коммерчески доступны от Lotioncrafter.

Консерванты можно, при желании, включать в композиции для конечного применения согласно настоящему изобретению для защиты от роста потенциально вредных микроорганизмов. Подходящими традиционными консервантами для композиций согласно настоящему изобретению являются алкильные сложные эфиры парагидроксибензойной кислоты. Другие консерванты, которые начали применять недавно, включают производные гидантоина, соли пропионатов и ряд четвертичных аммониевых соединений. Косметические химики хорошо знакомы с консервантами и обычно выбирают их так, чтобы они проходили нагрузочное испытание с консервантом и обеспечивали стабильность продукта. Особенно предпочтительными консервантами являются иодпропинилбутилкарбамат, феноксиэтанол, метилпарабен, пропилпарабен, имидазолинилмочевина, дегидроацетат натрия и бензиловый спирт. Консерванты следует выбирать с учетом применения композиции для личной гигиены и возможной несовместимости между консервантами и другими ингредиентами эмульсии. Дополнительные консерванты предпочтительно применяют в количествах от 0,01 до 2% относительно массы композиции, включая все поддиапазоны.

В такие композиции для личной гигиены для конечного применения можно, факультативно, включать загущающие агенты. Предпочтительно применяют полисахариды. Примеры включают крахмалы, природные/синтетические камеди и целлюлозные соединения. Примерами крахмалов являются химически модифицированные крахмалы, такие как фосфат гидроксипропилкрахмала натрия и октенилсукцинат крахмала алюминия. Часто предпочтительным является тапиоковый крахмал. Подходящие камеди включают ксантан, смолу склероций, пектин, карайя, гуммиарабик, агар, гуар, каррагинан, альгинат и комбинации указанных веществ. Подходящие целлюлозные соединения включают гидроксипропилцеллюлозу, гидроксипропилметилцеллюлозу, этилцеллюлозу и карбоксиметилцеллюлозу натрия. Другим классом загущающих агентов являются синтетические полимеры. Эта категория включает шитые полиакрилаты, такие как карбомеры, полиакриламиды, такие как Sepigel® 305, и сополимеры таурата, такие как Simulgel EG® и Aristoflex® AVC, сополимеры, определяемые по соответствующей номенклатуре INCI как акрилат натрия/акрилоилдиметилтаурат натрия и сополимер акрилоилдиметилтаурата/винилпирролидона. Другим предпочтительным синтетическим полимером, подходящим в качестве загустителя, является полимер на основе акрилата, коммерчески доступный от Seppic под названием Simulgel INS100.

Количества загустителей при наличии могут варьироваться от 0,001 до 5%, предпочтительно от 0,1 до 3% и, наиболее предпочтительно, от 0,2 до 1,5 мас.% относительно композиции для конечного применения, включая все поддиапазоны.

В композициях для конечного применения можно применять традиционные смягчители. Обычно они представляют собой материалы типа многоатомных спиртов. Типичные многоатомные спирты включают глицерин, пропиленгликоль, дипропиленгликоль, полипропиленгликоль, полиэтиленгликоль, сорбит, гидроксипропилсорбит, гексиленгликоль, 1,3-бутиленгликоль, изопропиленгликоль, 1,2,6-гексантиол, этоксилированный глицерин, пропоксилированный глицерин и смеси указанных соединений. Наиболее предпочтительными являются глицерин, пропиленгликоль или их смеси. Количество применяемого смягчителя может варьироваться от 0,5 до 20%, предпочтительно от 1 до 15 мас.% относительно композиции для конечного применения.

В композиции для конечного применения согласно настоящему изобретению можно, факультативно, включать отдушки, красители, фиксаторы и абразивы. Количество каждого из указанных веществ может варьироваться от примерно 0,05 до примерно 5%, предпочтительно от 0,1 до 3 мас.%.

В качестве активных веществ в композиции для конечного применения согласно настоящему изобретению помимо активных веществ в эластомере согласно настоящему изобретению также можно применять азелаиновую кислоту, убихинон, дигидроксиацетон (DHA) и смеси указанных соединений. Такие соединения, при наличии, обычно составляют от 0,2 до 4,5%, предпочтительно от 0,5 до 3 мас.% относительно композиции для конечного применения, включая все поддиапазоны.

В композициях для конечного применения совместно с эластомером согласно изобретению могут присутствовать усилители отшелушивания. Примерами являются альфа-гидроксикарбоновые кислоты, бета-гидроксикарбоновые кислоты. Термин "кислота" предназначен охватывать не только свободные кислоты, но также соли и C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub> алкильные или арильные эфиры указанных кислот, и лактоны, полученные путем удаления воды с образованием циклических или линейных структур лактонов. Примерами кислот являются гликолевая кислота и ее производные, молочная и яблочная кислоты. Салициловая кислота является примером бета-гидроксикарбоновых кислот. Количества указанных материалов при наличии могут составлять от 0,01 до 15 мас.% относительно массы композиции для конечного применения 15%.

Факультативно, в состав композиций для личной гигиены вместе с эластомером согласно настоящему изобретению можно включать ряд экстрактов трав. Экстракты могут быть водорастворимыми или нерастворимыми в воде и содержаться в растворителе, соответственно, гидрофильном или гидрофобном. Предпочтительными растворителями экстрактов являются вода и этанол. Примеры экстрактов включают экстракт зеленого чая, тысячелистника, ромашки, солодки, алоэ вера, виноградной косточки, мандарина уншиу, ивовой коры, шалфея, тимьяна и розмарина. Можно применять соевые экстракты, особенно если желательно включать ретинол.

Кроме эластомера согласно настоящему изобретению в композициях для конечного применения согласно настоящему изобретению можно применять традиционные буферные агенты/модификаторы pH. Они включают обычно применяемые добавки, такие как гидроксид натрия, гидроксид калия, соляная кислота, лимонная кислота, и буферы на основе цитрата/лимонной кислоты. В особенно предпочтительном варианте реализации pH композиции для конечного применения согласно настоящему изобретению составляет от 4 до 8, предпочтительно от 4,25 до 7,75 и, наиболее предпочтительно, от 5,5 до 7,5, включая все поддиапазоны. Композиция для конечного применения согласно настоящему изобретению может представлять собой твердый стержень или брусок. Однако вязкость композиции для конечного применения согласно настоящему изобретению предпочтительно составляет от 1000 до 120000 сП и, наиболее предпочтительно, от 5000 до 80000 сП при комнатной температуре и скорости сдвига 1 с<sup>-1</sup>, измеренной при контролируемой деформации на реометре с параллельными пластинами, коммерчески доступном от таких поставщиков, как T.A. Instruments под названием Ares.

При получении кремнийорганических эластомеров с захваченными гидрофобными активными веществами в произвольном порядке и перед началом полимеризации объединяют гидридный предшественник, винильный предшественник, активное вещество, растворитель и катализатор. По меньшей мере 20 мас.% от общего количества растворителя, предпочтительно от 45 до 85%, наиболее предпочтительно от 55 до 75 мас.% от общего количества растворителя (включая все поддиапазоны) следует добавлять вначале и до того, как полимеризация почти завершилась (т.е. от 80 до 99%, предпочтительно от 90 до 99% гидридного предшественника полимеризовалось). После того как полимеризация почти завершилась, следует добавить оставшуюся часть растворителя (до 80% от общего количества растворителя, применяемого в указанном способе) (после того как полимеризация почти завершилась), постепенно для дальнейшего набухания эластомера, обычно в течение от 5 до 30 мин, предпочтительно от 8 до 26 мин и, наиболее предпочтительно, от 10 до 20 мин так, чтобы полученный кремнийорганический эластомер с захваченным активным веществом и растворителем имел вязкость от 50 до 3000 сП, предпочтительно от примерно 100 до 2000 сП и, наиболее предпочтительно, от 500 до примерно 1600 сП, включая все поддиапазоны. Причем вязкость определяют при контролируемой деформации на реометре с параллельными пластинами, как описано выше.

Температура протекания реакции полимеризации варьируется от 15 до 75°C, предпочтительно от 20

до 70°C и, наиболее предпочтительно, от 30 до 65°C, включая все поддиапазоны. Смешивание следует осуществлять при умеренном сдвиге в атмосферных условиях.

Неожиданно было обнаружено, что кремнийорганический эластомер с захваченным активным веществом согласно настоящему изобретению остается стабильным в течение по меньшей мере трех дней, предпочтительно 5 дней и, наиболее предпочтительно, по меньшей мере 7 дней при хранении при 40°C, при этом стабильность определяют как сохранение однородности, по меньшей мере, просвечиваемости (слегка мутный, без видимого разделения и активного образования капелек).

Кремнийорганический эластомер согласно настоящему изобретению имеет модуль накопления G' от 700 до 10000 Па, предпочтительно от 750 до 8000 Па и, наиболее предпочтительно, от 775 до 2500 Па, включая все поддиапазоны. В другом желательном варианте реализации модуль накопления G' для кремнийорганических эластомеров согласно настоящему изобретению составляет от 800 до 1500, включая все поддиапазоны (модуль накопления G' определяли при помощи динамического механического анализа, стандарт ASTM 4065, с колебанием деформации 1 Гц, с параллельными пластинами диаметром 25 мм и зазором 0,5 мм на приборе Anton Paar Physica MCR301 при комнатной температуре).

Для хранения и доставки композиции для конечного применения согласно настоящему изобретению можно применять широкий спектр упаковок. Предпочтительно, упаковка должна быть способна сохранять или препятствовать любому повышению давления во время хранения и применения продукта. Можно применять дозаторы насосного типа, препятствующие или выдерживающие развитие высокого давления.

Упаковка часто зависит от типа композиции для личной гигиены. Например, не требующие смывания лосьоны и кремы, шампуни, кондиционеры и гели для душа в целом выпускают в пластиковых контейнерах, имеющих на конце с дозатором отверстие, закрытое крышкой. Типичными крышками являются винтовые крышки, неаэрозольные насосы и крышки с откидывающимся верхом. Упаковки для антиперспирантов, дезодорантов и средств для депиляции могут включать контейнер с вращающимся шариком на конце с дозатором. Альтернативно, указанные типы продуктов для личной гигиены могут выпускаться в виде брусков твердых композиций в контейнере с возвратно-поступательным механизмом, в котором брусок выдвигается на платформе в отверстие дозатора. Металлические банки под давлением пропеллента, снабженные распылительной головкой, служат упаковкой для антиперспирантов, кремов для бритья и других продуктов для личной гигиены. Брусочки туалетного мыла могут быть упакованы в целлюлозную или пластиковую обертку или в картонную коробку, или даже запакуются в усачную пластиковую пленку.

Следующие примеры приведены для облегчения понимания изобретения. Указанные примеры не предназначены ограничивать объем формулы изобретения.

#### Пример 1.

Получали композиции эластомера согласно настоящему изобретению. Активные вещества вводили до инициирования полимеризации

Материал	Образец 1	Образец 2	Образец 3
Гидридный силикон (1)	1,70 г	1,70 г	1,70 г
Винильный силикон (2)	16,94 г	16,94 г	16,94 г
ПДМС 5 сСт 25 °С(3)	33,18 г	30,68 г	28,18 г
Каприлилтриметикон (4)	33,18 г	30,68 г	28,18 г
Этилгексилметоксициннамат (5)	15,00 г	20,00 г	25,00 г
Растворитель, 1:1 ПДМС 5 сСт и каприлилтриметикон*	34,6 г	34,6 г	34,6 г
Вид при комнатной температуре	Просвечивающий	Просвечивающий	Слегка мутный
G' @ 0,1 % деформация, Па	1047	1105	1085

1) AB Silicones, Waukegan Illinois, Andisil XL-15 (предшественник кремнийорганического эластомера с гидридными функциональными группами).

2) AB Silicones, Waukegan Illinois, Andisil VS-200 (предшественник кремнийорганического эластомера с винильными функциональными группами).

3) Dow Corning, XiameterX-200 5 сСт (полидиметилсилоксан).

4) Momentive, Silsoft 034.

5) DSM, Parsol MCX.

\*растворитель, вводимый после полимеризации, по меньшей мере 34% от всего растворителя, при-

меняемого в способе.

Эластомер получали следующим образом.

Каприлилтриметикон и ПДМС (не более 66% от общего количества применяемого растворителя) и этилгексилметоксициннамат объединяли в сухой колбе на 250 мл и перемешивали до однородности. Добавляли винильный силикон и гидридный силикон и нагревали полученную смесь при 45°C с обратным холодильником. Перемешивали со скоростью 200 об/мин при помощи якорной мешалки. Добавляли платиновый комплексный катализатор (дивинилтетраметилсилоксановый комплекс, от 3 до 3,5 мас.% платины, коммерчески доступный от Gelest, Inc.), 50 мкл, и продолжали перемешивание в течение 5 ч при 45°C. Полученную гелеобразную смесь разбавляли остальным растворителем, который добавляли по каплям через шприц в течение 15 мин. Для полученного образца определяли модуль накопления G'.

Результаты неожиданно показали, что кремнийорганический эластомер с захваченным активным веществом имеет превосходный G', и при этом эластомеры показали отсутствие видимого расслоения после хранения при 40°C в течение 7 дней.

Пример 2.

Сравнительные примеры получали по следующей методике:

Материал	Сравнительный 1	Сравнительный 2	Сравнительный 3
Гидридный силикон (1)	1,70 г	1,70 г	1,70 г
Винильный силикон (2)	16,94 г	16,94 г	16,94
ПДМС 5 сСт 25 °С(3)	41,25 г	41,25 г	41,25 г
Каприлилтриметикон (4)	41,25 г	41,25 г	41,25 г
Растворитель, 1:1 ПДМС 5 сСт и каприлилтриметикон*	19,6 г	14,6 г	9,6 г
Этилгексилметоксициннамат (5)	15 г	20 г	25 г
Вид при комнатной температуре	Очень мутный	Очень мутный & Расслоение	Очень мутный & Расслоение
G' @ 0,1 % деформация, Па	567	438	325

1) AB Silicones, Waukegan Illinois, Andisil XL-15.

2) AB Silicones, Waukegan Illinois, Andisil VS-200.

3) Dow Corning, XiameterX-200 5 сСт.

4) Momentive, Silsoft 034.

5) DSM, Parsol MCX.

\*не более 19,5% растворителя добавляли после полимеризации.

Каприлилтриметикон и ПДМС (по меньшей мере 80,5% растворителя), винильный силикон и гидридный силикон объединяли в сухой колбе на 250 мл и перемешивали до однородности. Смесь нагревали при 45°C с обратным холодильником. Перемешивали со скоростью 200 об/мин при помощи якорной мешалки. Добавляли платиновый комплексный катализатор (тот же, что и в примере 1), 50 мкл, и продолжали перемешивание в течение 5 ч при 45°C. Полученную гелеобразную смесь разбавляли остальным растворителем (смесь каприлилтриметикона, ПДМС и этилгексилметоксициннамата), который добавляли по каплям через шприц в течение 15 мин. Для полученного образца определяли модуль накопления G'.

Результаты и наблюдения показали, что при введении активного вещества после полимеризации образуется очень мутный гетерогенный продукт с капельками активного вещества в полученном эластомере. После полимеризации получили G' 567 Па, что недостаточно для применения в продуктах для потребителя, таких как композиции для топического нанесения на кожу.

Полученные результаты неожиданно показали, что позднее добавление активного вещества, после завершения полимеризации, приводит к образованию мутного и менее эластичного эластомера.

Образцы, полученные в сравнительном примере 2, показали расслоение через 24 ч хранения при 40°C, причем образцы стали зернистыми, что делало их неэффективными для применения в композициях для личной гигиены.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения кремнийорганического эластомера с захваченным гидрофобным активным веществом, включающий следующие стадии:

1) объединение в произвольном порядке:

(i) от 0,05 до 8 мас.% предшественника кремнийорганического эластомера с гидридными функциональными группами;

(ii) от 2 до 60 мас.% предшественника кремнийорганического эластомера с винильными функцио-

нальными группами;

(iii) от 0,5 до 97 мас.% растворителя, содержащего полидиметилсилоксан и/или каприлилтриметикон;

(iv) от 0,25 до 65 мас.% гидрофобного активного вещества; и

(v) катализатора в количестве, эффективном для катализа полимеризации предшественников эластомеров с гидридными и винильными функциональными группами; и

2) полимеризация полученной смеси; и

3) выделение кремнийорганического эластомера с захваченным гидрофобным активным веществом, причем:

(i) гидрофобное активное вещество растворимо в растворителе и представляет собой солнцезащитный агент, жирорастворимый витамин, гидроксикислоту или резорцин; и

(ii) по меньшей мере 20% от общего количества растворителя, применяемого для получения кремнийорганического эластомера, обеспечивают до инициирования полимеризации, где оставшийся применяемый растворитель постепенно обеспечивают в течение от 5 до 30 мин для дальнейшего набухания эластомера после полимеризации гидридного предшественника на 90 до 99%, и кремнийорганический эластомер с захваченным гидрофобным активным веществом имеет вязкость от 50 до 3000 сП и модуль накопления  $G'$  от 700 до 10000 Па.

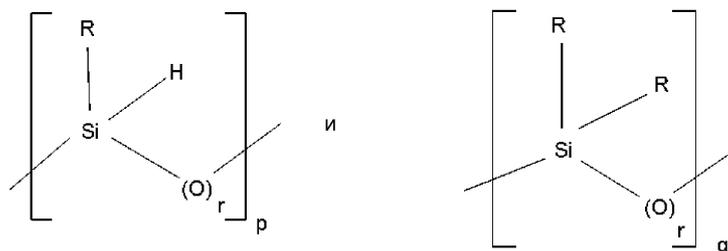
2. Способ получения по п.1, отличающийся тем, что применяют от 0,05 до 6 мас.% предшественника кремнийорганического эластомера с гидридными функциональными группами.

3. Способ получения по п.1 или 2, отличающийся тем, что применяют от 5 до 50 мас.% предшественника кремнийорганического эластомера с винильными функциональными группами.

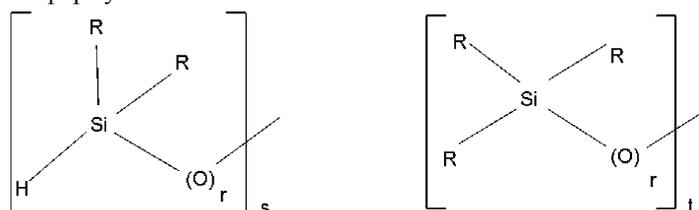
4. Способ получения по любому из пп.1-3, отличающийся тем, что массовое отношение предшественника кремнийорганического эластомера с гидридными функциональными группами к предшественнику кремнийорганического эластомера с винильными функциональными группами составляет более 0,015.

5. Способ получения по любому из пп.1-4, отличающийся тем, что указанный способ осуществляют при температуре от 15 до 75°C.

6. Способ получения по любому из пп.1-5, отличающийся тем, что предшественник эластомера с гидридными функциональными группами содержит по меньшей мере одно из звеньев основной цепи следующих формул:



и концевые группы формул



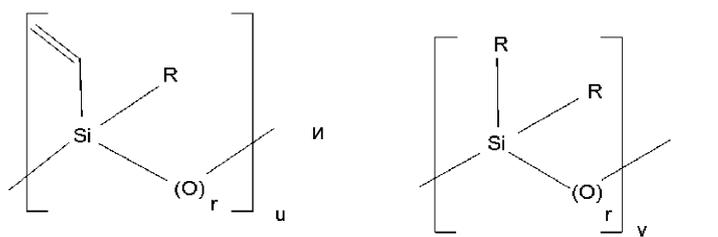
где:

a) каждый R независимо представляет собой  $C_{1-6}$  алкил или арил;

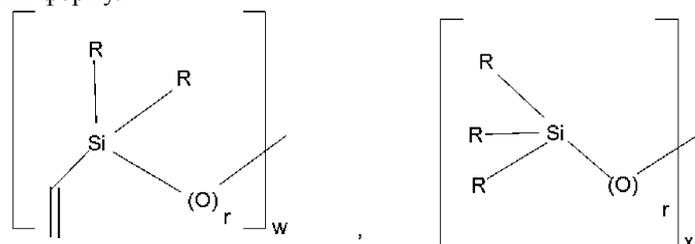
b) каждый r в отдельности равен 0, если основная цепь заканчивается кислородом, и равен 1, если основная цепь заканчивается кремнием;

c) p равен от 0 до 50, q равен от 0 до 250, s равен от 0 до 2, t равен от 0 до 2,  $s+t=2$ , p и s одновременно не равны 0,  $p+q \geq 1$  и  $p+s$  равно по меньшей мере 2.

7. Способ получения по любому из пп.1-5, отличающийся тем, что предшественник эластомера с винильными функциональными группами содержит в виде блоков или распределенные случайным образом по меньшей мере одно из звеньев основной цепи следующих формул:



и концевые группы формул



где:

- а) каждый R независимо представляет собой C<sub>1-6</sub> алкил или арил;
- б) каждый r в отдельности равен 0, если основная цепь заканчивается кислородом, и равен 1, если основная цепь заканчивается кремнием;
- с) u равен от 0 до 50, v равен от 0 до 2500, w равен от 0 до 2, x равен от 0 до 2, w+x=2, u и w одновременно не равны 0, u+v ≥ 1 и u+w равно по меньшей мере 2.

8. Кремнийорганический эластомер с захваченным гидрофобным активным веществом, получаемый способом по любому из пп.1-7, где гидрофобное активное вещество представляет собой солнцезащитный агент, жирорастворимый витамин, гидроксикислоту или резорцин и является растворимым в растворителе, содержащем полидиметилсилоксан и/или каприлилтриметикон, и где кремнийорганический эластомер с захваченным гидрофобным активным веществом имеет вязкость от 50 до 3000 сП и модуль накопления G' от 700 до 10000 Па.

9. Композиция для личной гигиены, представляющая собой эмульсию, содержащую от 1 до 45 мас.% кремнийорганического эластомера, получаемого способом по любому из пп.1-7.

10. Применение композиции по п.9 для обработки волос, ногтей и/или кожи.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2