

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号
特許第3660246号
(P3660246)

(45) 発行日 平成17年6月15日(2005.6.15)

(24) 登録日 平成17年3月25日(2005.3.25)

(51) Int. Cl.⁷
A 6 1 K 7/11
A 6 1 K 7/06

F I
A 6 1 K 7/11
A 6 1 K 7/06

請求項の数 6 (全 50 頁)

(21) 出願番号	特願2000-518636 (P2000-518636)	(73) 特許権者	590005058
(86) (22) 出願日	平成10年11月2日 (1998.11.2)		ザ プロクター アンド ギャンブル カ
(65) 公表番号	特表2001-521879 (P2001-521879A)		ンパニー
(43) 公表日	平成13年11月13日 (2001.11.13)		アメリカ合衆国オハイオ州, シンシナティ
(86) 国際出願番号	PCT/IB1998/001744		ー, ワン プロクター アンド ギャンブ
(87) 国際公開番号	W01999/022697		ル プラザ (番地なし)
(87) 国際公開日	平成11年5月14日 (1999.5.14)	(74) 代理人	100057874
審査請求日	平成13年4月2日 (2001.4.2)		弁理士 曾我 道照
(31) 優先権主張番号	08/964,648	(74) 代理人	100110423
(32) 優先日	平成9年11月5日 (1997.11.5)		弁理士 曾我 道治
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100071629
			弁理士 池谷 豊
		(74) 代理人	100084010
			弁理士 古川 秀利

最終頁に続く

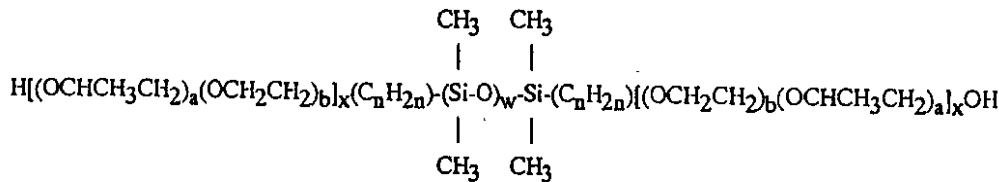
(54) 【発明の名称】 髪をスタイリングするために適するパーソナルケア組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

- a) 0.01%～20%のヘアスタイリングポリマーと、
b) 以下のものを含んでなるポリオルガノシロキサンエマルジョン：
(i) エマルジョン中の粒子として分散され、150ナノメートル未満の平均粒子サイズを有するポリオルガノシロキサンおよび
(ii) エマルジョン中にオルガノポリシロキサンを分散させる界面活性剤系であって、その量は、パーソナルケア組成物が0.01%～10%のポリオルガノシロキサンを含んでなるような量であるポリオルガノシロキサンエマルジョンと、
c) 以下の式で表されるシリコーン-直鎖ポリオキシアルキレンブロックコポリマー界面活性剤0.01%～10%と、

【化1】



(式中、xは1以上の整数であり、nは2～4の整数であり、aおよびbは独立に、1 20

5～30の整数であり、wは20～200の整数である)

d) (i) 水である第1の溶媒を組成物の重量に対して少なくとも0.5%と、

(ii) エタノール、n-プロパノール、イソプロパノールおよびこれらの混合物からなる群から選択される第2の溶媒を組成物の重量に対して少なくとも40%とを含み、

ここで、前記オルガノポリシロキサンエマルジョンおよび前記シリコーン直鎖ポリオキシアルキレンブロックコポリマー界面活性剤は前記第2の溶媒が混ぜられる前に予め混ぜられる、髪をスタイリングするために適するパーソナルケア組成物。

【請求項2】

前記ヘアスタイリングポリマーが、アニオン性ポリマー、カチオン性ポリマー、両性ポリマー、非イオン性ポリマーおよびそれらの混合物からなる群から選択される請求項1に記載の組成物。

10

【請求項3】

前記ヘアスタイリングポリマーが、(i) 直鎖シリコーンブロックコポリマー、(ii) シリコーンマクロモノマー側鎖を有する直鎖非シリコーン高分子主鎖を含んでなるシリコーングラフトコポリマー、(iii) 非シリコーンマクロモノマー側鎖を有する直鎖シリコーン高分子主鎖を含んでなるシリコーングラフトコポリマーおよび(iv) それらの混合物、から成る群から選択される請求項1に記載の組成物。

【請求項4】

前記ヘアスタイリングポリマーが、シリコーンマクロモノマー側鎖を有する直鎖、非シリコーン高分子主鎖を含むシリコーングラフトコポリマーである請求項3に記載の組成物。

20

【請求項5】

分散されたポリオルガノシロキサンの平均粒子サイズが60ナノメートル以下である請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の組成物。

【請求項6】

分散されたポリオルガノシロキサンの平均粒子サイズが40ナノメートル以下である請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

〔技術分野〕

30

本発明は、シリコーンエマルジョンを含んでなるヘアスタイリング組成物およびこうした組成物の対応する用途に関する。本発明はさらに、シリコーンエマルジョンおよび低級一価アルコールを含有する安定なヘアスタイリング組成物に関する。

【0002】

〔発明の背景〕

髪を特定のスタイルまたは形に保持させたいという願望は誰しも抱くものである。これを達成する最も一般的な方法は、典型的には機械的ポンプ噴霧装置または加圧エアロゾル容器から髪に組成物を噴霧することによる。髪にスタイルまたは形を与えるその他の手段は、ムース、ジェルおよびローションなどである。こうした組成物は、一時的なセッティングの利点をもたらすものであり、また通常は水またはシャンプーによって除去することができる。ヘアスタイリング組成物のこれらのタイプにおいて用いられる物質は、髪にスタイルまたは形を与えることができる、一般に樹脂、ゴムおよび接着性ポリマーである。これらの製品の多くは、短時間にポリマーの良好な膜を得るために低級アルコールも含有する。

40

【0003】

多くの人々は、スタイリング製品から高水準のスタイル保持、すなわち、維持を望んでいる。残念なことに、良好な維持特性を有する最新のヘアスタイリング製品には、乾くと硬すぎる、滑らかでないまたは粘っこすぎるといった欠点がある。硬い組成物は、風、ブラッシング、櫛ときなどの一般的な圧力のもとで脆くて崩れがちである。硬い組成物は不自然に感じ、また不自然に見えるがちでもある。粘着性組成物は圧力のもとでより順応する、す

50

なわち、柔軟である傾向があり、また髪のスタイリング手直しに対応するので硬い組成物のこうした欠点の多くを克服する。しかし、粘着性組成物には、塗られたべたつき感、活気のない外見や魅力の乏しい外見を髪に残すという欠点がある。また、粘着性組成物は、ほこり、汚物、糸屑、皮脂などの一般的な汚染源から髪を直ぐに汚れさせる。

【0004】

ヘアスタイリング組成物の硬さや粗さを最少にする一つのアプローチは、こうした組成物中にシリコーンエマルジョンおよびマイクロエマルジョンを包含するシリコーンを配合することである。シリコーンは、望ましい滑らかなヘア感またはソフトなヘア感をもたらすのに役立つ。残念なことに、シリコーンエマルジョンは、ヘアスタイリング組成物に配合するのが難しい傾向がある。ヘアスタイリング組成物は、異なった目的のために相容れない可能性のある多くの成分を必要とするので複雑になりがちである。例えば、シリコーンエマルジョンは、低級アルコールを含有する組成物中で安定しない傾向があり、組成物の相分離の原因になる。系における他の不適合性、例えば、ポリマー間相互作用またはポリマー界面活性剤間相互作用も相分離の原因になりうる。この相分離は、視覚的な美的理由のためのみでなく、性能の理由からも望ましくない。製品の相が分離する時、製品の維持および／またはヘア感覚特性は悪影響を受けがちである。

10

【0005】

従って、硬い組成物、粘着性組成物の欠点を伴わずに良好なスタイル保持をもたらすヘアスタイリング組成物が必要とされている。硬い組成物、粘着性組成物の欠点を伴わずに良好なスタイル保持をもたらす低級アルコールを含有するヘアスタイリング組成物が特に必要とされている。

20

【0006】

驚くべきことに、ヘアスタイリングポリマー、約150ナノメートル未満の粒子サイズを有するシリコーンエマルジョンおよび界面活性剤、ならびにヘアスタイリングポリマー用のある種の担体を含有するヘアケア組成物中に特定のシリコーンポリエーテル化合物を用いることにより、こうした利点をもたらす安定なヘアスタイリング組成物を提供できることが見出された。こうした組成物は、組成物が比較的高レベルの低級アルコールを含有する場合でさえ提供される。

【0007】

従って、本発明の目的は、シリコーンエマルジョンを含有する安定なヘアスタイリング組成物、特に低級アルコールも含有する組成物を提供することである。

30

本発明のもう一つの目的は、許容できない硬さも粘着性も伴わないで良好なスタイル保持をもたらすヘアスタイリング組成物を提供することである。本発明のもう一つの目的は、自然に見え自然に感じるヘアスタイリング組成物を提供することである。

本発明のもう一つの目的は、髪をスタイリングおよび維持する方法を提供することである。

これらおよびその他の目的は、以後の詳細な説明から容易に明らかになるであろう。

【0008】

[発明の要約]

本発明は、パーソナルケア組成物、特に髪をスタイリングするために適するこうした組成物に関する。本組成物は、

40

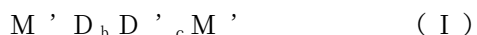
- a) ヘアスタイリングポリマー約0.01%~約20%と、
- b) (i) エマルジョン中の粒子として分散され約150ナノメートル未満の平均粒子サイズを有するポリオルガノシロキサンと、(ii) エマルジョン中にオルガノポリシロキサンを分散させるための界面活性剤系を含んでなるポリオルガノシロキサンエマルジョンであって、その量は、パーソナルケア組成物が0.01%~10%のポリオルガノシロキサンを含んでなるような量であるポリオルガノシロキサンエマルジョンと、
- c) シリコーン-ポリオキシアルキレンコポリマー界面活性剤約0.01%~約10%と、
- d) (i) 水、水溶性有機溶媒、水素結合パラメータにおいて非常に強いから中程度に強

50

い有機溶媒、およびそれらの混合物からなる群から選択され、 $C_1 \sim C_3$ 一価アルコール、ケトンおよびエーテル以外である第1の溶媒を組成物の重量に対して少なくとも約0.5%含んでなる担体とを含んでなる。

【0009】

シリコーン-ポリオキシアルキレンコポリマー界面活性剤は、次の式(I)：



(式中、 M' は一官能性単位 $R_2 R' Si O_{1/2}$ であり、 D は二官能性単位 $R_2 Si O_{2/2}$ であり、 D' は二官能性単位 $RR' Si O_{2/2}$ であり、 R は独立に、 H 、 $C_1 \sim C_6$ アルキルまたはアリールであり、 R' は独立に、オキシアルキレン含有部分、 H または CH_3 であり、 b は約10～約1000の整数、好ましくは約10～約500、更に好ましくは約20～200であり、 c は0～約100の整数であり、 c が0である時、少なくとも一方の M' がオキシアルキレン部分を含むかぎり、好ましくは、 c は0である)を有するシリコーン-直鎖ポリオキシアルキレンコポリマーと次の式(II)：



(式中、 M は一官能性単位 $R_3 Si O_{1/2}$ であり、 D は二官能性単位 $R_2 Si O_{2/2}$ であり、 D' は二官能性単位 $RR' Si O_{2/2}$ であり、 R は独立に、 H 、 $C_1 \sim C_6$ アルキルまたはアリールであり、 R' はオキシアルキレン含有部分であり、 b は約10～約1000の整数であり、 c は1～約100の整数である)を有するシリコーン-グラフトポリオキシアルキレンコポリマーとから選択される。

【0010】

好ましい実施形態において、組成物はさらに、 $C_1 \sim C_3$ 一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$ ケトン、 $C_1 \sim C_3$ エーテルおよびそれらの混合物から選択される第2の溶媒、好ましくは $C_1 \sim C_3$ 一価アルコールを含んでなる。このタイプの組成物は、好ましくは第1の溶媒として水を含んでなる。

【0011】

[発明の詳細な説明]

本発明の必須コンポーネントを以下で説明する。本発明の実施形態において有用な種々の任意のコンポーネントおよび好ましいコンポーネントの他を排除しない説明も含む。

本発明は、必要なまたは任意のあらゆる成分および／または本明細書において記載された限界を含んでなり、それらからなり、あるいはそれらから主としてなることが可能である。

すべての百分率および比率は、特に指示しないかぎり重量に基づいて計算されている。すべての百分率は、特に指示しないかぎり全組成物に基づいて計算されている。

すべての分子量は重量平均分子量であり、モル当たりのグラムの単位で示されている。

【0012】

すべての成分のレベルは、当該成分の活性種のレベルに関するものであり、特に指示しないかぎり、市販されている供給源中に存在しうる溶媒、副生物、その他の不純物を除く。すべての測定は、特に指定しないかぎり、約73°Fである周囲室温において行われる。すべての特許、特許出願および印刷刊行物を含め、本明細書において引用するすべての文書は、本開示においてそれらの全文を参考として包含するものである。

【0013】

本明細書において用いられる「人の髪に塗るために適する」という用語は、そのように記載されている組成物または組成物のコンポーネントが、過度の毒性、不適合性、不安定性およびアレルギー反応などを伴わずに人の髪、頭皮および肌に接触して用いるために適することを意味する。

【0014】

本発明の組成物のコンポーネントは、全体的な組成物が適合できるように選択される。本発明において用いられる適合できるとは、組成物の美的特性または機能的特性に著しく悪い影響を及ぼす組成物の著しい相分離、例えば、過剰の曇り、成層、沈殿がないことを意

10

20

30

40

50

味する。

【0015】

好ましい組成物は、必須コンポーネント、すなわち、ヘアスタイリングポリマー、シリコーンエマルジョン、シリコーンポリエーテル界面活性剤および担体の混合物が実質的に均質な溶液または分散液（好ましくはマイクロ分散液）である組成物、更に好ましくは、外観が実質的に透明から半透明の溶液または分散液（好ましくはマイクロ分散液）である組成物である。好ましい最終組成物は、これらの特性によっても特徴付けられる組成物である。好ましい組成物は、必須コンポーネントの混合物が、標準分光分析方法によって測定して460nmの波長で少なくとも約50%の%透過率をもたらす組成物である。好ましい最終組成物は、これらの特性によっても特徴付けられる組成物である。

10

【0016】

ヘアスタイリングポリマー

本発明の組成物は、髪にスタイリング可能性をもたらすヘアスタイリングポリマーを含んでなる。ヘアスタイリングポリマーは、髪を形作るまたはスタイリングすることができるような接着性を有し、また髪のシャンプー洗いまたはリンスによって除去できるべきである。1種以上のヘアスタイリングポリマーを用いてもよい。ヘアスタイリングポリマーの合計量は、一般に約0.01%～約20%、好ましくは約0.1%～約15%、更に好ましくは約0.5%～約10%である。種々のヘアスタイリングポリマーが本発明において適する。特定のポリマーは、組成物中のポリマーの溶解度および組成物のイオン結合度を考慮して当業者によって選択される。

20

【0017】

適するヘアスタイリングポリマーは、本明細書において記載された担体中に組成物中で用いられる重量比で可溶であるか、あるいは分散可能（好ましくはマイクロ分散可能）であるポリマーである。溶解度／分散度は、温度および圧力の周囲条件（25℃、101.3kPa（1気圧））で測定される。ポリマーの溶解度は、中和がなされるとすればその後測定されるべきである。

ヘアスタイリングポリマーの例には以下のものが挙げられる。

【0018】

a) シリコーン含有ヘアスタイリングコポリマー

適するヘアスタイリングポリマーには、シリコーンと非シリコーン接着性ポリマーとのグラフトコポリマーおよびブロックコポリマーが挙げられる。グラフト、ブロックを問わず、これらのポリマーは、以下の4つの基準を満足させるべきである。

30

（1）乾くと、コポリマー相は、シリコーン部分を含む不連続相と非シリコーン部分を含む連続相に分離する。

（2）シリコーン部分は、非シリコーン部分に共有結合される。

（3）シリコーン部分の分子量は、約1,000～約50,000である。

（4）非シリコーン部分は、ヘアケア組成物ビヒクル中でコポリマー全体を可溶または分散可能にする必要があり、コポリマーが髪に付着／接着することを可能にする必要がある。

【0019】

本明細書において用いられる相分離は、1997年8月19日発行のポリヒ（B o l i c h）らによる米国特許第5,658,557号に記載されているものであり、この特許は本明細書において参考として包含するものである。

40

本組成物は、好ましくは約0.01%～約20%、更に好ましくは約0.1%～約15%、最も好ましくは約1%～約10%のシリコーン含有ヘアスタイリングポリマーを含んでなる。

適するシリコーンコポリマーには以下のものが挙げられる。

【0020】

（i）シリコーングラフトコポリマー

好ましいシリコーンポリマーは、1997年8月19日発行のポリヒ（B o l i c h）ら

50

による米国特許第5,658,557号、1987年9月15日発行のマズレク (Mazurek) による米国特許第4,693,935号および1988年3月1日発行のクレメンズ (Clements) らによる米国特許第4,728,571号において製造方法と合わせて記載されているシリコングラフトコポリマーである。これらの特許のそれぞれは本明細書において参考として包含するものである。シリコン含有コポリマーは、組成物にヘアコンディショニング特性およびヘアセッティング特性をもたらす。

【0021】

これらのポリマーは、一価シロキサン高分子部分をグラフトさせたビニル高分子主鎖を有する約10,000～約1,000,000の分子量を有するコポリマーであって、Cモノマーと、Aモノマー、Bモノマーおよびそれらの混合物からなる群から選択されるコンポーネントとを含んでなるコポリマーを包含する。Aは少なくとも1種のラジカル重合性ビニルモノマーであり、Aを用いる時、その重量による量は、コポリマー中の全モノマーの総重量の約98%以下である。BはAと共重合可能な少なくとも1種の強化用モノマーであり、Bを用いる時、その重量による量は、コポリマー中の全モノマーの総重量の約98%以下である。Bモノマーは、好ましくは約-20℃より高いT_gまたはT_mを有する極性モノマーおよびマクロマーからなる群から選択される。Cはコポリマーの約0.01%～約50%を構成し、約1,000～約50,000の分子量および一般式X(Y)_nSi(R)_{3-m}(Z)_m (式中、XはAおよびBモノマーと共重合可能なビニル基であり、Yは二価結合基であり、Rは、水素、低級アルキル (好ましくはC₁～C₅、更に好ましくはC₁～C₃)、アリアルまたはアルコキシであり、Zは、少なくとも約500の数平均分子量を有する一価シロキサン高分子部分であり、また共重合条件下で本質的に反応性がないと共に、共重合後にビニル高分子主鎖から垂れ下がっており、nは0または1であり、mは1～3の整数である)を有する高分子モノマーである。

【0022】

もう一つの実施形態において、シリコン含有コポリマーは、好ましくは約-20℃より高いT_gを有するビニル高分子主鎖を有し、約1,000～約50,000の間、好ましくは約5,000～約40,000の間、最も好ましくは約20,000の重量平均分子量を有するポリジメチルシロキサンモノマーを主鎖にグラフトさせている。この場合、ポリマーは、乾燥されると、ポリマーがポリジメチルシロキサンマクロマーを含む不連続相と主鎖を含む連続相とに分離するように所定の組成物用を選択される。

【0023】

本ポリマーは、約10,000～約1,000,000 (好ましくは約30,000～約300,000) の重量平均分子量および好ましくは少なくとも約20℃のT_gを有するべきである。これらのポリマーに関して本明細書において用いられる「T_g」という略号は、非シリコン主鎖のガラス転移温度を意味し、「T_m」という略号は、非シリコン主鎖の結晶融点を、所定のポリマーにおいてこうした転移が存在する場合に意味する。

【0024】

A (疎水性) モノマーの代表的な例は、メタノール、エタノール、メトキシエタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、1-ブタノール、2-メチル-1-プロパノール、1-ペンタノール、2-ペンタノール、3-ペンタノール、2-メチル-1-ブタノール、1-メチル-1-ブタノール、3-メチル-1-ブタノール、1-メチル-1-ペンタノール、2-メチル-1-ペンタノール、3-メチル-1-ペンタノール、t-ブタノール (2-メチル-2-プロパノール)、シクロヘキサノール、ネオデカノール、2-エチル-1-ブタノール、3-ヘプタノール、ベンジルアルコール、2-オクタノール、6-メチル-1-ヘプタノール、2-エチル-1-ヘキサノール、3,5-ジメチル-1-ヘキサノール、3,5,5-トリメチル-1-ヘキサノール、1-デカノール、1-ドデカノール、1-ヘキサデカノールおよび1-オクタデカノールなどの、平均炭素原子数が約4～12個で約1～18個の炭素原子を有するC₁～C₁₈アルコールのアクリル酸エステルまたはメタクリル酸エステル、スチレン、ポリスチレンマクロマー、酢酸ビニル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、プロピオン酸ビニル、アルファメチルスチレン、t-ブチル

スチレン、ブタジエン、シクロヘキサジエン、エチレン、プロピレン、ビニルトルエンおよびそれらの混合物である。

【0025】

B（親水性）モノマーの代表的な例には、アクリル酸、メタクリル酸、N，N－ジメチルアクリルアミド、ジメチルアミノエチルメタクリレート、第四化ジメチルアミノエチルメタクリレート、メタクリルアミド、N－ｾｰﾌﾞチルアクリルアミド、マレイン酸、無水マレイン酸およびその半エステル、クロトン酸、イタコン酸、アクリルアミド、アクリレートアルコール、ヒドロキシエチルメタクリレート、ジアリルジメチルアンモニウムクロリド、ビニルピロリドン、ビニルエーテル（メチルビニルエーテルなど）、マレイミド、ビニルピリジン、ビニルイミダゾール、その他の極性ビニルヘテロ環、スチレンスルホネート、アリルアルコール、ビニルアルコール（重合後に酢酸ビニルの加水分解による製造される）、ビニルカプロラクタムおよびそれらの混合物が挙げられる。好ましいBモノマーには、アクリル酸、N，N－ジメチルアクリルアミド、ジメチルアミノエチルメタクリレート、第四化ジメチルアミノエチルメタクリレート、ビニルピロリドンおよびそれらの混合物が挙げられる。

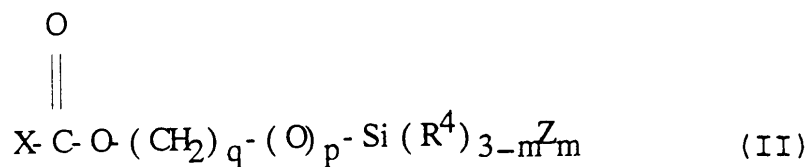
10

【0026】

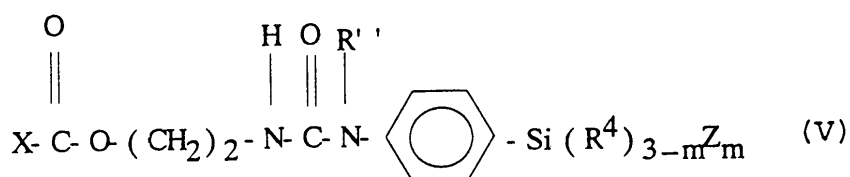
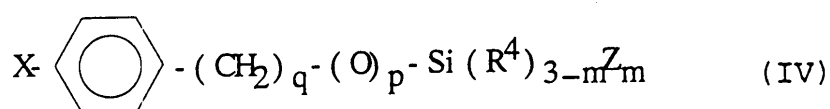
好ましくは、Cモノマーは、以下の群から選択される式を有する。

【0027】

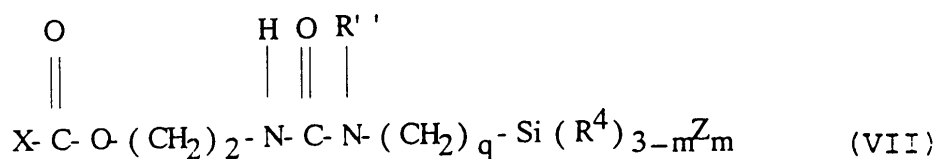
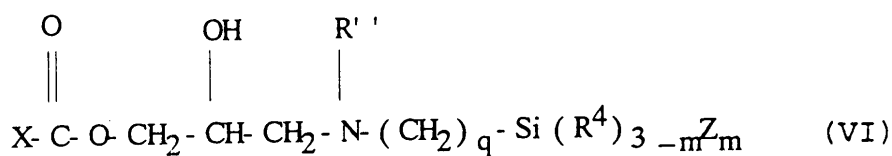
【化2】



10



20



30

【0028】

これらの構造において、 m は1、2または3（好ましくは、 $m=1$ ）であり、 p は0または1、好ましくは0であり、 R'' はアルキルまたは水素であり、 q は（IV）を除くすべてにおいて、2～6の整数であり、（IV）において q は0～6の整数であり、 X は、

【0029】

【化3】

40



【0030】

であり（ここで R^1 は水素または $-\text{COOH}$ であり、 R^2 は水素、メチルまたは $-\text{CH}_2\text{COOH}$ である）、 Z は

50

【0031】

【化4】



【0032】

である。

ここで R^4 はアルキル、アルキルアミノ、アリールまたはヒドロキシル（好ましくは R^4 はアルキルである）であり、 r は約5～約700の整数である。

【0033】

シリコングラフトポリマーは、一般に0%～約98%（好ましくは約5%～約98%、更に好ましくは約20%～約90%）のモノマーA、約0%～約98%（好ましくは約7.5%～約80%）のモノマーBおよび約0.1%～約50%（好ましくは約0.5%～約40%、最も好ましくは約2%～約25%）のモノマーCを含んでなる。AおよびBモノマーの混合物は、ポリマーの好ましくは約50.0%～約99.9%（更に好ましくは約60%～約99%、最も好ましくは約75%～約95%）を構成する。特定のあらゆるコポリマーの組成は配合物特性を決定するのを助ける。実際、特定のA、BおよびCコンポーネントの適切な選択および組合せによって、コポリマーは、特定のビヒクル中に含めるために最適化することができる。例えば、水性配合物に可溶または分散可能であるポリマーは、好ましくは、約0～約70（好ましくは約5%～約70%）のモノマーA、約10～約98%（好ましくは約10%～約80%、更に好ましくは約10～約60%）のモノマーBおよび約1%～約40%のモノマーCの組成を有する。

【0034】

本発明において用いるために特に好ましいポリマーには、以下のものが挙げられる（以下の重量%は、重合反応に添加された反応物の量に関するものであり、必ずしも最終ポリマー中の量ではない）。

【0035】

アクリル酸／ n -ブチルメタクリレート／（ポリジメチルシロキサン（PDMS）マクロマー-20,000の分子量）（10／70／20 w/w/w）（ポリマー分子量＝80～200M）

N,N-ジメチルアクリルアミド／イソブチルメタクリレート／（PDMSマクロマー-20,000の分子量）（20／60／20 w/w/w）（ポリマー分子量＝50～300M）

N,N-ジメチルアクリルアミド／（PDMSマクロマー-20,000の分子量）（80／20 w/w）（ポリマー分子量＝50～500M）

t -ブチルアクリレート／アクリル酸／（PDMSマクロマー-12,000～14,000の分子量）（60／20／20 w/w/w）（ポリマー分子量＝120～150M）

t -ブチルアクリレート／アクリル酸／（PDMSマクロマー-12,000～14,000の分子量）（65／25／10 w/w/w）（ポリマー分子量＝100～140M）

【0036】

t -ブチルアクリレート／アクリル酸／（PDMSマクロマー-10,000～15,000の分子量）（60／20／20 w/w/w）（ポリマー分子量＝50～160M）

t -ブチルアクリレート／アクリル酸／（PDMSマクロマー-12,000～14,000の分子量）（60／20／20 w/w/w）（ポリマー分子量＝50～160M）

t -ブチルアクリレート／アクリル酸／（PDMSマクロマー-2,000～5,000

10

20

30

40

50

の分子量) (60/20/20 w/w/w) (ポリマー分子量=50~150M)
 第四化ジメチルアミノエチルメタクリレート/イソブチルメタクリレート/(PDMSマ
 クロマー-10, 000~15, 000の分子量) (60/20/20 w/w/w) (ポ
 リマー分子量=90~120M)

【0037】

(ii) シリコーンブロックコポリマー

ポリシロキサンの反復ブロック単位を含んでなるシリコーンブロックコポリマーも本明細書において有用である。

シリコーン含有ブロックコポリマーの例は、1996年6月4日発行のゲック (Geck) らによる米国特許第5, 523, 365号、1987年8月25日発行のクリベロ (Crivello) による米国特許第4, 689, 289号、1986年4月22日発行のクリベロ (Crivello) による米国特許第4, 584, 356号、Macromolecular Design, Concept & Practice, Ed: M. K. Mishra, Polymer Frontiers International, Inc. Hopewell Jct., NY (1994)、およびBlock Copolymers, A. Noshay and J. E. McGrath, Academic Press, NY (1997) において見られる。これらすべての全文は本明細書において参考として包含するものである。本明細書において用いるために適するその他のシリコーンブロックコポリマーは、上で引用し包含した米国特許第5, 658, 577号において製造方法と合わせて記載されているものである。

【0038】

本発明において有用なシリコーン含有ブロックコポリマーは、式A-B、A-B-Aおよび-(A-B)_n- (式中、nは2以上の整数である) によって記載できる。A-Bはジブロック構造を表し、A-B-Aはトリブロック構造を表し、-(A-B)_n-は多ブロック構造を表す。ブロックコポリマーは、ジブロック、トリブロックおよびより高次の多ブロックの組合せならびに少量のホモポリマーの混合物を含んでなることが可能である。

【0039】

シリコーンブロック部分Bは、高分子構造-(SiR₂O)_m- (式中、各Rは独立に、水素、ヒドロキシル、C₁~C₆アルキル、C₁~C₆アルコキシ、C₂~C₆アルキルアミノ、スチリル、フェニル、C₁~C₆アルキルまたはアルコキシ置換フェニルから選択され、好ましくは、Rはメチルである) によって表すことができる。前の式において、mは約10以上の整数、好ましくは、mは約40以上の整数、更に好ましくは約60以上、最も好ましくは約100以上の整数である。

【0040】

非シリコーンブロックAは、シリコーングラフトコポリマー用のAおよびBモノマーに関して上述したモノマーから選択されるモノマーを含んでなる。ブロックコポリマーは、好ましくは、約50%重量%以下 (好ましくは約10~約20%) の1種以上のポリジメチルシロキサンプロックと1種以上の非シリコーンブロック (好ましくはアクリレートまたはビニル) を含む。

【0041】

(iii) 硫黄結合シリコーン含有コポリマー

ブロックコポリマーを含め、硫黄結合シリコーン含有コポリマーも本明細書において有用である。シリコーン含有コポリマーに関して本明細書において用いられる「硫黄結合」という用語は、コポリマーが硫黄結合 (すなわち、-S-)、ジスルフィド結合 (すなわち、-S-S-) またはスルフヒドリル基 (すなわち、-SH) を含むことを意味する。これらの硫黄結合シリコーン含有コポリマーは、以下の一般式によって表される。

【0042】

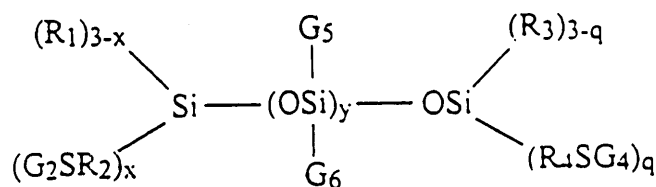
【化5】

10

20

30

40



【0043】

式中、 G_5 は独立に、アルキル、アリール、アルカリール、アルコキシ、アルキルアミノ、フルオロアルキル、水素および—ZSAからなる群から選択される独立に同じまたは異なることが可能である一価部分を表し、ここでAは、重合されたラジカル重合性モノマーから主としてなるビニル高分子セグメントであり、Zは二価結合基である。有用な二価結合基Zには、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキレン、アルカリーレン、アリーレンおよびアルコキシアルキレンが挙げられるが、それらに限定されない。好ましくは、Zは、商業的入手可能性の理由のためにメチレンおよびプロピレンからなる群から選択される。

10

【0044】

G_6 は、アルキル、アリール、アルカリール、アルコキシ、アルキルアミノ、フルオロアルキル、水素および—ZSAからなる群から選択される独立に同じまたは異なることが可能である一価部分を表す。

20

G_2 はAを含んでなる。

G_4 はAを含んでなる。

【0045】

R_1 は、独立に同じまたは異なることが可能であると共に、アルキル、アリール、アルカリール、アルコキシ、アルキルアミノ、フルオロアルキル、水素およびヒドロキシルからなる群から選択される一価部分を表す。好ましくは、 R_1 は、商業的入手可能性の理由のために $C_1 \sim C_4$ アルキルおよびヒドロキシルからなる群から選択される独立に同じまたは異なることが可能である一価部分を表す。最も好ましくは、 R_1 はメチルである。

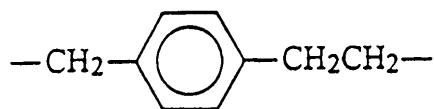
【0046】

R_2 は、独立に同じまたは異なることが可能であると共に、二価結合基を表す。適する二価結合基には、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキレン、アリーレン、アルカリーレンおよびアルコキシアルキレンが挙げられるが、それらに限定されない。好ましくは、 R_2 は、化合物の合成の容易さにより $C_1 \sim C_3$ アルキレンおよび $C_7 \sim C_{10}$ アルカリーレンからなる群から選択される。最も好ましくは、 R_2 は、—CH₂—、1, 3-プロピレンおよび以下のものからなる群から選択される。

30

【0047】

【化6】



40

;

【0048】

R_3 は、独立に同じまたは異なることが可能であると共に、アルキル、アリール、アルカリール、アルコキシ、アルキルアミノ、フルオロアルキル、水素およびヒドロキシルからなる群から選択される一価部分を表す。好ましくは、 R_3 は、商業的入手可能性の理由のために $C_1 \sim C_4$ アルキルおよびヒドロキシルからなる群から選択される独立に同じまたは異なることが可能である一価部分を表す。最も好ましくは、 R_3 はメチルである。

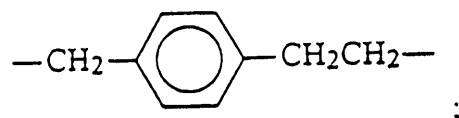
【0049】

50

R_4 は、独立に同じまたは異なることが可能であると共に、二価結合基を表す。適する二価結合基には、 $C_1 \sim C_{10}$ アルキレン、アリーレン、アルカリーレンおよびアルコキシアルキレンが挙げられるが、それらに限定されない。好ましくは、 R_4 は、化合物の合成の容易さのために $C_1 \sim C_3$ アルキレンおよび $C_7 \sim C_{10}$ アルカリーレンからなる群から選択される。最も好ましくは、 R_4 は、 $-CH_2-$ 、1, 3-プロピレンおよび以下のものからなる群から選択される。

【0050】

【化7】



10

【0051】

x は0～3の整数である。

y は5以上の整数、好ましくは、 y は約14～約700の範囲の整数、好ましくは約20～約200である。

q は0～3の整数である。

ここで、以下の内の少なくとも1つが真実である。

q は少なくとも1の整数である。

x は少なくとも1の整数である。

G_5 は少なくとも1個の-ZSA部分を含んでなる。

G_6 は少なくとも1個の-ZSA部分を含んでなる。

【0052】

上述した通り、Aは、重合されたラジカル重合生モノマーから形成されるビニル高分子セグメントである。Aの選択は、典型的には組成物の所期の用途およびコポリマーがその所期の目的を達成するためにもつ必要がある特性に基づく。ブロックコポリマーの場合にAがブロックを含んでなる場合、ABAおよびABAB構成を有するポリマーは、メルカプト官能シリコン化合物の一方または両方の末端珪素原子にメルカプト官能基-SHをそれぞれ結合しているか否かに依存して得られる。コポリマーのビニルポリマーブロックまたはセグメント対シリコンセグメントの重量比は、異なることが可能である。好ましいコポリマーは、コポリマーがポリマーの全体的な溶解度を保持しつつ異なる高分子セグメントの各々に固有の特性をもつために、ビニルポリマーセグメント対シリコンセグメントの重量比が約98：2～50：50の範囲であるコポリマーである。

30

【0053】

硫黄結合シリコンコポリマーは、1995年11月21日発行のクマル（Kumar）らによる米国特許第5,468,477号および1995年2月9日発行のスリーエム（3M）に譲渡されたPCT出願第WO95/03776号に更に詳細に記載されている。これらは本明細書において参考として包含するものである。

40

【0054】

b) 非シリコン含有ヘアスタイリングポリマー

本発明の組成物は、非シリコン含有ヘアスタイリングポリマーを代わりにまたは追加的に含んでなることが可能である。非シリコン含有ヘアスタイリングポリマーには、非イオン性ポリマー、アニオン性ポリマー、カチオン性ポリマー、両性ポリマーおよびそれらの混合物が挙げられる。非シリコン含有ヘアスタイリングポリマーを用いる時、それは、組成物の重量に対して好ましくは約0.01%～約20%、更に好ましくは約0.1%～約15%、最も好ましくは約0.5%～約10%の混合量で存在する。

【0055】

適するカチオン性ポリマーには、ポリクアテルニウム-4（Cetquat H-100

50

、L200-供給業者ナショナルスターチ (National Starch))、ポリクアテルニウム-10 (Celquat SC-240C、SC-230M-供給業者ナショナルスターチ (National Starch))、(UCAREポリマーシリーズ-JR-125、JR-400、LR-400、LR-30M、LK-供給業者アメルコル (Amerchol))、ポリクアテルニウム-11 (Gafquat 734、755N-供給業者ISP)、ポリクアテルニウム-16 (Luviquat FC370、FC550、FC905、HM-552-供給業者BASF)、PVP/ジメチルアミノエチルメタクリレート (Copolymer 845、937、958-供給業者ISP)、ビニルカプロラクタム/PVP/ジメチルアミノエチルメタクリレートコポリマー (Gaffix VC-713、H2OLD EP-1-供給業者ISP)、チトサン (Chitosan) (Kytamer L、Kytamer PC-供給業者アメルコル (Amerchol))、ポリクアテルニウム-7 (Merquat 550-供給業者カルゴン (Calgon))、ポリクアテルニウム-18 (Mirapol AZ-1-供給業者ローヌ・プーラン (Rhône-Poulenc))、ポリクアテルニウム-24 (Quatrisoft Polymer LM-200-供給業者アメルコル (Amerchol))、ポリクアテルニウム-28 (Gafquat HS-100-供給業者ISP)、ポリクアテルニウム-46 (Luviquat Hold-供給業者BASF)、チトサングリコレート (Chitosan Glycolate) (Hydagen CMF、CMFP-供給業者ヘンケル (Henkel))、ヒドロキシエチルセチルジモニウムホスフェート (Luviquat Mono CP-供給業者BASF)、およびグ
 アーヒドロキシプロピルトリモニウムクロリド (Jaguar Cシリーズ-13S、-14S、-17、162、-2000、Hi-CARE1000-供給業者ローヌ・プーラン (Rhône-Poulenc)) が挙げられる。

【0056】

好ましいカチオン性ポリマーは、ポリクアテルニウム-4、ポリクアテルニウム-10、ポリクアテルニウム-11、ポリクアテルニウム-16、PVP/ジメチルアミノエチルメタクリレート、ビニルカプロラクタム/PVP/ジメチルアミノエチルメタクリレートコポリマーおよびチトサン (Chitosan) である。

【0057】

適する両性ポリマーには、オクチルアクリルアミド/アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレートコポリマー (Amphomer 28-4910、Amphomer LV-71 28-4971、Lovocryl-47 28-4947-供給業者ナショナルスターチ (National Starch)) およびメタクリロイルエチルベタイン/メタクリレートコポリマー (Diaformerシリーズ-供給業者三菱 (Mitsubishi)) が挙げられる。オクチルアクリルアミド/アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレートコポリマーは好ましい。

【0058】

比較的低いアルコール系、例えば、約55%アルコール未満のために特に好ましいポリマーは、広い範囲のpHにわたって常に正電荷をもつが、塩基pHのみで負に帯電される酸基を含む点である程度双性イオン性であるポリマーである。従って、ポリマーは、より低いpHで正に帯電し、より高いpHで中性(負電荷と正電荷の両方をもつ)である。双性イオン性ポリマーは、当該技術分野で知られているようなセルロース誘導体、コムギ誘導体およびキチン誘導体から選択することができる。本明細書において有用な双性イオン性ポリマーの非限定的な例には、ポリクアテルニウム-47 (Merquat 2001-供給業者カルゴン (Calgon)) (アクリル酸、メタクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロリドおよびメチルアクリレートの双性イオン性コポリマー)、カルボキシブチルチトサン (Chitolam NB/101-ランベルチ (Lamberti)) が開発、パイロット (Piro Chemical Company) が販売) およびジカルボキシエチルチトサン (N-[(3'-ヒドロキシ-2', 3'-ジカルボキシ)エチル]-β-D-(1, 4)-グルコサミン) (例えば、CHITOLAN NB/

101としてアメルコル (Amerchol) から入手できる) が挙げられる。

【0059】

有用な非イオン性ポリマーには、PVPすなわち、ポリビニルピロリドン (PVP K-15、K-30、K-60、K-90、K-120-供給業者ISP) (Luviskol Kシリーズ12、17、30、60、80および90-供給業者BASF)、PVP/VA (PVP/VAシリーズS-630、735、635、535、335、235-供給業者ISP) (Luviscol VA)、PVP/DMAPAアクリレートコポリマー (Stylyze CC-10-供給業者ISP)、PVP/VA/プロピオン酸ビニルコポリマー (Luviscol VAP343E、VAP343I、VAP343PM-供給業者BASF)、ヒドロキシルエチルセルロース (Cellulose HEC-供給業者アメルコル (Amerchol)) およびヒドロキシルプロピルグアーゴム (Jaguar HPシリーズ-8、-60、-105、-120-供給業者ローヌ・プーラン (Rhône-Poulenc)) が挙げられる。

10

好ましい非イオン性ポリマーは、PVPすなわち、ポリビニルピロリドン、PVP/VA、PVP/DMAPAアクリレートコポリマーおよびヒドロキシルプロピルグアーゴムである。

【0060】

本明細書において用いるために適するアニオン性ポリマーには、VA/クロトネート/ビニルネオデカノエートコポリマー (Resyn 28-2930-供給業者ナショナルスターチ (National Starch))、PVM/MAのブチルエステル (Gantrez A-425、ES-425、ES-423-供給業者ISP)、PVM/MAのエチルエステル (Gantrez ES-225、SP-215-供給業者ISP)、アクリレート/アクリルアミドコポリマー (Luvimer 100P、Luvimer LOW VOC-供給業者BASF)、メタクリレートコポリマー (Balance 0/55-供給業者ナショナルスターチ (National Starch))、酢酸ビニル/クロトン酸コポリマー (Luviset CA-66-供給業者BASF)、PVM/MAコポリマーのイソプロピルエステル (Gantrez ES-335-供給業者ISP)、アクリレートコポリマー、メタクリレート/アクリレートコポリマー/アミン塩 (Diaholdポリマー-供給業者三菱 (Mitsubishi))、メトキシエテンとの2-ブテン二酸 (Z)-、モノエチルエステルポリマー (Omirez 2000)、VA/マレイン酸ブチル/イソボルニルアクリレート ((Advantage Plus) ターポリマー-供給業者ISP)、アクリレートコポリマー (Amerhold DR-25-供給業者アメルコル (Amerchol))、アクリレート/ヒドロキシエステルアクリレートコポリマー (Acudyne 225-供給業者ロームアンドハース (Rohm & Haas))、酢酸ビニル/クロトン酸/プロピオン酸ビニルコポリマー (Luviset CAP-供給業者BASF)、PVP/アクリレートコポリマー (Luviflex VBM35-供給業者BASF)、ジグリコール/CHDM/イソフタレート/SIPコポリマー (Eastman AQ48、AQ55-供給業者イーストマン (Eastman Chemicals))、アクリレート/オクタアクリルアミドコポリマー (Versatyl-42またはAmphomer HC-供給業者ナショナルスターチ (National Starch))、TBA/AAコポリマー (75/25-三菱化学 (Mitsubishi Chemical Corp.))、アクリレートコポリマー (Aculyn 33-供給業者ロームアンドハース (Rohm & Haas))、アクリレート/ステアレス-20メタクリレートコポリマー (Aculyn 22-供給業者ロームアンドハース (Rohm & Haas)) およびカルボマー (供給業者グッドリッチ (B. F. Goodrich)) が挙げられる。

20

30

40

【0061】

好ましいアニオン性ポリマーは、VA/クロトネート/ビニルネオデカノエートコポリマー、PVM/MAのブチルエステル、PVM/MAのエチルエステル、アクリレート/アクリルアミドコポリマー、メタクリレートコポリマーおよび酢酸ビニル/クロトン酸コ

50

リマーである。

【0062】

オルガノポリシロキサンエマルション

本発明の好ましい組成物は、一般に界面活性剤の補助により、適切な担体に分散されたポリシロキサン粒子を含んでなるオルガノポリシロキサンエマルションも含有する。オルガノポリシロキサンエマルションは、一般に、1種以上のイオン性界面活性剤または非イオン性界面活性剤によってエマルションまたはマイクロエマルション中で安定化されたオルガノポリシロキサンの水性エマルションまたはマイクロエマルションである。こうしたエマルションおよびマイクロエマルションは、機械的にまたは乳化重合によって製造することができる。本発明において用いられるエマルションおよびマイクロエマルションは、好ましくは、乳化重合によって製造されるものである。

10

【0063】

エマルションは、好ましくは約0.01～約10%、更に好ましくは約0.05%～約6%、最も好ましくは約0.1%～約4%の分散ポリシロキサンを組成物が含有するような量で含まれる。組成物は、典型的には約0.02%～約50%のエマルションを含む。

【0064】

オルガノポリシロキサンエマルションは、エマルション中の分散オルガノポリシロキサンの平均粒子サイズ、すなわち、直径によって分類することができる。乳化重合によって製造されるエマルションは、一般に約140ナノメートル未満、更に一般に約50ナノメートル未満（「マイクロエマルション」と呼ばれることが多い）の直径を有する分散粒子としてオルガノポリシロキサンを含んでなる。微細エマルションは、一般に、約140～300ナノメートルの直径を有するオルガノポリシロキサンの粒子を含有するものである一方で、標準エマルションは、一般に、約300ナノメートルより大きい直径を有するオルガノポリシロキサン粒子を含有するものである。エマルションの粒子サイズは、例えば、Leeds & Northrup Microtrac UPA粒子寸法測定器を用いる従来の方法によって測定することができる。

20

【0065】

本発明において用いられるエマルションの平均粒子サイズは、約150ナノメートル未満、更に好ましくは約100ナノメートル未満、なお更に好ましくは約80ナノメートル未満、より更に好ましくは約60ナノメートル未満、最も好ましくは約40ナノメートル未満である。これらの粒子サイズを有するシリコーンエマルションは、より大きな粒子サイズを有するものよりも安定である傾向があると共に良好な外観を有する。

30

【0066】

エマルション中のオルガノポリシロキサンは、25℃において約20～3,000,000 mm^2/s (c s)、好ましくは300～300,000 c s、最も好ましくは350～200,000 c sの粘度を有する直鎖または分岐鎖シロキサン流体であることが可能である。

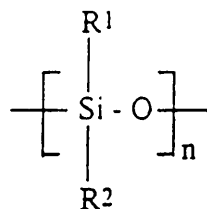
【0067】

適するオルガノポリシロキサンは、好ましくは、以下の二官能性反復「D」単位（式中、nは1より大きく、 R^1 および R^2 はそれぞれ独立に、 $C_1\sim C_7$ アルキルまたはフェニルである）を含む。シロキサンの混合物を用いてもよい。シロキサンの例には、ポリジメチルシロキサン、ポリジエチルシロキサン、ポリメチルエチルシロキサン、ポリメチルフェニルシロキサンおよびポリジエチルシフェニルシロキサンが挙げられる。ジメチルシロキサン「D」単位を有するシロキサンポリマーは経済的観点から好ましい。しかし、 R^1 および R^2 は独立に、メチル以外の官能基、例えば、アミノアルキル、カルボキシアルキル、ハロアルキル、アクリレート、アクリロキシ、アクリルアミド、メルカプトアルキルまたはビニルであることが可能である。

40

【0068】

【化8】



【0069】

シロキサンは、ヒドロキシ基、メトキシ、エトキシおよびプロポキシなどのアルコキシ基またはトリメチルシロキシ基、好ましくはヒドロキシまたはトリメチルシロキシの末端を有することが可能である。

10

【0070】

本明細書において用いられるオルガノポリシロキサンエマルションは、水を含んでなる溶媒中において重合度が小さいオルガノシロキサンの乳化重合によって製造できる。オルガノポリシロキサンは、界面活性剤、例えば、非イオン性界面活性剤およびイオン性界面活性剤によってエマルション中で安定化される。乳化重合後のポリシロキサンの重合度（DP）は、好ましくは3～5，000の範囲、更に好ましくは10～3，000の範囲である。

【0071】

20

エマルションは、EP第459500号（1992年12月4日発行）に記載された乳化重合法によって製造できる。この特許は本明細書において参考として包含するものである。その方法において、安定で油のないポリシロキサンエマルションおよびマイクロエマルションは、環式シロキサン、非イオン性界面活性剤、イオン性界面活性剤、水および縮重合触媒を混合することにより製造される。混合物は、環式シロキサンの基本的に全部が反応し、安定で油のないポリシロキサンエマルションまたはマイクロエマルションが生成するまで重合反応温度で加熱され攪拌される。反応ミックス、特に界面活性剤レベルおよび反応条件は、必要なオルガノポリシロキサン粒子サイズをもたらすために制御される。エマルションおよびマイクロエマルションは、典型的には約3～約10（例えば、6～7.5）のpHを有すると共に、約10～約70重量%、好ましくは約20～約60重量%のシロキサンポリマー、約0%～約30重量%の非イオン性界面活性剤、約0～約30重量%、好ましくは約0～約20重量%のイオン性界面活性剤、残部としての水を含有する。好ましいエマルションおよびエマルションの製造方法は、ジー（Ronald P. Gee）およびビンセント（Judith M. Vincent）の名義で1997年9月15日に出願された米国特許出願第08/929,721号に更に記載されている。この特許の全文は本明細書において参考として包含するものである。

30

【0072】

エマルションは、東レ（Toray）に譲渡された1988年6月6日発行のEPA第0268982号に記載された乳化重合法によっても製造できる。この特許の全文は本明細書において参考として包含するものである。この方法において、エマルションは、触媒量の重合触媒および乳化剤として機能する第2の界面活性剤（第1の界面活性剤と同じであってもよいが、界面活性剤は、反応混合物のイオン結合度を考慮して反応混合物中で適合すべきである）を含有する水溶液に低重合度のポリシロキサン、第1の界面活性剤（アニオン性、カチオン性および非イオン性界面活性剤）および水からなる原料エマルションを徐々に滴下する方法によって製造される。反応ミックスおよび反応条件は、必要なオルガノポリシロキサン粒子サイズをもたらすように制御される。従って、原料エマルションの触媒および界面活性剤の水溶液への30分以上にわたる滴下は、より小さい粒子サイズを有するエマルションを製造するために好ましい。さらに、触媒および界面活性剤水溶液中で用いられる界面活性剤の量は、原料エマルション中のポリシロキサン100重量部当たり約5～約70重量%、更に好ましくは約25～約60重量%である。

40

50

【0073】

従来のいかなる非イオン性界面活性剤もエマルションを製造するために用いることができる。非イオン性界面活性剤のタイプの例には、グラフトシリコーンポリエーテルおよび直鎖ブロックシリコーンポリエーテルの両方、エトキシ化脂肪族アルコール、エトキシ化アルコール、エトキシ化アルキルフェノール、イソラウレスー6（式 $C_{12}H_{25}(OCH_2CH_2)_6OH$ ）を有する分岐鎖脂肪族 C_{12} 含有アルコールのポリエチレングリコールエーテル）、脂肪酸アルカノールアミド、アミノオキシド、ソルビタン誘導体（例えば、デラウェア州ウィルミントンのアイシーアイ（ICI Americas Inc.）から商品名SPANおよびTWEENで市販されている）およびプロピレンオキシド-エチレンオキシドブロックコポリマー（例えば、ニュージャージー州パーシッパニーのBASF社から商品名PLURONICで市販されている）が挙げられる。エマルションの製造において有用なイオン性界面活性剤には、スルホン酸類およびそれらの塩誘導体などの従来のあらゆるアニオン性界面活性剤が挙げられる。イオン性界面活性剤には、乳化重合において用いられる従来のあらゆるカチオン性界面活性剤も挙げられる。これらのタイプの界面活性剤は当該技術分野においてよく知られており、多くの供給業者から市販されている。これらの界面活性剤タイプの特定の例は、上述した特許出願第08/929,721号にも開示されている。

10

【0074】

界面活性剤は、単一タイプの界面活性剤（例えば、アニオン性、カチオン性または非イオン性）の形態で用いることができ、あるいは界面活性剤は、互いに且つ組成物の他のコンポーネントに適合できるかぎり2以上のタイプの組合せとして用いることができる。界面活性剤タイプの好ましい組合せには、2以上のタイプのアニオン性界面活性剤の組合せ、2以上のタイプの非イオン性界面活性剤の組合せ、2以上のタイプのカチオン性界面活性剤の組合せ、アニオン性および非イオン性界面活性剤の両方から選択される2以上のタイプの界面活性剤の組合せ、カチオン性および非イオン性界面活性剤の両方から選択される2以上のタイプの界面活性剤の組合せが挙げられる。

20

【0075】

乳化重合において用いられる触媒は、シロキサン結合を開裂することが可能な縮重合触媒を含め、水の存在下で環式シロキサンを重合することが可能なあらゆる触媒であることが可能である。触媒の例には、強酸および強塩基、ドデシルベンゼンスルホン酸などのイオン性界面活性剤、相転移触媒、および触媒が原位置（in situ）で形成されるイオン交換樹脂が挙げられる。当業者が理解する通り、ある特定の界面活性剤は、重合触媒（例えば、アルキルベンゼンスルホン酸、水酸化第四アンモニウムまたはその塩は、界面活性剤と重合触媒の両方として機能することが可能である）として機能することも可能である。本発明の組成物用に適する界面活性剤系、触媒および生成エマルションは、組成物のイオン結合度を考慮して当業者が選択することができる。一般に、これらの材料は、全体的な組成物が適合できるように選択される。

30

【0076】

本明細書において有用なエマルションは、機械的乳化法によって製造されるエマルションも包含する。但し、乳化重合によって製造されるエマルションが好ましい。機械的なエマルション中で、オルガノポリシロキサンは、一般に約140ナノメートルより大きく且つ約350ナノメートル未満、好ましくは約300ナノメートル未満の直径を有する粒子の形でエマルション中に存在する。機械的なエマルションは知られた機械的方法によって製造することができ、その方法は米国特許第5,017,221号（1991年3月21日）およびEP第463431号（1992年1月2日）に記載されている。典型的な機械的エマルションは、非イオン性界面活性剤によって安定化されたトリメチルシロキシ末端ポリジメチルシロキサンを含有する。こうした機械的方法によると、水、1種以上の非イオン性界面活性剤およびオルガノポリシロキサンは共に混合され、実験室ホモジナイザーまたは激しい攪拌を利用する他の装置を用いて均質化される。これらの機械的なエマルションは、典型的には7~9.5のpHを有すると共に、10~80重量%、好ましくは2

40

50

0～60重量%のシロキサン、0.01～15重量%の非イオン性界面活性剤（複数を含む）、残部としての水を含有する。

【0077】

オルガノポリシロキサンエマルションは、多数の商業的供給業者から入手できる。以下のオルガノポリシロキサンエマルションは、ミシガン州ミッドランドのダウコーニング（Dow Corning）が製造しているものである。

【0078】

ジメチコンコポリオールを含有するエマルション

【0079】

【表1】

エマルションの商品名	Siのタイプ	分散相の粘度(cps)	界面活性剤	Siの粒子サイズ(nm)
DC2-5791-LP	ジメチルシロキサノール、ジメチルシクロシロキサン	70～90M	トリエタノールアミンドデシルベンゼンスルホン酸塩、ポリエチレンオキシドラウリルエーテル	123
DC2-5791-MP	ジメチルシロキサノール、ジメチルシクロシロキサン	70～90M	トリエタノールアミンドデシルベンゼンスルホン酸塩、ポリエチレンオキシドラウリルエーテル	93
DC2-5791	ジメチルシロキサノール、ジメチルシクロシロキサン	70～90M	トリエタノールアミンドデシルベンゼンスルホン酸塩、ポリエチレンオキシドラウリルエーテル	<50
DC2-5791-SP	ジメチルシロキサノール、ジメチルシクロシロキサン	70～90M	トリエタノールアミンドデシルベンゼンスルホン酸塩、ポリエチレンオキシドラウリルエーテル	<40
DC2-5932	ジメチルシロキサノール、ジメチルシクロシロキサン	1～2M	セトリモニウムクロリド、トリデセス-12	<30

【0080】

ジメチコンポリオールを含有しないエマルション

【0081】

【表2】

10

20

30

エマルジョン 商品名	Siのタイプ	分散相 の粘度 (cps)	界面活性剤	Siの 粒子 サイズ (nm)
DC2- 1470 -LP	ジメチルシロキサノール、 ジメチルシクロシロキサン	15- 20M	トリエタノールアミンドデシル ベンゼンスルホン酸塩、ポリエ チレンオキシドラウリルエーテ ル	124
DC2- 1470 -MP	ジメチルシロキサノール、 ジメチルシクロシロキサン	4 - 8 M	トリエタノールアミンドデシル ベンゼンスルホン酸塩、ポリエ チレンオキシドラウリルエーテ ル	94
DC2- 1716 -MEM	メチルシルセキオキサンを含 むジメチルシロキサノール、 オクタメチルシクロテトラシ ロキサン	10- 30M	セトリモニウムクロリド、 トリデセス-12	50~ 80
DC2- 8937	メルカプト-シロキサン	—	セトリモニウムクロリド、 トリデセス-12	50~ 70
DC2- 1470	ジメチルシロキサノール、 ジメチルシクロシロキサン	15- 20M	トリエタノールアミンドデシル ベンゼンスルホン酸塩、ポリエ チレンオキシドラウリルエーテ ル	<50
DC2- 1845	ジメチルシロキサノール、 ジメチルシクロシロキサン	4 - 8 M	トリエタノールアミンドデシル ベンゼンスルホン酸塩、ポリエ チレンオキシドラウリルエーテ ル	<40
DC2- 1845 -HV	ジメチルシロキサノール、 ジメチルシクロシロキサン	60- 70M	トリエタノールアミンドデシル ベンゼンスルホン酸塩、ポリエ チレンオキシドラウリルエーテ ル	<35
DC2- 1550	ジメチルシロキサノール、 ジメチルシクロシロキサン	100- 600M	トリエタノールアミンドデシル ベンゼンスルホン酸塩、ポリエ チレンオキシドラウリルエーテ ル	≤50
DC2- 1281	ジメチルシロキサノール、 ジメチルシクロシロキサン	1 - 2 M	セトリモニウムクロリド、トリ デセス-12	<30
DC2- 8194	ジメチル、アミノメチルプロ ピルシロキサン	4 - 6 M	セトリモニウムクロリド、トリ デセス-12	≤30

【0082】

一般に、最少の粒子サイズを有するエマルジョンは好ましい。ヘアスタイリングポリマーがアニオン性アクリレートポリマーである場合、DC2-1845およびDC2-5791は好ましいエマルジョンである。ヘアスタイリングポリマーが、窒素を含んでなるカチオン性ポリマーである場合、DC-2-8194、DC2-1281およびDC2-5932エマルジョンは好ましい。

シリコーンエマルジョンは、本明細書において記載されたようなシリコーンポリエーテルコポリオールを含有することが可能である。代わりにまたは追加的に、本明細書の組成物は、シリコーンポリエーテルを含有することが可能である。エマルジョン中に既に存在するようなシリコーンポリエーテルを含有しない材料としてエマルジョンが供給される場合、エマルジョンのバッチ組成物を製造する前にシリコーンポリエーテルを添加することができる。ポリエーテルがシリコーンエマルジョン中で分散性でない場合、好ましくは、シリコーンエマルジョンと混ぜる前に10~50%のC₁~C₃一価アルコール、好ましくはエタノールを含有する水のおよそ等部分にポリエーテルを混合する。このプレミックスは、その後、好ましくはプレミックスされた組成物のその他の成分に添加される。

シリコーンポリエーテル界面活性剤

【0083】

本発明の組成物は、オルガノポリシロキサンエマルジョンを安定化させるために適するシリコンポリエーテルを含有する。シリコンポリエーテルは、反復オルガノシロキサン単位を含んでなる高分子部分および反復アルキレンオキシド単位を含んでなる高分子部分（すなわち、シリコーン—ポリオキシアルキレンコポリマー）を含んでなる。適するシリコンポリエーテルは、本発明の組成物中に用いられる担体中で界面活性であるものである。当該技術分野において理解されるように、シリコンポリエーテルの界面活性は、反復オルガノシロキサン単位を含んでなる高分子部分の分子量に依存する。この部分は、担体に不溶であるように十分に大きいが、分子全体を担体に不溶にするほどには大きくない分子量のものであるべきである。シリコンポリエーテルは、全組成物の好ましくは約0.02%～約7%、更に好ましくは約0.05%～約5%の量で用いられる。

10

【0084】

シリコンポリエーテルは、シリコーン—直鎖ポリオキシアルキレンブロックコポリマー（この場合、高分子主鎖はシリコーンブロックとポリオキシアルキレンブロックとを含んでなり、任意にグラフトを有する）、シリコーン—グラフトポリオキシアルキレンコポリマー（この場合、高分子主鎖はシリコーンブロックを含んでなり、ポリオキシアルキレンブロックは、主鎖中よりもグラフトとして存在する）、またはそれらの混合物であることが可能である。直鎖ポリアルキレンブロックコポリマーは好ましい。

【0085】

本明細書において用いるために適する好ましいシリコーン直鎖ブロックポリエーテルは、式（I） $M' D_b D'_c M'$ （式中、 M' は一官能性単位 $R_2 R' Si O_{1/2}$ であり、 D は二官能性単位 $R_2 Si O_{2/2}$ であり、 D' は二官能性単位 $RR' Si O_{2/2}$ であり、 R は独立に、 H 、 $C_1 \sim C_6$ アルキルまたはアリール、好ましくは H または $C_1 \sim C_4$ アルキル、最も好ましくは CH_3 であり、 R' は独立に、オキシアルキレン含有部分、 H または CH_3 であり、 b は約10～約1000の整数、好ましくは約10～約500であり、更に好ましくは約20～約200であり、 c は0～約100の整数、好ましくは0～約50、更に好ましくは、 c が0である時、少なくとも一方の M' がオキシアルキレン部分を含むかぎり、 c は0である）を有する。

20

【0086】

構造（I）中の好ましい R' は、式 $-R'' (OC_n CH_{2n})_y - R'''$ （式中、 R'' は、部分 R' のオキシアルキレン部分をシロキサン主鎖に結合する二価基、好ましくは $-(C_m H_{2m})-$ （ここで m は2～8の整数、好ましくは2～6、更に好ましくは3～6である）であり、 R''' は部分 R' のオキシアルキレン部分のための末端基、例えば、 H 、ヒドロキシル、 $C_1 \sim C_6$ アルキル、アリール、アルコキシ（例えば、 $C_1 \sim C_6$ ）またはアクリロキシ（例えば、 $C_1 \sim C_6$ ）、好ましくはヒドロキシルであり、 n は2～4の整数、好ましくは、 n は2～3であり（すなわち、オキシアルキレン基は、エチレンオキシド、プロピレンオキシドおよび／またはブチレンオキシド単位を含むことが可能である）、 y は1以上の整数であり、コポリマー中のすべてのオキシアルキレン部分からの合計 y は10以上である）を有する。

30

【0087】

R' のオキシアルキレン部分は、ランダムコポリマー、ブロックコポリマーまたはそれらの混合物であることが可能である。構造（I）中の好ましい R' 基は、オキシアルキレン単位がエチレンオキシド単位（EO）、プロピレンオキシド単位（PO）およびそれらの混合単位から選択されるものである。オキシアルキレン単位が、シリコーンポリマー中の全オキシアルキレンに基づいて、 $EO_{10 \sim 100} PO_{0 \sim 100}$ 、更に好ましくは $EO_{20 \sim 70} PO_{20 \sim 70}$ 、最も好ましくは $EO_{30 \sim 70} PO_{30 \sim 70}$ のエチレンオキシド単位（EO）対プロピレンオキシド単位（PO）比を有するものは更に好ましい。

40

【0088】

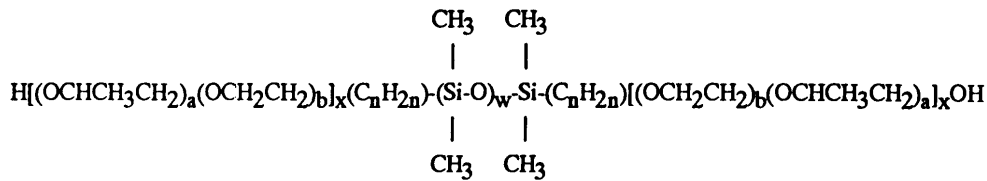
特に好ましいシリコンポリエーテルは、以下の式（式中、 n は上で定義された通りであり、 x は独立に1以上の整数であり、 a および b は独立に、約15～約30の整数であり

50

、wは約20～約200の整数、更に好ましくは約30～約200である）を有するものである。

【0089】

【化9】



10

【0090】

こうしたシリコンポリマーは、商品名テゴプレン（TEGOPREN）5830でゴールドシュミット（Goldschmidt Chemical Company）から市販されている。

【0091】

本明細書において用いるために好ましいシリコングラフトポリエーテルは、式（II） $\text{MD}_b\text{D}'_c\text{M}$ （式中、Mは一官能性単位 $\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$ であり、Dは二官能性単位 $\text{R}_2\text{SiO}_{2/2}$ であり、D'は二官能性単位 $\text{RR}'\text{SiO}_{2/2}$ であり、Rは独立に、H、 $\text{C}_1\sim\text{C}_6$ アルキルまたはアリール、好ましくはHまたは $\text{C}_1\sim\text{C}_4$ アルキル、更に好ましくは CH_3 であり、R'はオキシアルキレン含有部分であり、bは約10～約1000の整数、好ましくは約100～約500であり、cは1～約100の整数、好ましくは1～約50である）を有するものである。

20

【0092】

好ましいR'は、式 $-\text{R}''(\text{OC}_n\text{CH}_2)_y-\text{R}''$ （式中、R''は、部分R'のオキシアルキレン部分をシロキサン主鎖に結合する二価基、好ましくは $-(\text{C}_m\text{H}_{2m})-$ （ここでmは2～8の整数、好ましくは2～6、更に好ましくは3～6である）であり、R''は部分R'のオキシアルキレン部分のための末端基、例えば、H、ヒドロキシル、 $\text{C}_1\sim\text{C}_6$ アルキル、アリール、アルコキシ（例えば、 $\text{C}_1\sim\text{C}_6$ ）またはアクリロキシ（例えば、 $\text{C}_1\sim\text{C}_6$ ）、好ましくはヒドロキシルまたはアルコキシ、更に好ましくはヒドロキシルであり、nは2～4の整数、好ましくは、2～3であり（すなわち、オキシアルキレン基は、エチレンオキシド、プロピレンオキシドおよび／またはブチレンオキシド単位を含むことが可能である）、yは1以上の整数である）を有するものである。

30

【0093】

R'のオキシアルキレン部分は、ランダムコポリマー、ブロックコポリマーまたはそれらの混合物であることが可能である。好ましいR'基は、オキシアルキレン単位がエチレンオキシド単位（EO）、プロピレンオキシド単位（PO）およびそれらの混合単位から選択されるものである。オキシアルキレン単位が、シリコンポリマー中の全オキシアルキレンに基づいて、 $\text{EO}_{10\sim100}\text{PO}_{0\sim100}$ 、更に好ましくは $\text{EO}_{10\sim30}\text{PO}_{1\sim30}$ のエチレンオキシド単位（EO）対プロピレンオキシド単位（PO）比を有するものは更に好ましい。

40

この点に関して、表1は、幾つかの代表的なシリコングラフトポリエーテルを示している。

【0094】

【表3】

シリコーン ポリエーテル*	構造	EO 重量%	PO 重量%	HLB**
A	EO	19	0	6.8
B	EO	40	0	8.0
C	EO/PO	34	0.4	6.8
D	EO/PO	41	1.2	8.2
E	EO/PO	34	3.9	5.0
F	EO/PO	32	4.2	6.4
G	EO/PO	30	4.0	5.7

10

【0095】

*シリコーンポリエーテルAおよびBは、20D単位未満および5D'単位未満を含む。
シリコーンポリエーテルC～Gは、100～200D単位および10～30D'単位を含む。

**親水性親油性バランス（HLB）は、EOの重量%を計算し、この値を5で除して決定する。

【0096】

このタイプのシリコーンポリマーは、上述した特許出願第08/929,721号において更に記載されている。

20

シロキサンーオキシアルキレンコポリマー、すなわち、シリコーンポリエーテルは、表題「Chemistry and Technology of Silicones」by Walter Noll, American Press Inc. Orlando, Florida, (1968), on pages 373～376のシリコーン化学に関する標準テキストにおいて一般的に記載された方法によって製造することができる。シリコーンポリエーテルはまた、以下の表に記載したものなどの多くの商業的供給業者から市販されている。

【0097】

【表4】

30

商品名	供給業者	シリコン含有率 (%)	EO及び／又はPO	分子量
D.C.Q2-5220	ダウコーニング ¹	14	EO&PO	3102
D.C.193	//	33	EO	—
D.C.190	//	24	EO&PO	2570
D.C.Q4-3667	//	37	EO	2400
Silwet L-7200	OSI ²	31	EO&PO	19,000
Tegopren 5830 /Abil B8830	Goldschmidt A.G. ³	55	40%EO /60%PO	7800
Tegopren 5830 -A	//	50	30%EO /70%PO	9000
Tegopren 5830 -B	//	50	60%EO /40%PO	9000
Abil B8851	//	—	EO&PO	>1400
Abil 8863	//	—	EO&PO	>3000
Abil EM 97 原液	//	75	60%EO /40%PO	14,000 ~15,000

【0098】

1：ミシガン州ミッドランドのダウコーニング（Dow Corning）

2：イリノイ州リスレのオーエスアイ（OSI Specialties）

3：バージニア州のホープウェル（Hopewell）

【0099】

その他のシリコンポリエーテルは、ニューヨーク州ウォーターフォードのゼネラルエレクトリック（General Electric）が販売しているSF-1188およびカリフォルニア州トランスの信越シリコン（Shin Etsu Silicones of America）が販売しているKF353Aとして入手できる。その他のシリ

【0100】

担体

本発明の組成物は、必須および任意のコンポーネント用の担体も含んでなる。適する担体は、ヘアスタイリングポリマーおよびシリコンポリエーテル界面活性剤が可溶であるかまたは分散でき、好ましくは、可溶であるかまたはマイクロ分散でき、またオルガノポリシロキサンが分散できるものである。適切な担体の選択は、考慮されている特定の最終用途および製品形態（例えば、用いようとするヘアスタイリングポリマー、および製品形態、例えば、ヘアスプレー、ムース、トニック、ローションまたはジェルなどのヘアスタイ

【0101】

担体は、組成物の約0.5%～約99.5%、好ましくは約5%～約99.5%、最も好ましくは約50%～約95%で存在する。

【0102】

本発明の組成物は、1種以上の適する溶媒を含んでなる。好ましい溶媒系は、組成物中で用いられる重量比において必須のコンポーネントと均質の溶液または分散液（好ましくはマイクロ分散液）を形成するものである。好ましい溶媒系は、組成物中で用いられる重量比において必須のコンポーネントと実質的に透明から半透明の溶液または分散液（好ましく

はマイクロ分散液)を形成するものである。

【0103】

好ましい溶媒には、水、水溶性有機溶媒、水素結合パラメータにおいて非常に強いから中程度に強い有機溶媒、およびそれらの混合物からなる群から選択される溶媒であって、 $C_1 \sim C_3$ 一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$ ケトンおよび $C_1 \sim C_3$ エーテル以外である溶媒が挙げられる。水は好ましい溶媒である。少なくとも約0.5%、好ましくは少なくとも約1%のこのタイプの溶媒が組成物中で用いられる。

【0104】

$C_1 \sim C_3$ 一価アルコール、ケトンおよびエーテル以外の水溶性溶媒の例には、プロピレングリコール、グリセリン、フェノキシエタノール、ジプロピレングリコール、糖およびそれらの混合物が挙げられる。

$C_1 \sim C_3$ 一価アルコール、ケトンおよびエーテル以外の水素結合パラメータにおいて中程度に強いから強い溶媒には、エステル、エーテル、ケトン、グリコールモノエーテル(中程度に水素結合されているもの)およびアルコール、アミン、酸、アミドおよびアルデヒド(強く水素結合されているもの)が挙げられる。このタイプの溶媒の説明および例は、

「Polymer Handbook」, 2d. Ed., J. Brandrup and E. H. Immergut, Editors, John Wiley & Sons, N. Y., 1975, Section IV, page 337~348 (Table 2)に記載されている。このタイプの好ましい溶媒は、フタル酸ジブチル、プロピレンカーボネート、プロピレングリコールモノメチルエーテル、酢酸メチル、プロピオン酸メチルおよびそれらの混合物である。プロピレングリコールモノメチルエーテル、酢酸メチル、プロピオン酸メチルおよびそれらの混合物は好ましい。酢酸メチルは最も好ましい。

【0105】

本明細書において用いるために適するその他の溶媒は、 $C_1 \sim C_3$ 一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$ ケトン、 $C_1 \sim C_3$ エーテルおよびそれらの混合物から選択される水溶性有機揮発性溶媒であり、一価アルコールは好ましい。このタイプの好ましい溶媒は、メチラール、エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノール、アセトンおよびそれらの混合物である。エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノールおよびそれらの混合物は更に好ましい。

【0106】

好ましい実施形態において、担体は、(i)水、水溶性有機溶媒、水素結合パラメータにおいて非常に強いから中程度に強い有機溶媒、およびそれらの混合物からなる群から選択される溶媒であって、 $C_1 \sim C_3$ 一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$ ケトンおよび $C_1 \sim C_3$ エーテル以外である溶媒、(ii) $C_1 \sim C_3$ 一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$ ケトンおよび $C_1 \sim C_3$ エーテルおよびそれらの混合物からなる群から選択される溶媒、および(iii)それらの混合溶媒、好ましくは、それらの混合溶媒を含んでなる。水と $C_1 \sim C_3$ 一価アルコールとの混合物、例えば、水-エタノールまたは水-イソプロパノール-エタノールは特に好ましい。もう一つの特に好ましい溶媒系は、任意に水または $C_1 \sim C_3$ 一価アルコールの1種以上と合わせ、プロピレングリコールモノメチルエーテル、酢酸メチルおよびプロピオン酸メチルの1種以上、好ましくは酢酸メチルを含んでなる。

【0107】

担体には、その他の溶媒、例えば、炭化水素(イソブタン、ヘキサン、デセン、アセトン)、ハロゲン化炭化水素(フレオン(Freon)など)、リナロール、揮発性シリコン誘導体、特にシロキサン(フェニルペンタメチルジシロキサン、メトキシプロピルヘプタメチルシクロテトラシロキサン、クロロプロピルペンタメチルジシロキサン、ヒドロキシプロピルペンタメチルジシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン)およびそれらの混合物が挙げられる。

【0108】

混合して用いられる溶媒は、互いに混和性または不混和性であることが可能である。しかし、最終組成物において、こうした溶媒は、固形物が沈殿しないように互いに且つ組成物

10

20

30

40

50

中で他のコンポーネントと適合できるべきである。

減少した「揮発性有機化合物」、すなわち、減少した「VOC」組成物は好ましい。この点に関して、「VOC」は、12個より少ない炭素原子を含むか、あるいは約0.1mm水銀柱より大きい蒸気圧を有する有機化合物を意味する。例えば、組成物は、初期に塗る時に約95%以下、約80%以下、約55%以下（例えば、好ましいヘアスプレー中で）、約16%以下（例えば、好ましいムース中で）、または約6%以下（例えば、好ましいジェル中で）の総VOC含有率を有することが可能である。VOCは、実際のVOC含有率、すなわち、包装から初期に小出しすると出るVOCに基づくことが可能である。

【0109】

組成物がシリコングラフトヘアスタイリングコポリマーを含んでなる場合、本明細書の組成物は、シリコングラフトコポリマーのシリコン部分用の溶媒として機能する揮発性非極性分岐鎖炭化水素を含有することが可能である。本明細書の分岐鎖炭化水素溶媒を用いる時、それは、組成物の重量に対して約0.01%～約15%、好ましくは約0.05%～約10%、更に好ましくは約0.1%～約8%のレベルで存在する。

【0110】

分岐鎖炭化水素溶媒は、少なくとも約105℃、好ましくは少なくとも約110℃、更に好ましくは少なくとも約125℃、最も好ましくは少なくとも約150℃の沸点によって特徴付けられる。沸点はまた、一般に約260℃以下、好ましくは約200℃以下である。選択される炭化水素はまた、髪および肌への局所塗布に対して安全であるべきである。

【0111】

分岐鎖炭化水素溶媒は、米国特許第5,565,193号に詳細に記載されており、この特許は本明細書において参考として包含するものである。溶媒には、 C_{10} ～ C_{14} 分岐鎖炭化水素、およびそれらの混合物、好ましくは、 C_{11} ～ C_{13} 分岐鎖炭化水素、更に好ましくは、 C_{12} 分岐鎖炭化水素からなる群から選択されるものが挙げられる。不飽和炭化水素を必ずしも排除しようとするものではないが、飽和炭化水素は好ましい。

【0112】

適する非極性溶媒の例には、上述した鎖サイズのイソパラフィンが挙げられる。イソパラフィンは、エクソン (Exxon Chemical Co.) から市販されている。その例には、イソパール (Isopar) (商標) G (C_{10} ～ C_{11} イソパラフィン)、イソパール (Isopar) (商標) HおよびK (C_{11} ～ C_{12} イソパラフィン)、およびイソパール (Isopar) (商標) L (C_{11} ～ C_{13} イソパラフィン) が挙げられる。最も好ましい非極性溶媒は、 C_{12} 分岐鎖炭化水素、特にイソドデカンである。イソドデkanは、プレパース (Preperse, Inc.) (米国ニュージャージー州プレーンフィールド) からパーメチル (Permethlyl) (商標) 99Aとして市販されている。

【0113】

ヘアスタイリングポリマーのシリコン部分の溶解度は、ヘアスタイリングポリマー中のシリコンポリマーと同じ組成と分子量のシリコンポリマーが非極性炭化水素溶媒中で可溶であるか否かを確認することによって容易に決定することができる。一般に、シリコンポリマーは、炭化水素溶媒の重量に対して0.1%の濃度、好ましくは1%の濃度、更に好ましくは5%の濃度、最も好ましくは15%の濃度で25℃において可溶であるべきである。

しかし、非極性炭化水素溶媒は、組成物の極性溶媒中で不溶である。これは、ヘアスタイリングポリマーも他の乳化剤も存在しない状態で決定され、極性および非極性溶媒が互いに混合された後に分離相を形成するか否かを観察することによって容易に確認することができる。

【0114】

特定のいかなる理論によっても必ずしも限定しようとするものではないが、非極性炭化水素溶媒は、ヘアスタイリングポリマーのシリコン部分を可溶化することが考えられる。これは、乾き次第、より滑らかでつるつるしたポリマー膜を得るのを促進すると考えられる。

10

20

30

40

50

【0115】

担体は、所定の製品形態のために適する当該技術分野で知られているような従来のコンポーネントを含んでなることも可能である。

【0116】

任意のコンポーネント

本組成物は、ヘアケア組成物、特に、ヘアスプレー組成物、ムース、ジェルおよびトニックのようなヘアセッティング組成物用の当該技術分野で知られているあらゆるタイプの成分を含め、人の髪に塗るために適する多様な他の任意成分を含有することが可能である。その他のこうした補助剤は、一括して、組成物の重量に対して一般に約0.05%~約20%、好ましくは約0.1%~約10%を構成する。こうした従来の任意の補助剤は当業者に対してよく知られており、また補助剤には、可塑剤、界面活性剤（アニオン性、カチオン性、両性または非イオン性界面活性剤であることが可能である）、中和剤、噴射剤、ヘアコンディショニング剤（例えば、シリコーン流体、脂肪族エステル、脂肪族アルコール、長鎖炭化水素、イソブテン、カチオン性界面活性剤など）、皮膚軟化剤、潤滑剤、種々のラノリン化合物などの浸透剤、防腐剤、染料、ティント、漂白剤、還元剤、その他の着色剤、日焼け止め剤、ビタミン、蛋白質、増粘剤（例えば、キサントガムなどの高分子増粘剤）、髪または肌をトリートメントするための生理学的活性化合物（例えば、抗ふけ活性種、育毛活性種）および香料が挙げられるが、それらに限定されない。

任意のコンポーネントの幾つかのタイプの他を排除しない例を以下に示す。

【0117】

a) 可塑剤

本明細書の組成物は、ヘアスタイリングポリマー用の可塑剤を含有することが可能である。ヘアケア製品中で用いるために、または髪または肌に局所塗布するために適するあらゆる可塑剤を用いることができる。多様な可塑剤が当該技術分野で知られている。これらには、グリセリン、アジピン酸ジイソブチル、ブチルステアレート、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、その他のグリコール、トリエチルシトレートおよびトリエチルシトレートの同族体を包含するトリ-C₂~C₈アルキルシトレートが挙げられる。

可塑剤は、ポリマーの重量に対して典型的には約0.01%~約200%、好ましくは約0.05%~約100%、更に好ましくは約0.1%~約50%のレベルで用いられる。

【0118】

b) 界面活性剤

ヘアスタイリング組成物は、例えば、組成物中に存在できる疎水性コンポーネントを乳化するために1種以上の界面活性剤を含有することが可能である。界面活性剤はムース製品用に好ましい。こうした界面活性剤を用いる場合、それは、組成物の重量に対して一般に約0.01%~約10%、好ましくは約0.01%~約5%、更に好ましくは約0.01%~約3%の全レベルで用いられる。アニオン性、カチオン性、両性および双性イオン性界面活性剤を包含する多様な界面活性剤を用いることができる。

【0119】

アニオン性界面活性剤には、例えば、アルキルおよびアルケニル硫酸塩、（好ましくは1~10のエトキシ化度を有する）アルキルおよびアルケニルエトキシ化硫酸塩、アルキルスルホスクシナメートおよびスルホコハク酸のジアルキルエステルなどのスクシナメート界面活性剤、イセチオン酸の中和脂肪酸エステル、例えば、オレフィンスルホン酸塩およびベーターアルコキシアルカンスルホン酸塩を包含するアルキルおよびアルケニルスルホン酸塩が挙げられる。エトキシ化度が1~約6、好ましくは1~約4であるC₁₂~C₁₈硫酸塩およびエトキシ化硫酸塩のナトリウムおよびアンモニウム塩などのアルキルおよびアルケニル硫酸塩ならびにアルキルおよびアルケニルエトキシ化硫酸塩、例えば、ラウリル硫酸塩およびラウレス（3.0）硫酸塩は好ましい。

【0120】

両性界面活性剤には、脂肪族基が直鎖または分岐鎖であることが可能であり、脂肪族置換基の1つが約8~約18個の炭素原子を含むと共に、アニオン性水可溶化基、例えば、カ

10

20

30

40

50

ルボキシ、スルホネート、スルフェート、ホスフェートまたはホスホネートを含む脂肪族第二および第三アミンの誘導体として広く記載することができるものが挙げられる。この定義内に入る化合物の例は、3-ドデシルアミノプロピオン酸ナトリウム、米国特許第2,658,072号の教示によってドデシルアミンとイセチオン酸ナトリウムとを反応させることにより製造されるものなどのN-アルキルタウリン、米国特許第2,438,091号の教示によって製造されるものなどのN-高級アルキルアスパラギン酸、および商品名「ミラノール (Miranol)」で販売され米国特許第2,528,378号に記載されている製品である。その他には、アルキル、好ましくは $C_6 \sim C_{22}$ 、最も好ましくは $C_8 \sim C_{12}$ 両性グリシネートおよびアルキル、好ましくは $C_6 \sim C_{22}$ 、最も好ましくは $C_8 \sim C_{12}$ 両性プロピオン酸塩ならびにそれらの混合物が挙げられる。

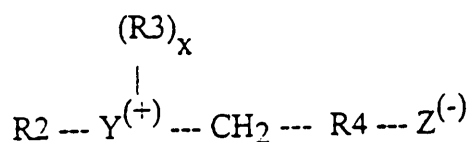
10

【0121】

本組成物用に適する双性イオン性界面活性剤は、脂肪族基が直鎖または分岐鎖であることが可能であり、脂肪族置換基の1つが約8～約18個の炭素原子を含むと共に、アニオン性水可溶化基、例えば、カルボキシ、スルホネート、スルフェート、ホスフェートまたはホスホネートを含む脂肪族第四アンモニウム、ホスホニウムおよびスルホニウム化合物の誘導体として広く記載することができるものが挙げられる。これらの化合物の一般式は、以下の式である：

【0122】

【化10】



20

【0123】

(R2は、炭素原子数約8～約18のアルキル、アルケニル、あるいはヒドロキシアルキル基、約0～約10のエチレンオキシド部分および0～1のグリセリル部分を含み、Yは、窒素、燐および硫黄原子からなる群から選択され、R3は、炭素原子数1～約3のアルキルまたはモノヒドロキシアルキル基であり、Yが硫黄または燐である時、xは1であり、Yが窒素である時、xは1または2であり、R4は、炭素原子数1～約4のアルキレンまたはヒドロキシアルキレンであり、Zは、カルボキシレート、スルホネート、スルフェート、ホスホネートおよびホスフェート基からなる群から選択される基である)。双性イオン性のクラスには、アルキルアミノスルホン酸塩、アルキルベタインおよびアルキルアミドベタインが挙げられる。

30

【0124】

本発明の組成物中で有用なカチオン性界面活性剤は、本発明の水性組成物に溶解された時に正に帯電されるアミノまたは第四アンモニウム親水性部分を含む。本明細書において有用なものの中のカチオン性界面活性剤は、M. C. Publishing Co., McCutcheon's, Detergents & Emulsifiers, (North American edition 1979)、Schwartz, et al. Surface Active Agents, Their Chemistry and Technology, New York, Interscience Publishers, 1949、1964年11月3日発行のハリファー (Halifer) による米国特許第3,155,591号、1975年12月30日発行のローリン (Laughlin) らによる米国特許第3,929,678号、1976年5月25日発行のベイリー (Bailey) らによる米国特許第3,959,461号および1983年7月7日発行のボリヒ (Bolich, Jr.) による米国特許第4,387,090号に開示されており、すべての文書は本明細書において参考として包含するものである。

40

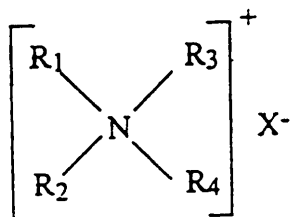
【0125】

50

本明細書において有用な第四アンモニウム含有カチオン性界面活性剤材料の中には以下の一般式のものである：

【0126】

【化11】



10

【0127】

(式中、 R_1 は、炭素原子数1～22の脂肪族基、または炭素原子数12～22の芳香族アリールまたはアルキルアリール基であり、 R_2 は、炭素原子数1～22の脂肪族基であり、 R_3 および R_4 は、それぞれ炭素原子数1～3のアルキル基であり、 X は、ハロゲン、アセテート、ホスフェート、ニトレートおよびアルキルスルフェート基から選択されるアニオンである)。脂肪族基は、炭素および水素原子に加えて、エーテル結合、およびアミド基などの他の基を含むことが可能である。本明細書において有用なその他の第四アンモニウム塩は、二第四アンモニウム塩である。

【0128】

第一、第二および第三脂肪族アミンの塩も本明細書において用いるために適するカチオン性界面活性剤である。こうしたアミンのアルキル基は、好ましくは12～22個の炭素原子を有し、置換または非置換であってもよい。第二および第三アミンは好ましく、第三アミンは特に好ましい。本明細書において有用なこうしたアミンには、ステアラミドプロピルジメチルアミン、ジエチルアミノエチルステアラミド、ジメチルステアラミン、ジメチルソイアミン、ソイアミン、ミリスチルアミン、トリデシルアミン、エチルステアリンアミン、 N -タロープロパンジアミン、エトキシ化(5モルE. O.)ステアリンアミン、ジヒドロキシエチルステアリンアミンおよびアラキシルベヘニルアミンが挙げられる。本明細書において有用なものの中に挙げられるカチオン性アミン界面活性剤は、1981年6月23日発行の米国特許第4,275,055号に開示されている(この特許は本明細書において参考として包含するものである)。

20

30

【0129】

適するカチオン性界面活性剤塩には、ハロゲン、アセテート、ホスフェート、ニトレート、シトレート、ラクテートおよびアルキルスルフェート塩が挙げられる。

【0130】

非イオン性界面活性剤には、アルキルフェノールのポリエチレンオキシド縮合物(約1～約6のエトキシ化度を有する好ましくは $C_6 \sim C_{12}$ アルキル)、エチレンオキシドと、プロピレンオキシドとエチレンジアミンとの反応生成物との縮合生成物、脂肪族アルコールとエチレンオキシドとの縮合生成物、長鎖(すなわち、典型的には $C_{12} \sim C_{22}$)第三アミンオキシド、長鎖第三ホスフィンオキシド、1つの長鎖アルキルまたはヒドロキシアルキル基および1つの短鎖(好ましくは $C_1 \sim C_3$)基を含むジアルキルスルホキシド、シリコンコポリオール、および $C_8 \sim C_{22}$ アシル部分を有する酸の $C_1 \sim C_4$ アルカノールアミドが挙げられる。好ましい非イオン性界面活性剤は、 $C_8 \sim C_{22}$ アシル部分を有する酸の $C_1 \sim C_4$ アルカノールアミド、ポリオキシエチレングリコールステアリンエーテルおよびそれらの混合物が挙げられる。好ましい特定の例は、ラウラミド(Lauramide) DEA、ステアレス(Steareth)-21、ステアレス(Steareth)-2、およびココイルイセチオン酸ナトリウムである。

40

本明細書において用いるために適する追加の界面活性剤には、エマルションに関して記載されたものが挙げられる。

【0131】

50

c) 中和剤

カルボキシル基などの酸官能基を有するヘアスタイリングポリマーは、好ましくは、ポリマーの溶解性／分散性を促進するために少なくともある程度中和された形態で用いられる。さらに、中和された形態を使用すると、シャンプー洗いによって髪から除去される乾燥ヘアスタイリング組成物の能力を促進する。中和度は、シャンプー除去性対耐湿性を均衡させなければならない。シャンプー除去性のために必要とされる以上の中和レベルは、高湿度においても維持しない過度に粘着性の製品の原因になる。有効な酸性モノマーが中和される時、約5%～60%、更に好ましくは約10～約40%、なお更に好ましくは約12%～約30%のポリマー（全ポリマーの重量基準）が中和されることが好ましい。特定のポリマーに対する最適な中和レベルは、選択されるモノマーの極性、モノマー類の互い
10
に対する特定の比率、および酸性モノマーの百分率に依存する。ポリマーの特定の%中和に向けてポリマー中の酸基を中和するために必要とされる塩基のレベルは、以下の式から計算することができる：

【0132】

組成物中の%塩基 = $A \times (B / 100) \times (C / D)$

A = 組成物中のポリマー%

B = 中和しようとするポリマー%（酸基が有効であると仮定する）

C = 塩基の分子量

D = 酸モノマーの分子量

【0133】

有機塩基または無機塩基（金属またはその他）を含め、従来から用いられたあらゆる塩基をポリマーの中和のために用いることができる。金属塩基は、本組成物中で特に有用である。カチオンがアンモニウム、アルカリ金属またはアルカリ土類金属である水酸化物は、本組成物用に適する中和剤である。本発明の組成物用の好ましい無機中和剤は、水酸化カリウムおよび水酸化ナトリウムである。水レベルが30%を超える組成物中のシリコーングラフトポリマーの場合、水酸化ナトリウムは、最も好ましい無機塩基である。本発明のヘアスタイリング組成物中に含めることができるその他の適する中和剤の例には、アミン類、特に2-アミノ-2-メチル-1, 3-プロパンジオール（AMPD）、2-アミノ-2-エチル-1, 3-プロパンジオール（AEPD）、2-アミノ-2-メチル-1-
30
プロパノール（AMP）、2-アミノ-1-ブタノール（AB）、モノエタノールアミン（MEA）、ジエタノールアミン（DEA）、トリエタノールアミン（TEA）、モノイソプロパノールアミン（MIPA）、ジイソプロパノールアミン（DIPA）、トリイソプロパノールアミン（TIPA）などのアミノアルコール、ジメチルラウリルアミン（DML）、ジメチルミリスタラミン（DMM）およびジメチルステアラミン（DMS）が挙げられる。シリコーングラフトポリマーの場合、特に有用なアミン中和剤は、ジメチルミリスタラミン、ジメチルラウリルアミンおよびそれらの混合物である。

【0134】

塩基官能基、例えば、アミノ基を有するポリマーは、好ましくは、酸、例えば、塩酸で少なくともある程度中和される。

中和は、ヘアスタイリングポリマーを含んでなるモノマーの重合前または重合後に、当該
40
技術分野においてよく知られている技術によって達成することができる。

【0135】

d) ヘアコンディショニングポリマー

本発明の組成物は、改善された湿り櫛とぎ、乾き櫛とぎおよび／または改善された手入れのしやすさ（例えば、カールまたは静電気抑制）の目的のためにヘアコンディショニングポリマーを含むことが可能である。ヘアコンディショニングポリマーは、組成物の典型的には約0.001%～約6%、更に好ましくは約0.01%～約4%のレベルで用いられる。

【0136】

カチオン性および双性イオン性ヘアコンディショニングポリマーは好ましい。適するヘア
50

コンディショニングポリマーは、約5,000～約10百万の重量平均分子量を有するカチオン性ポリマーを含み、また一般に第四アンモニウムまたはカチオン性アミノ部分およびそれらの混合部分などのカチオン性窒素含有部分を有する。カチオン電荷密度は、少なくとも約0.1 meq/グラム、好ましくは約3.0 meq/グラム未満であるべきであり、それは、よく知られているケルダール法に従って測定することができる。当業者は、アミノ含有ポリマーの電荷密度がアミノ基のpHおよび等電点に応じて異なりうることを認識するであろう。電荷密度は、所期の用途のpHで上述した限界内であるべきである。適合できるかぎり、あらゆるアニオン性対イオンをカチオン性ポリマーのために利用することができる。

【0137】

カチオン性窒素含有部分は、一般に、カチオン性ヘアコンディショニングポリマーの全モノマー単位の一定部分において置換基として存在する。従って、カチオン性ポリマーは、第四アンモニウムまたはカチオン性アミン置換モノマー単位と本明細書においてスペーサーモノマー単位と呼ばれるその他の非カチオン性単位とのコポリマー、ターポリマーなどを含んでなることが可能である。こうしたポリマーは当該技術分野において知られており、International Cosmetic Ingredient Dictionary, Sixth Edition, 1995において多様なものを見ることができる。その文献の全文は本明細書において参考として包含するものである。

【0138】

適するカチオン性ポリマーには、例えば、カチオン性アミンまたは第四アンモニウム官能基を有するビニルモノマーとアクリルアミド、メタクリルアミド、アルキルおよびジアルキルアクリルアミド、アルキルおよびジアルキルメタクリルアミド、アルキルアクリレート、アルキルメタクリレート、ビニルカプロラクトンおよびビニルピロリドンなどの水溶性スペーサーモノマーとのコポリマーが挙げられる。アルキルおよびジアルキル置換モノマーは、好ましくはC₁～C₇アルキル基、更に好ましくはC₁～C₃アルキル基を有する。その他の適するスペーサーモノマーには、ビニルエステル、ビニルアルコール（ポリ酢酸ビニルの加水分解によって製造される）、無水マレイン酸、プロピレングリコールおよびエチレングリコールが挙げられる。カチオン性ポリマーは、コンディショニングの目的のために用いられるカチオン性ポリマーを更に記載するために米国特許第4,733,677号において詳細に記載されている。この特許は本明細書において参考として包含するものである。

【0139】

カチオン性ポリマーは、組成物の特定の化学種およびpHに応じて第一、第二または第三アミンであることが可能である。一般に、第二、第三アミン、特に第三アミンは好ましい。カチオン性ポリマーは、アミンおよび／または第四アンモニウム置換モノマーおよび／または適合可能なスペーサーモノマーから誘導されるモノマー単位の混合単位を含んでなることが可能である。

【0140】

用いることができるその他のカチオン性ポリマーには、カチオン性セルロース誘導体、カチオン性デンプン誘導体およびカチオン性グアーゴム誘導体などの多糖ポリマーが挙げられる。その他の材料には、米国特許第3,962,418号に記載された第四窒素含有セルロースエーテルおよび米国特許第3,958,581号に記載されたエーテル化セルロースとデンプンのコポリマーが挙げられる。これらの特許は本明細書において参考として包含するものである。

組成物が中和アニオン性ヘアスタイリングポリマーおよび双性イオン性ヘアコンディショニングポリマーを含んでなる時、双性イオン性のpHは、好ましくは、中和ヘアスタイリングポリマーと混合する前に中和ヘアスタイリングポリマーのpHに調節される。中和は、当該技術分野において知られているようなpH調節剤を用いる従来の方法によって達成することができる。

【0141】

e) 噴射剤

加圧エアロゾール容器（例えば、ある種のヘアスプレーおよびムース）からヘアスタイリング組成物を小出ししようとする時、組成物を噴出させるために、従来から知られている1種以上のエアロゾール噴射剤からなる噴射剤を用いることができる。用いるために適する噴射剤は、一般に、エアロゾール容器用に従来から用いられているあらゆる気体、好ましくは液化可能気体であることが可能である。用いるために適する噴射剤は、揮発性炭化水素噴射剤であり、それらには、プロパン、ブタンおよびイソブタンなどの、炭化水素数3～4の液化低級炭化水素が挙げられる。その他の適する噴射剤は、デュポン（DuPont）がダイメル（Dymel）152Aとして供給している1,2-ジフルオロエタン（ヒドロフルオロカーボン（Hydrofluorocarbon）152A）などの弗
10
化炭化水素である。噴射剤のその他の例は、ジメチルエーテル、窒素、二酸化炭素、亜酸化窒素および大気ガスである。ヘアスプレーおよびムースの場合、適切な炭化水素の選択は、スプレー／泡の望ましい品質を与える安定な系をもたらすように行われる。

【0142】

エアロゾール噴射剤は、本ヘアスタイリング組成物と混合することができ、混合しようとする噴射剤の量は、エアロゾール技術分野においてよく知られている標準的な要素によって決まる。一般に、液化可能な噴射剤の場合、噴射剤のレベルは、全組成物の重量に対して約1%～約60%である。ヘアスプレーの場合、噴射剤のレベルは、全組成物の重量に対して約10%～約60%、好ましくは全組成物の重量に対して約15%～約50%である。ムースの場合、噴射剤のレベルは、全組成物の重量に対して一般に約1%～約30%
20
、更に好ましくは全組成物の重量に対して約4%～約15%である。

【0143】

あるいは、加圧エアロゾールディスペンサーは、アメリカンナショナルキャン（American National Can Corp.）から商品名SEPROで販売されているタイプの2区画缶などの、噴射剤がヘアスタイリング組成物との接触から分離されている場合に用いることができる。

【0144】

その他の適するエアロゾールディスペンサーは、使用前にポンプまたは同等の装置によってディスペンサーに充填することができる圧縮空気である噴射剤によって特徴付けられるものである。こうしたディスペンサーは、1978年3月7日発行のオロフソン（Olsson）
30
による米国特許第4,077,441号、1989年7月25日発行のテルステージ（Terstegge）による米国特許第4,850,577号および1992年2月21日出願のゴセリン（Gosselin）らによる米国特許出願第07/839,648号に記載されている。これらの特許は本明細書において参考として包含するものである。用いるために適する圧縮空気エアロゾール容器は、商品名ビダルサスーンエアースプレー（VIDAL SASSOON AIRSPRAY）（登録商標）ヘアスプレーでプロクター&ギャンブル（Procter & Gamble Company）が以前に販売していたものである。

【0145】

さらに、非エアロゾール泡も、最終組成物を安定な泡として小出しできるように本ヘア
40
スタイリング組成物と混合することができる。加圧されているかまたはF2非エアロゾール発泡機のような空気または気体混合装置を装備されている包装または容器から小出しされる時に泡を生じる時、組成物は「安定な泡として小出しできる」。上述したF2非エアロゾール発泡機は、米国特許第5,271,530号、第5,337,929号および第5,443,569号に記載されており、それらの全部は本明細書において参考として包含するものである。

【0146】

f) その他の任意のコンポーネント

本発明の組成物は、所定の製品形態において、従来から用いられているような多様なその他の成分を含有することが可能である。本明細書の組成物は、ヘアスプレー、ムース、ジ
50

ェル、ローション、クリーム、ポマード、スプレーオンジェルなどのスプレーオン製品、熱保護剤スプレー、髪のパリューム増加スプレー、スプリッツおよびヘアトニックなどの形態をとることが可能である。組成物は、エアロゾールまたは非エアロゾールであることが可能である。こうした組成物は、例えば、1991年9月19日提起1991年10月21日発効のカリフォルニア法規制コード集「Regulation for Reducing Volatile Organic Compound Emissions from Consumer Products, amendment 2, Consumer Products, Sections 94507~94717, Title 17, および「Formulation and Function of Cosmetics, J. S. Jellinek, Wiley-Interscience (1970)」に記載されている。それぞれは本明細書において参考として包含するものである。

10

【0147】

製造方法

従来の配合技術および混合技術を用いて本発明のヘアスタイリング組成物を製造することができる。ヘアスタイリングポリマーおよび溶媒を混合して、均質な混合物を生成させる。その後、その他のあらゆる成分を添加し混合して、最終組成物を生成させる。ポリマーを中和する場合、好ましくは他の成分を添加する前に、中和剤を添加する。ヘアスプレー製品の場合、従来の機械的ポンプスプレー装置中に組成物を包装する。あるいは、エアロゾールスプレー製品の場合、適切な噴射剤系（ムース用にも利用できる）と合わせて従来のエアロゾールキャニスター中に組成物を包装する。トニック、ローションおよびジェルを含むその他のヘアスタイリング組成物は、典型的には従来のボトルまたはチューブ中に包装される。

20

【0148】

約50%未満のVOCを含有すると共に、酸官能基を含むモノマーから誘導されるシリコングラフトヘアスタイリングコポリマーを含有する高度な水製品、例えば、ムース（16%VOC以下）およびジェル（6%以下）は以下のように製造される。ポリマーの中和前に、適合できる有機溶媒、例えば、エタノールまたはイソプロパノール中にシリコングラフトポリマーを溶解する。ポリマーを溶解するために用いられる溶媒は、大量の水を含有するべきではなく、好ましくは本質的に水を含有しない。ポリマーの中和前、または10%未満中和（例えば、酸基がポリマー構造の20%である場合、酸基の50%未満の中和）前のいずれかにおいて、水を早期に添加する場合、ポリマーは全体として不溶塊を沈殿させる。沈殿後に中和を完了させる試みは一般にうまくいかない。

30

【0149】

中和が行われた後に水を添加する場合、改質されたこれらのポリマーから生じた膜品質は、望ましい滑らかでつやつやした表面をもつ傾向である（理論により拘束しようとするものではないが、これは、通常は表面に存在するシリコンを示すものである）。好ましい組成物は、外観が透明から半透明である。組成物はまた安定であり、約6ヶ月以上にわたって目立った沈殿物を形成しないで好ましくは初期透明度の約10%内で保持する。

【0150】

中和反応の完了は、製品の良い透明度、良好なシャンプー除去性および組成物の良好な安定性のために重要である。しかし、低溶媒レベルおよび有効レベルのポリマー（1~5%）を有する組成物において、例えば、典型的なムースおよびジェル配合物において、系の粘度は、中和につれて飛躍的に増加しうる。この粘度の増加は、中和反応の完了を妨げうる。従って、中和反応を確実に完了させるために措置を講じるべきである。例えば、以下の技術の一つ以上により、これを確実にすることができる。

40

【0151】

1. 系の粘度が非常に高くなる時（典型的にはポリマーの約10%が中和された時）、水の一部（好ましくは6%VOC系中でバッチの最少27%、および16%VOC系中でバッチの最少10%）を系に添加することが可能である。良好な混合を達成するために十分に粘度を低下させるために足る量の水を用いる。

50

一ステップで水部分を添加することが製造効率の観点から好ましい。しかし、中和剤の増分添加の間で少量の増分（例えば、バッチの水の5%）において水を添加してもよい。例えば、最初の中和剤添加（ポリマーの約10%以下を中和するために十分な）を激しく攪拌しながら行った後、バッチの水の5%を添加することができ、その後、ポリマーのもう2~4%を中和するために十分な中和剤を添加することができ、その後、バッチの水のもう5%の添加を行うことができる。すべての中和剤をバッチに添加するまでこのプロセスを続ける。テックマー（T e c k m a r）タイプの混練装置によって発生させることができるような高剪断速度の混練（application）も利用して物質移動速度を高め、より早い反応の完了をもたらすことができる。

【0152】

10

2. 高粘度に達した時、特別に設計された高粘度混合装置、例えば、ドウミキサを用いることができる。反応完了を分析的に（滴定、FTIRまたはpH）確かめることができるまで、典型的には約12時間まで、長時間にわたって系を混合する。混合時間中の溶媒損失を最少にするために、好ましくは、窒素シールされた密閉装置などを用いる。

【0153】

3. 専用圧力容器装置、加熱および攪拌を用いる。溶媒の気化を避けつつ熱をかけるべきである。従って、窒素シールされた圧力容器を用いるべきである。

上述した第1および第3の方法は最も効率的なので好ましい。加熱型圧力容器の利用可能性がなければ（すなわち、周囲条件において）、第1の方法は好ましい。

【0154】

20

さらに、組成物が香料またはイソパラフィンなどの疎水性油性コンポーネントを含有する場合、組成物中の疎水性コンポーネントの良好な乳化を確保するために措置を講じなければならない。しかし、アルコールを含有するエマルジョン組成物は、配合することが難しいことがある。上述したようなものなどの幾つかの疎水性コンポーネントは、乳化するのが比較的難しく、典型的には、適度に透明な系（典型的にはマイクロエマルジョンである）を形成するために非常に高レベルの界面活性剤を必要とする。これらの高レベルの界面活性剤は、シリコングラフトポリマーを過度に可塑化するため、シリコングラフトポリマーは、許容できないほど粘着性になる。

【0155】

有機中和剤と無機中和剤との混合物を用いることにより、疎水性コンポーネントを容易に乳化できることが本発明において見出された。理論により拘束しようとするものではないが、この中和剤混合物は、ポリマーに界面活性剤様の品質（すなわち、ポリマーの一部が比較的疎水性であり、ポリマーの一部が比較的親水性である）を与えることにより、ポリマー自体が乳化剤として機能することを促進することが考えられる。

30

【0156】

中和系は、無機中和剤（好ましくは、金属水酸化物、更に好ましくは、NaOHおよび／またはKOH、最も好ましくは、NaOH）と合わせて脂肪族アミン中和剤（好ましくは、ジメチルラウリルアミン、ジメチルミリスチルアミン、アミンメチルプロパノール、ジメチルステアリルアミン、TEAおよびそれらの混合物から選択され、更に好ましくは、ジメチルラウリルアミン、ジメチルミリスチルアミンおよびそれらの混合物から選択される）を含んでなる。アミン中和済み酸基は、無機中和済み酸基よりも疎水性である傾向である。理論により拘束しようとするものではないが、アミン基が疎水性コンポーネントを乳化し、無機基が十分な水溶性／適合性およびシャンプー除去性をもたらすことが考えられる。こうした二役の中和剤を用いる時、コンポーネントの添加順およびその他のプロセス変動要素は、最も透明で最も安定な製品を製造するために重要になる。添加の好ましい順序およびプロセスは次の通りである。

40

【0157】

激しく攪拌しながら、

1. 水溶性有機溶媒（例えば、エタノールまたはイソプロパノール）を含有する適合溶媒系にポリマーを完全に溶解する。

50

2. 1～6のアミン対疎水性コンポーネントから1～2のアミン対疎水性コンポーネントの重量比で脂肪族アミン中和剤を添加する。

3. 疎水性コンポーネントを添加する。

4. あらゆる可塑剤を添加する。

5. ポリマーの10%～20%（すなわち、20%アクリル酸を有するポリマー中の有効な酸基の50～100%）に相当するレベルで無機中和剤を添加する。

6. 系が（ピーナツバターに似て）極めてどろどろになった時、少なくとも10分にわたり系を混合する。その後、上述したように、好ましくは、第1の方法の好ましい実施形態において記載されたように混合物に水を添加する。

7. テックマー（T e c k m a r）製など高剪断ミキサーで少なくとも10分にわたり系を混練する。 10

8. 最終組成物を製造するために必要な残部としての水およびその他の成分を添加する。好ましくは、ジェルを脱気し、更に好ましくは、あらゆる増粘剤の添加前に脱気する。

【0158】

ヘアスタイリングポリマーがシリコングラフトポリマーか他のポリマーかを問わず、本発明の組成物がシリコンエマルジョンを含んでなる時、多少の水（または他の極性材料）が存在する時に系にシリコンエマルジョンを添加することが重要である。水は組成物中のシリコンエマルジョンの安定性を維持するために役立つ。好ましくは存在する水の量は、ヘアスタイリングポリマーのタイプおよびシリコンコポリオール（例えば、テゴプレ 20
（T e g o p r e n））を含有する場合、ポリマータイプに無関係に好ましくは少なくとも約5%の水が存在する。組成物が他のジメチコンコポリオールを含有すると共に、ポリマーがシリコングラフトポリマーを含んでなる時、好ましくは少なくとも約10%の水が存在する。ポリマーがシリコングラフトポリマー以外である場合、少なくとも約25%の水が存在する。

【0159】

さらに、剪断がエマルジョンを破壊しうるので、一旦シリコンエマルジョンを添加すると組成物に高剪断速度を与えないことが望ましい。また、典型的には、あらゆる増粘剤または界面活性剤の後にシリコンエマルジョンを添加する。 アルコールと混ぜる前に、構造（I）を有するシリコンコポリオール（例えば、テゴプレ 30
（T e g o p r e n））とシリコンエマルジョンをブレミックスすることが通常は望ましい。

【0160】

使用方法

本発明のヘアケアの利点をもたらすために、本発明の組成物を従来のように用いる。こうした方法は、一般に、髪を乾かし望ましいスタイルに整える前および／またはその後に、乾いた髪、若干湿った髪または濡れた髪に有効量の製品を塗ることを含む。適切な装置、例えば、機械的ポンプスプレー、加圧エアロゾル容器またはその他の適切な手段を用いて製品をスプレーまたは噴霧することにより、通常製品は塗られる。トニック、ローションおよびジェルを包含するその他のヘアスタイリング組成物は、典型的には従来のボトルまたはチューブから小出しし、直接髪に塗るか、または先ず手に出してそれから髪に塗る 40
。その後、組成物を乾かすか、または放置して乾かす。「有効量」とは、髪に維持およびスタイルの望まれる利点をもたらすために十分な量を意味する。特定の製品の配合、ディスペンサーのタイプ、髪の長さおよびヘアスタイルのタイプに応じて、一般に、約0.5g～約30gの製品を髪に塗る。

【0161】

ヘアスタイリングポリマー（例えば、接着／永続特性）および／またはシリコンエマルジョン（例えば、コンディショニング、軟化）の利点の実現される場合、他のパーソナルケア用途、例えば、スキンケア用途において本発明の組成物を用いることができる。

【0162】

[実施例]

以下の実施例は、本発明の範囲内の実施形態を更に説明し実証する。実施例を説明の目的のためにのみ示しており、それを本発明の限定と解釈するべきではない。本発明の精神と範囲を逸脱せずに多くの変形が可能だからである。化学名またはCTFA名によって成分を識別する。

実施例 I

以下は、本発明の代表的なジェル組成物である。

【0163】

【表5】

コンポーネント	重量%
水	76.75
エタノール	16.00
ポリクアテルニウム-16 ¹	2.00
ベンゾフェノン-4 ²	0.10
香料	0.20
ヒドロキシプロピルグアー ³	1.00
シリコーンマイクロエマルジョン (37%活性種) ⁴	3.00
防腐剤	0.95

10

【0164】

1：ルビコート (Luviquat) FC550、BASF

2：ウビヌル (Uvinul) MS-40、BASF

3：ジャガー (Jaguar) HP-105、ローヌ・プーラン (Rhône-Poulenc)

4：ダウコーニング (Dow Corning) からのDC-2-5932シリコーンマイクロエマルジョン、粒子サイズ=24ナノメートル、カチオン性界面活性剤系、分散相粘度=1, 200cpsのシリコーン

【0165】

適度の攪拌のもとで60%の水にポリクアテルニウム-16を添加することによりプレミックスを調製する。次に、激しく攪拌しながら、ベンゾフェノン、エタノール、香料および防腐剤を添加する。30%の水にヒドロキシプロピルグアーを添加し、グアーが完全に水和するまで激しく混合することにより最終ミックスを調製する。次に、軽く攪拌しながらプレミックスを添加する。その後、軽く攪拌しながらミックスにシリコーンマイクロエマルジョン（残りの水とプレミックスされているもの）を添加する。

30

【0166】

実施例 II

以下は、本発明の代表的なムース組成物である。

濃縮組成物

【0167】

【表6】

40

コンポーネント	重量%
エタノール (200ブルーフ)	10.00
ポリクアテルニウム-11 (20%活性種) ¹	12.50
ポリクアテルニウム-4 ²	0.50
香料	0.10
水	72.39
グリセリン	0.30
ラウラミドDEA ³	0.20
ステアレス21 ⁴	0.10
シリコーンミクロエマルジョン (25%活性種) ⁵	3.00
防腐剤	0.91

10

【0168】

1: ガフコート (Gafquat) -755N、ISP

2: セルコート (Celquat) H-100、ナショナルスターチ (National Starch)

3: モナミド (Monamide) 716、モナ (Mona)

4: BRIJ 721、ICI

5: ダウコーニング (Dow Corning) からのDC-2-5932シリコーンミクロエマルジョン、粒子サイズ=24ナノメートル、カチオン性界面活性剤系、分散相粘度=1, 200cpsのシリコーン

20

【0169】

1/2の水にエタノールを添加することにより第1のプレミックスを調製する (シリコーンミクロエマルジョン、防腐剤および界面活性剤をプレミックスするために残りの1/2を取っておく)。次に、セルコートH-100を添加し、エタノール/水に均一に溶解するまで混合する。ガフコート-755Nを添加し、均一に溶解するまで混合する。激しく攪拌しながら香料とグリセリンを添加する。

30

加熱し (120°F) 攪拌しながら、残りの水に界面活性剤 (ラウラミドDEA、ステアレス21) を溶解することにより第2のプレミックスを調製する。界面活性剤が完全に溶解する時、ミックスの加熱を止める。次に、激しく攪拌しながら、防腐剤とシリコーンミクロエマルジョンをミックスに添加する。

最終濃縮ステップは、激しく攪拌しながら第1および第2のプレミックスを混合すると共に、適切なムース弁を用いて合計充填噴射剤7%で適するアルミニウム缶に濃縮物を入れることを含む。弁を缶に圧着し、真空を利用して脱気する。その後、缶を噴射剤で加圧する。

【0170】

缶組成	重量%
濃縮組成物 (上記)	93.00
弗化炭化水素152A (噴射剤)	4.76
イソブタン (A31噴射剤)	2.24

40

【0171】

実施例III

以下は、本発明の代表的なムース組成物である。

濃縮組成物

【0172】

【表7】

コンポーネント	重量%
エタノール (200プルーフ)	6.00
PVM/MAコポリマーのブチルエステル (50%活性種) ¹	4.00
PVP/VA (50%活性種) ²	2.00
香料	0.10
水	83.19
アミノメチルプロパノール ³	0.10
ポリクアテルニウム-47 ⁴	0.30
ラウラミドDEA ⁵	0.30
ステアレス21 ⁶	0.10
シリコーンマイクロエマルジョン (25%活性種) ⁷	3.00
防腐剤	0.91

10

【0173】

1: ガントレス (Gantrez) ES-425、ISP

2: PVP/VA 735W、ISP

3: AMP-レギュラー、アングス (Angus)

20

4: メルコート (Merquat) -2001、カルゴン (Calgon)

5: モナミド (Monamide) 716、モナ (Mona)

6: BRIJ 721、ICI

7: ダウコーニング (Dow Corning) からの DC-2-5791 シリコーンマイクロエマルジョン、粒子サイズ=49ナノメートル、アニオン性/非イオン性界面活性剤系、分散相粘度=80,000 cps のシリコーン

【0174】

ガントレスおよび PVP/VA をエタノールに添加することにより第1のプレミックスを調製する。その後、激しく攪拌しながら、プレミックスを AMP で中和する。連続で攪拌しながら、1/2の水 (シリコーンマイクロエマルジョン、防腐剤および界面活性剤をプレミックスするために残りの1/2を取っておく) および香料を添加する。

30

加熱し (120°F) 攪拌しながら、残りの水に界面活性剤 (ラウラミド DEA、ステアレス21) を溶解することにより第2のプレミックスを調製する。界面活性剤が完全に溶解する時にミックスの加熱を止める。上述した中和された第1のガントレスプレミックスの pH と同じであるようにポリクアテルニウム-47の pH を AMP で調節する。激しく攪拌しながら、pH 調節されたポリクアテルニウム-47をミックスに添加する。次に、激しく攪拌しながら防腐剤とシリコーンマイクロエマルジョンをミックスに添加する。

最終濃縮ステップは、激しく攪拌しながら第1および第2のプレミックスを混合すると共に、適切なムース弁を用いて合計充填噴射剤7%で適するアルミニウム缶に濃縮物を入れることを含む。弁を缶に圧着し、真空を利用して脱気する。その後、缶を噴射剤で加圧する。

40

【0175】

缶組成 重量%

濃縮組成物 (上記) 93.00

弗化炭化水素 152A (噴射剤) 4.76

イソブタン (A31 噴射剤) 2.24

【0176】

実施例 IV

以下は、本発明の代表的な非エアロゾールヘアスプレー組成物である。

【0177】

50

【表 8】

コンポーネント	重量%
エタノール (200プルーフ)	55.00
アクリレートコポリマー ¹	4.00
ジメチルミリスタラミン	0.10
イソドデカン ²	0.50
香料	0.10
アジピン酸ジイソブチル ³	0.10
水酸化ナトリウム溶液 (30%活性種)	1.29
水	34.91
シリコーンマイクロエマルジョン (25%活性種) ⁴	4.00

10

【0178】

1：75／25 テルブチルアクリレート (Terbutylacrylate) ／アクリル酸／、ポリマー分子量＝80,000

2：パーメチル (Permethy l) 99A、プレスパー (Presperse Inc.)

3：プラストホール (Plasthall) DI BA、ホール (C. P. Hall)

20

4：ダウコーニング (Dow Corning) からの DC-2-5791 シリコーンマイクロエマルジョン、粒子サイズ＝49ナノメートル、アニオン性／非イオン性界面活性剤系、分散相粘度＝77,000のシリコーン

【0179】

激しく攪拌しながら、アクリレートコポリマーをエタノールに完全に溶解することによりこの製品を調製する（目に見える白色フレークがあるべきではない）。連続で激しく攪拌しながら、ジメチルミリスタラミン、イソドデカンおよびDI BAを添加する。なお攪拌しながら、NaOHを徐々に添加する。完全な中和反応を達成することが重要である。次に、攪拌しながら香料を添加する。その後、水を添加し、均一な混合物が生じるまで混合する。最後に、攪拌しながらシリコーンマイクロエマルジョンをミックスに添加する。

30

【0180】

実施例V～VII

以下は、本発明の代表的なムース組成物である。

濃縮組成物

【0181】

【表 9】

コンポーネント	重量%		
	V	VI	VII
エタノール (200プルーフ)	8.00	14.00	10.00
アクリレートジメチコン コポリマー ¹	2.00	3.50	3.0
ジメチルラウリルアミン ²	0.18	0.16	0.16
イソドデカン ³	0.50	0.50	0.50
香料	0.10	0.10	0.10
水酸化ナトリウム溶液 (30%活性種)	0.56	1.07	0.92
水	81.70	74.81	80.31
ポリクアテルニウム-47 (20%活性種) ⁴	2.50	2.50	1.50
オレイルアルコール ⁵	0.10	—	—
ラウラミドDEA ⁶	0.20	0.20	0.40
ステアレス21 ⁷	0.10	0.10	0.20
ステアレス2 ⁸	0.15	0.15	—
シリコンマイクロエマルジョン (25%活性種) ⁹	3.00	2.00	2.00
防腐剤	0.91	0.91	0.91

10

20

【0182】

1: 60/20/20 テルブチルアクリレート/アクリル酸/12Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量=128,000、例えば、ダイアホールド (Daihold) ME、三菱化学 (Mitsubishi Chemical Corp.)

2: C12アルキルジメチルアミン、AT-1295LT

3: パーメチル99A、プレスパー (Presperse Inc.)

4: メルコート2001、カルゴン (calgon)

5: NOVOL、新日本理化 (Shinnihon RIKAI)

30

6: モナミド716、モナ (Mona)

7: BRIJ721、ICI

8: BRIJ72、ICI

9: ダウコーニング (Dow Corning) からのDC-2-5791シリコンマイクロエマルジョン、粒子サイズ=37ナノメートル、アニオン性/非イオン性界面活性剤系、分散相粘度=95,000cpsのPDMSシリコン

【0183】

第1のプレミックスを次の通り調製する。激しく攪拌しながら、アクリレートジメチコンコポリマーをエタノールに完全に溶解する。ジメチルラウリルアミン、イソドデカンおよび香料を添加する。激しく攪拌しながら、NaOHを徐々に添加し混合して、完全な中和反応を達成する。次に、水の半分を添加し、均一で比較的薄い混合物が生じるまで混練 (mill) する。

40

別に、第2のプレミックスを次の通り調製する。まず、加熱 (120°F) し攪拌しながら残りの水に界面活性剤 (ラウラミドDEA、ステアレス721およびステアレス21) を溶解する。次に、界面活性剤が完全に溶解する時にプレミックスの加熱を止める。完了した第1のプレミックスのpH (約7.5~8.0のpH) と同じであるようにポリクアテルニウム-47のpHをNaOHで調節する。激しく攪拌しながら、ポリクアテルニウム-47、オレイルアルコール、防腐剤を添加し、その後シリコンマイクロエマルジョンを添加する。

激しく攪拌しながら、プレミックス1およびプレミックス2を続けて混合し、濃縮物を形

50

成する。濃縮物を適する噴射剤と混合し、従来のように包装する。例えば、最終組成物は、濃縮組成物（93重量％）、弗化炭化水素152A（4.76重量％）およびイソブタンA31（2.24重量％）を含有することが可能である。

【0184】

実施例VII

以下は、本発明の代表的なムース組成物である。

【0185】

【表10】

コンポーネント	重量%
エタノール（200プルーフ）	10.00
カチオン性ジメチコーンコポリマー ¹	3.00
水	83.24
香料	0.10
ラウラミドDEA ²	0.40
ステアレス21 ³	0.20
ステアレス2 ⁴	0.15
シリコーンマイクロエマルジョン （25%活性種） ⁵	2.00
防腐剤	0.91

10

20

【0186】

1：40／40／20 ジメチルアクリルアミド／トリメチルアミノエチルメタクリレートクロリド塩／10K Siマクロマー、分子量＝60,000

2：モナミド716、モナ（Mona）

3：BRIJ721、ICI

4：BRIJ72、ICI

5：ダウコーニング（Dow Corning）からのDC-2-5932シリコーンマイクロエマルジョン、粒子サイズ＝24ナノメートル、カチオン性界面活性剤系、分散相粘度＝1,200cpsのシリコーン

30

【0187】

第1のプレミックスを次の通り調製する。激しく攪拌しながら、カチオン性ジメチコーンコポリマーをエタノールに完全に溶解する。水の半分を添加し、均一で比較的薄い混合物が生じるまで混練する。

別に、第2のプレミックスを次の通り調製する。加熱（120°F）し攪拌しながら残りの水に界面活性剤（ラウラミドDEA、ステアレス21）を溶解する。一旦界面活性剤が完全に溶解すると、プレミックスの加熱を止める。激しく攪拌しながら、防腐剤および香料を添加し、その後シリコーンマイクロエマルジョンを添加する。

激しく攪拌しながら、プレミックス1およびプレミックス2を混合し、濃縮物を形成する。その後、濃縮物を適する噴射剤と混合し、従来のように包装する。例えば、最終組成物は、濃縮組成物（93重量％）、弗化炭化水素152A（4.76重量％）およびイソブタンA31（2.24重量％）を含有することが可能である。

40

【0188】

実施例IXおよびX

以下は、本発明の代表的なジェル組成物である。

【0189】

【表11】

コンポーネント	重量%	
	I X	X
イソプロパノール	7.00	4.00
アクリレートジメチコンコポリマー ¹	3.50	2.00
ジメチルミリスタミン ²	0.23	0.13
イソドデカン ³	0.50	0.50
香料	0.10	0.10
ジエチレングリコール ⁴	0.35	0.35
水酸化ナトリウム溶液（30%活性種）	1.04	0.56
水	82.87	87.20
グリセロールポリメタクリレート混合物 ⁷	—	0.25
グリセリン	0.25	—
ヒドロキシプロピルグアー ⁵	1.25	1.00
シリコンマイクロエマルジョン（25%活性種） ⁶	2.00	3.00
防腐剤	0.91	0.91

10

【0190】

1：60／20／20 テルブチルアクリレート／アクリル酸／12Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量＝128,000 20

2：C12アルキルジメチルアミン、AT-1295LT

3：パーメチル99A、プレスパー（Presperse Inc.）

4：ジエチレングリコール、アシュランド（Ashland）

5：ジャガー（Jaguar）HP-105、ロヌ・プーラン（Rhone-Poulenc）

6：ダウコーニング（Dow Corning）からのDC-2-5791（sp）シリコンマイクロエマルジョン、粒子サイズ＝37ナノメートル、アニオン性／非イオン性界面活性剤系、分散相粘度＝95,000のシリコン

7：ルブラジェルオイル（Lubrajel Oil）、アイエスピー（ISP, United-Guardian）が販売 30

【0191】

激しく攪拌しながら、アクリレートジメチコンコポリマーをエタノールに完全に溶解することにより第1のプレミックスを調製する。連続して攪拌しながら、ジメチルミリスタミン、イソドデカン、香料およびジエチレングリコールを添加し、その後NaOHを徐々に添加し混合して、完全な中和反応を達成する。次に、均一で比較的薄い混合物が生じるまで、バッチ水の33%（グリセリンまたはルブラジェルオイル、防腐剤とプレミックスされたもの）を添加し混練する。

別に、ヒドロキシプロピルグアーが完全に水和されるまでそれをバッチ水（100°F）の43%に溶解することにより第2のプレミックスを調製する。軽く攪拌しながら、シリ 40

コンマイクロエマルジョン（残りの水とプレミックスされたもの）をミックスに添加する。
激しく攪拌しながら、プレミックス1およびプレミックス2を混合して濃縮物を形成する。

【0192】

実施例XI

以下は、本発明の代表的なジェル組成物である。

【0193】

【表12】

コンポーネント	重量%
イソプロパノール	6.00
アクリレートジメチコンコポリマー ¹	3.00
ジメチルミリスタミン ²	0.20
イソドデカン ³	0.50
香料	0.10
アジピン酸ジイソブチル ⁴	0.45
水酸化ナトリウム溶液（30%活性種）	0.92
水	83.59
アクリレートステアレスイタコネートコポリマー ⁵	2.00
水酸化ナトリウム溶液（30%活性種）	0.33
シリコンマイクロエマルジョン（25%活性種） ⁶	2.00
防腐剤	0.91

10

【0194】

1：60／20／20 テルブチルアクリレート／アクリル酸／12Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量＝128,000

20

2：C12アルキルジメチルアミン、AT-1295LT

3：パーメチル99A、プレスパーズ（Presperse Inc.）

4：プラストホール（Plasthall）DIBA、ホール（C. P. Hall）

5：ストラクチャー（Structure）2001、ナショナルスターチ（National Starch）

6：ダウコーニング（Dow Corning）からのDC-2-5791（sp）シリコンマイクロエマルジョン、粒子サイズ＝37ナノメートル、アニオン性／非イオン性界面活性剤系、分散相粘度＝95,000のシリコン

【0195】

激しく攪拌しながら、アクリレートジメチコンコポリマーをエタノールに完全に溶解することにより第1のプレミックスを調製する。一定の攪拌のもとで、ジメチルミリスタミン、イソドデカン、香料およびジエチレングリコールを添加する。次に、NaOHを徐々に添加し混合して、完全な中和反応を達成する。均一で比較的薄い混合物が生じるまで、バッチ水の33%（DIBAおよび防腐剤とプレミックスされたもの）を添加し混練する。

30

別に、完全に水和されるまで激しく攪拌しながらストラクチャー（Structure）2001増粘剤をバッチ水の43%に溶解することにより第2のプレミックスを調製する。粘度が一定になるまで激しく攪拌しながらNaOH（第2の添加）で中和する。軽く攪拌しながら、シリコンマイクロエマルジョン（残りの水とプレミックスされたもの）をミックスに添加する。

40

攪拌しながら、プレミックス1およびプレミックス2を混合して濃縮物を形成する。

【0196】

実施例XII

以下は、本発明の代表的なスタイリングローション組成物である。

【0197】

【表13】

コンポーネント	重量%
エタノール	6.00
アクリレートジメチコンコポリマー ¹	2.00
ジメチルミリスタミン ²	0.30
イソドデカン ³	1.00
香料	0.10
アジピン酸ジイソブチル ⁴	0.45
水酸化ナトリウム溶液（30%活性種） （第1の添加）	0.59
水	84.72
防腐剤	0.91
PVM/MAデカジエン ⁵	1.00
水酸化ナトリウム溶液（30%活性種） （第2の添加）	0.93
シリコンマイクロエマルジョン （25%活性種） ⁶	2.00

10

【0198】

1：60／20／20 テルブチルアクリレート／アクリル酸／12Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量＝128,000 20

2：C12アルキルジメチルアミン、AT-1295LT

3：パーメチル99A、プレスパーズ（Presperse Inc.）

4：プラストホール（Plasthall）DIBA、ホール（C. P. Hall）

5：スタビレス（Stabileze）QM、ISP

6：ダウコーニング（Dow Corning）からのDC-2-5791シリコンマイクロエマルジョン、粒子サイズ＝49ナノメートル、アニオン性／非イオン性界面活性剤系、分散相粘度＝77,000のシリコン

【0199】

激しく攪拌しながら、アクリレートジメチコンコポリマーをエタノールに完全に溶解することにより第1のプレミックスを調製する。ジメチルミリスタミン、イソドデカンおよび香料を添加し、その後、ジエチレングリコールを添加する。連続して攪拌しながら、NaOHを徐々に添加し混合して、完全な中和反応を達成する（すべてのNaOHをここで添加するわけではない—組成物の0.59%を添加する）。均一で比較的薄い混合物が生じるまで、バッチ水の33%（DIBAおよび防腐剤とプレミックスされたもの）を添加し混練する。 30

別に、完全に水和されるまで激しく攪拌しながらストラクチャー（Structure）2001増粘剤をバッチ水の43%に溶解することにより第2のプレミックスを調製する。次に、粘度が一定になるまで激しく攪拌しながらNaOH（残りの量—組成物の0.93%）で中和する。軽く攪拌しながら、シリコンマイクロエマルジョン（残りの水とプレミックスされたもの）をミックスに添加する。 40

攪拌しながら、プレミックス1およびプレミックス2を混合して濃縮物を形成する。

【0200】

実施例XIII—XVI

以下は、本発明の代表的な非エアロゾルヘアスプレー組成物である。

【0201】

【表14】

コンポーネント	重量%				
	XIII	XIV	XV	XVI	XVII
エタノール（200プルーフ）	72.00	79.00	67.56	55.00	55.00
シリコン多ブロックポリマー ¹	—	—	—	—	4.00
アクリレートジメチコンコポリマー ²	4.50	3.00	—	—	—
アクリレートジメチコンコポリマー ³	—	—	4.50	—	—
アクリレートジメチコンコポリマー ⁴	—	—	—	4.00	—
アクリレートコポリマー ⁵	—	—	1.50	—	—
イソドデカン ⁶	0.70	0.70	1.00	0.50	0.50
香料	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
アジピン酸ジイソブチル ⁷	0.45	0.30	0.90	0.10	0.40
水酸化ナトリウム溶液（30%活性種）	1.45	0.92	1.44	1.29	1.29
水	19.30	13.98	20.00	35.01	36.71
シリコンマイクロエマルジョン（25%活性種） ⁸	1.50	—	3.00	—	2.00
シリコンマイクロエマルジョン（25%活性種） ⁹	—	1.43	—	4.00	—
ジメチコンコポリオール ¹⁰	—	0.57	—	0.40	—

【0202】

1：40／28／10／12／10 テルブチルアクリレート／アクリル酸／メタクリル酸／シリコンブロック（VSP-1001）

2：64／20／16 テルブチルアクリレート／アクリル酸／14Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量＝150,000

3：60／20／20 テルブチルアクリレート／アクリル酸／14Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量＝80,000

4：75／20／5 テルブチルアクリレート／アクリル酸／14Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量＝100,000

5：75／25 テルブチルアクリレート／アクリル酸、ポリマー分子量＝80,000

6：パーメチル99A、プレスパーズ（Presperse Inc.）

7：プラストホール（Plasthall）DIBA、ホール（C. P. Hall）

8：ダウコーニング（Dow Corning）からのDC-2-5791シリコンマイクロエマルジョン、粒子サイズ＝49ナノメートル、アニオン性／非イオン性界面活性剤系、分散相粘度＝77,000のシリコン

9：ダウコーニング（Dow Corning）からのDC-1845シリコンマイクロエマルジョン、粒子サイズ＝25ナノメートル、アニオン性／非イオン性界面活性剤系、分散相粘度＝80,000cpsのシリコン

10：DC190、ダウコーニング（Dow Corning）

【0203】

激しく攪拌しながら、アクリレートジメチコンコポリマーおよびアクリレートコポリマーをエタノールに完全に溶解する。激しく攪拌しながら、イソドデカンおよびDIBAを添加し、その後、NaOHを徐々に添加し混合して、完全な中和反応を達成する。水の9

10

20

30

40

50

0%を添加し、均一な混合物が生じるまで混合する。攪拌しながら、香料を添加し、その後シリコンマイクロエマルジョン（残りの水および、適宜DC190とプレミックスされたもの）を添加する。

【0204】

実施例XVIIおよびXIX

以下のエアロゾールヘアスプレー組成物は、本発明の代表的なものである。

【0205】

【表15】

コンポーネント	重量%	
	XVIII	XIX
エタノール（200プルーフ）	54.67	26.50
アクリレートジメチコンコポリマー ¹	2.00	—
アクリレートジメチコンコポリマー ²	—	3.50
イソドデカン ³	0.50	0.50
香料	0.10	0.10
アジピン酸ジイソブチル ⁴	0.20	0.20
水酸化カリウム溶液（45%活性種）	0.55	0.98
水	14.80	39.04
シリコンマイクロエマルジョン（25%活性種） ⁵	2.00	1.00
腐蝕防止剤	0.18	0.18
ジメチルエーテル（噴射剤）	12.5	14.0
イソブタン（噴射剤）	12.5	14.0

【0206】

1：60／20／20 テルブチルアクリレート／アクリル酸／14Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量＝130,000

2：70／20／10 テルブチルアクリレート／アクリル酸／14Kシリコンマクロマー、ポリマー分子量＝100,000

3：パーメチル99A、プレスパー（Presperse Inc.）

4：プラストホール（Plasthall）DIBA、ホール（C. P. Hall）

5：ダウコーニング（Dow Corning）からのDC-2-5791（sp）シリコンマイクロエマルジョン、粒子サイズ＝37ナノメートル、アニオン性／非イオン性界面活性剤系、分散相粘度＝95,000のシリコン

【0207】

激しく攪拌しながら、アクリレートジメチコンコポリマーおよびアクリレートコポリマーをエタノールに完全に溶解することによりプレミックスを調製する。連続して攪拌しながら、イソドデカンおよびDIBAを添加し、その後、NaOHを徐々に添加し混合して、完全な中和反応を達成する。次に、水の90%を添加し、均一な混合物が生じるまで混合する。攪拌を続けると共に、香料を添加し、その後シリコンマイクロエマルジョン（残りの水とプレミックスされたもの）を添加する。

濃縮物を適する弁付きの適する容器に入れ、それを噴射剤で加圧する。

【0208】

以下は、本発明の代用的なものである、種々のVOCレベルのヘアスプレー組成物である。

【0209】

実施例XX—XXII

【0210】

【表16】

10

20

30

40

50

コンポーネント	重量%		
実施例	XX	XXI	XXII
SDA40アルコール	90.00	80.00	55.00
アンホマー28-4910 ¹	4.00	4.00	4.00
アミノメチルプロパノール ²	0.72	0.72	0.72
蒸留水	3.08	13.08	38.08
SiME/界面活性剤プレミックス1A	2.20	2.20	2.20
合計	100.00	100.00	100.00
SiME/界面活性剤プレミックス	1A		
DC-2-1550 ³	72.73		
テゴブレン5830 ⁴	27.27		
合計	100.00		

10

【0211】

1：ナショナルスターチ（National Starch）から市販されている。

20

2：アンガス（Angus）から市販されている。

3：ダウコーニング（Dow Corning）から入手できるSiマイクロエマルジョン

4：ゴールドシュミット（Goldschmidt）から入手できる。

【0212】

低剪断混合速度でシリコンマイクロエマルジョンおよびテゴブレン（Tegopren）を混合することによりプレミックスを調製する。一旦完全に混合されると、材料がジェルであることに留意すること。以後の使用のために取っておく。

主ミックスを調製するために、分散を促進するために激しく攪拌しながらアンホマーをアルコールに添加する。一旦溶解すると、適度に攪拌しながらアミノメチルプロパノールを添加し、その後、DRO水を添加する。適度に攪拌しながらシリコンマイクロエマルジョンを添加し、その後半時間にわたり攪拌して完全に混合させる。

30

【0213】

以下は、本発明の代表的なものである、異なるシリコンマイクロエマルジョンおよび異なる乳化用界面活性剤を含むヘアスプレー組成物である。

【0214】

実施例XXIII～XXVII

【0215】

【表17】

組成物	重量%				
実施例	XXIII	XXIV	XXV	XXVI	XXVII
S D A 4 0 アルコール	55.00	80.00	80.00	48.83	80.00
アンホマー 2 8 - 4 9 1 0 ¹	4.00	4.00	4.00	3.75	4.00
アミノメチル プロパノール ²	0.72	0.72	0.72	0.82	0.72
蒸留水	38.08	10.48	13.08	14.00	13.08
ジメチルエーテル	—	—	—	20.00	—
イソブタン	—	—	—	10.00	—
芳香剤	—	0.20	—	0.10	—
アジピン酸ジイソブチル	—	—	—	0.30	—
S i M E / 界面活性剤 プレミックス 8 A	2.20	—	—	—	—
S i M E / 界面活性剤 プレミックス 9 A	—	4.06	—	—	—
S i M E / 界面活性剤 プレミックス 1 0 A	—	—	2.20	—	—
S i M E / 界面活性剤 プレミックス 1 1 A	—	—	—	2.20	—
S i M E / 界面活性剤 プレミックス 1 2 A	—	—	—	—	2.20
合計	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
S i M E / 界面活性剤 プレミックス	8 A	9 A	10 A	11 A	12 A
D C - 2 - 1 5 5 0 ³	72.73	86.96	72.73	65.00	—
D C - 2 - 8 6 7 6 ³	—	—	—	—	72.73
テゴブレン 5 8 3 0 A ⁵	27.27	13.04	—	—	—
テゴブレン 5 8 3 0 B ⁵	—	—	27.27	—	—
テゴブレン 5 8 3 0 ⁵	—	—	—	35.00	27.27
合計	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

【0216】

1：ナショナルスターチ（National Starch）から市販されている。

2：アンガス（Angus）から市販されている。

3：ダウコーニング（Dow Corning）から入手できる S i ミクロエマルジョン

4：ダウコーニング（Dow Corning）から入手できるシリコーンコポリオール
界面活性剤

5：ゴールドシュミット（Goldschmidt）から入手できる。

【0217】

低剪断混合でシリコーンミクロエマルジョンおよびシリコーンコポリオール界面活性剤を混合することによりプレミックスを調製する。一旦完全に混合されると、材料がジェルであることに留意すること。以後の使用のために取っておく。

主ミックスを調製するために、分散を促進するために激しく攪拌しながらアンホマーをアルコールに添加する。一旦溶解すると、適度に攪拌しながら可塑剤、中和剤および D R O 水を添加する。適度に攪拌しながらシリコーンミクロエマルジョンプレミックスを添加し、半時間にわたり攪拌して完全に混合させる。エアロゾール実施例 X X V I の場合、D M

10

20

30

40

50

Eおよびイソブタンを除くすべての成分を溶解するまでプレミックスする。その後、そのミックスをエアロゾール缶に入れ、弁を配置し圧着し、その後、弁を通して噴射剤を添加する。

【0218】

以下は、本発明の代表的なものである、異なるスタイリングポリマー含むヘアスプレー組成物である。

実施例XXVIIII～XXXI

【0219】

【表18】

コンポーネント	重量%			
	XXVIII	XXIX	XXX	XXXI
SDA40アルコール	80.00	55.00	55.00	78.63
アンホマー28-4910 ¹	4.00	—	—	—
レジン (Resyn) 28-2930 ¹	—	4.00	—	—
PVP/VA ²	—	—	4.00	—
スタイリングポリマー ³	—	—	—	4.42
アジピン酸ジイソブチル ⁴	—	—	—	0.44
30%NaOH溶液	—	0.56	—	1.41
アミノメチルプロパノール ⁵	0.72	—	—	—
蒸留水	13.08	35.84	36.40	13.39
SiME/界面活性剤プレミックス4A	2.20	—	—	—
SiME/界面活性剤プレミックス5A	—	4.60	—	—
SiME/界面活性剤プレミックス6A	—	—	4.60	—
SiME/界面活性剤プレミックス7A	—	—	—	1.71
合計	100.00	100.00	100.00	100.00
SiME/界面活性剤プレミックス	4A	5A	6A	7A
DC-2-1550 ⁶	—	—	86.96	—
DC-2-5791 ⁶	—	86.96	—	—
DC-2-1716 ⁶	72.73	—	—	—
DC-2-1845 ⁶	—	—	—	73.10
テゴブレン5830 ⁷	27.27	13.04	13.04	26.90
合計	100.00	100.00	100.00	100.00

【0220】

1：ナショナルスターチ (National Starch) から市販されている。

2：BASFから市販されている。

3：ポリ[アクリル酸-c o-m e t a クリル酸-c o-t-ブチルアクリレート-c o-n-ブチルアクリレート]-g r a f t-ポリ[ジメチルシロキサン]、重量%組成-AA/M A A/t B A/n B A/S M M-12/10/36/27/15、分子量=201,000

4：クロダ (Croda) から市販されている。

5：アンガス（A n g u s）から市販されている。

6：ダウコーニング（D o w C o r n i n g）から入手できるS i ミクロエマルション

7：ゴールドシュミット（G o l d s h m i d t）から入手できる。

【0221】

低剪断混合でシリコーンミクロエマルションおよびシリコーンコポリオール界面活性剤を混合することによりプレミックスを調製する。一旦完全に混合されると、材料がジェルであることに留意すること。以後の使用のために取っておく。

主ミックスを調製するために、分散を促進するために激しく攪拌しながらアンホマーをアルコールに添加する。一旦溶解すると、適度に攪拌しながら可塑剤、中和剤およびD R O 水を添加する。適度に攪拌しながらシリコーンミクロエマルションプレミックスを添加し、追加の半時間にわたり攪拌して完全に混合させる。

フロントページの続き

- (74)代理人 100094695
弁理士 鈴木 憲七
- (74)代理人 100087985
弁理士 福井 宏司
- (74)代理人 100077975
弁理士 望月 孜郎
- (72)発明者 ベフリー, マージョリー モスマン
アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、エレンウッド、ドライブ 8358
- (72)発明者 ボリック, レイモンド エドワード ジュニア
アメリカ合衆国オハイオ州、メインヴィル、ストライカー、ロード 7201
- (72)発明者 リグニー, ケネス ウェイン
アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、ピーチツリー、コート 1088

審査官 ▲高▼岡 裕美

- (56)参考文献 特開昭63-130517 (JP, A)
特開平05-194142 (JP, A)
特開平04-211605 (JP, A)
特開平09-175933 (JP, A)
欧州特許出願公開第00381318 (EP, A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
A61K 7/00-7/50