(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3611376号
(P3611376)
(45)発行日　平成17年1月19日(2005.1.19)　(24)登録日　平成16年10月29日(2004.10.29)

(51)Int.Cl.[7]　F I
A61K 7/11　A61K 7/11

請求項の数 2　(全 20 頁)

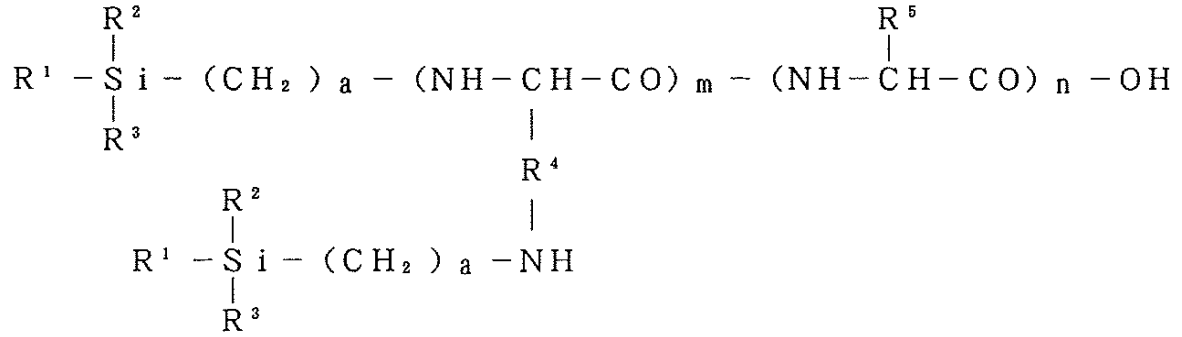
(21)出願番号　特願平7-224613
(22)出願日　平成7年8月8日(1995.8.8)
(65)公開番号　特開平9-52821
(43)公開日　平成9年2月25日(1997.2.25)
審査請求日　平成14年2月1日(2002.2.1)

(73)特許権者　000147213
株式会社成和化成
大阪府東大阪市布市町１丁目２番１４号
(74)代理人　100078064
弁理士　三輪　鐵雄
(72)発明者　吉岡　正人
大阪府東大阪市布市町１丁目２番１４号
株式会社成和化成内
(72)発明者　新谷　博
大阪府東大阪市布市町１丁目２番１４号
株式会社成和化成内
(72)発明者　安達　敬
大阪府東大阪市布市町１丁目２番１４号
株式会社成和化成内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】毛髪セット剤

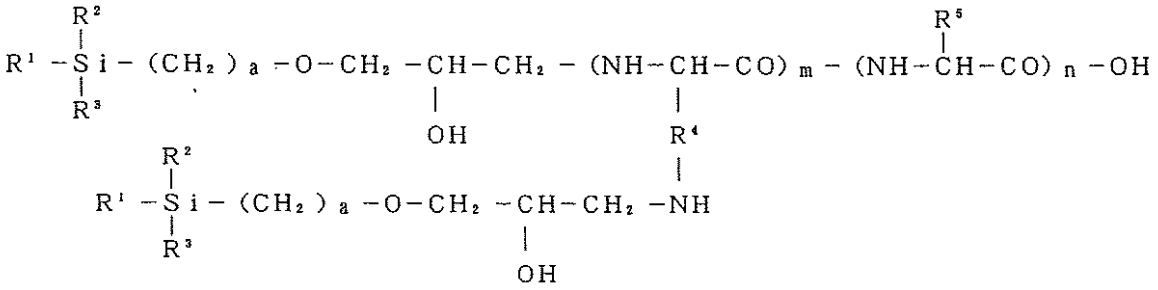
(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
アミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合した下記の一般式（Ｉ）
【化１】



（Ｉ）

〔式中、R^1、R^2、R^3のうち２個は水酸基を示し、残りはメチル基を示す。R^4は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、R

5 はR4 以外のアミノ酸側鎖を示し、ａは１または３で、ｍの平均値は１～２、ｎの平均値は7～８、ｍ＋ｎの平均値は8～１０である（ただし、ｍおよびｎはアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕
で表されるシリル化ペプチド、または下記の一般式（II）
【化２】



(II)

〔式中、R1 、R2 、R3 のうち少なくとも２個は水酸基を示し、残りはメチル基を示す。R4 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、R5 はR4 以外のアミノ酸側鎖を示し、ａは１または３で、ｍの平均値は０．４～１．４、ｎの平均値は５．６～１８．６、ｍ＋ｎの平均値は６～２０である（ただし、ｍおよびｎはアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕で表されるシリル化ペプチドを配合し、ｐＨを３．５～６．５に調整したことを特徴とする毛髪セット剤。
【請求項２】
シリル化ペプチドの配合量が０．１～４０重量％である請求項１記載の毛髪セット剤。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、毛髪セット剤に関するものであり、さらに詳しくは、毛髪に対する優れたセット力を有し、しかも毛髪に艶、潤い、はりを付与し、かつ毛髪をなめらかにし、毛髪の櫛通り性を改善する毛髪セット剤に関するものである。
【０００２】
【従来の技術】
従来、セットローションやヘアスタイリング剤には、毛髪に対するセット力を付与するために、トランタンガムなどのガム類、天然蛋白質やその加水分解物などの天然高分子、ヒドロキシエチルセルロースなどの半合成高分子などが配合されてきたが、最近では、それらに代えて、ポリビニルピロリドン、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸エステル、アクリル酸および／またはメタクリル酸とアクリル酸アルキルエステルおよび／またはメタクリル酸アルキルエステルとの共重合体などの合成高分子が配合されるようになってきた。
【０００３】
しかしながら、天然高分子やセルロース系の半合成高分子は、高湿度下ではべとつきを生じやすく、かつセット力が失われやすいという欠点があり、一方、合成高分子は、乾燥時にフレーキング（形成されたフィルムにひび割れを生じて鱗片状に剥離する現象）が生じやすいという欠点があった。
【０００４】
そのため、合成高分子と蛋白加水分解物またはその誘導体とを併用して、蛋白加水分解物またはその誘導体の有する保湿作用により合成高分子のフレーキングが生じやすいという欠点を解消しようとする試みがなされているが、セット力の点で満足できる結果が得られ

ていない。

【０００５】

【発明が解決しようとする課題】

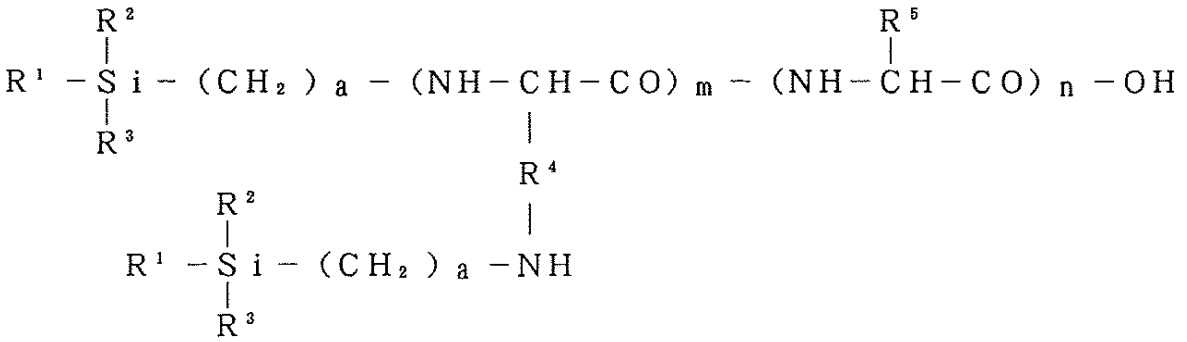
したがって、本発明は、毛髪に対する優れたセット力を有し、高湿度下でもべとつきを生じず、乾燥時にもフレーキングを起こさず、さらには、毛髪に艶や潤い、はりを付与し、毛髪をなめらかにし、かつ毛髪の櫛通り性を改善することができる毛髪セット剤を提供することを目的とする。

【０００６】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意研究を重ねた結果、アミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基（シリル官能基）が共有結合した下記の一般式（Ｉ）

【化３】

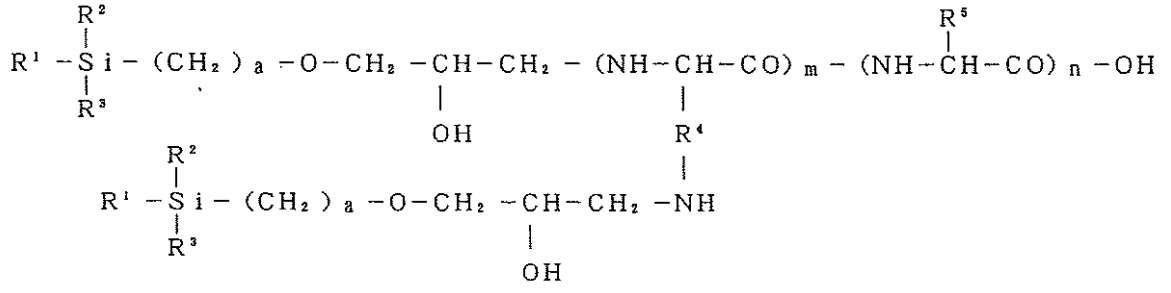


（Ｉ）

〔式中、R^1 、R^2 、R^3 のうち２個は水酸基を示し、残りはメチル基を示す。R^4 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、R^5 はR^4 以外のアミノ酸側鎖を示し、ａは１または３で、ｍの平均値は１～２、ｎの平均値は７～８、ｍ＋ｎの平均値は８～１０である（ただし、ｍおよびｎはアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕

で表されるシリル化ペプチド、または下記の一般式（II）

【化４】



(II)

〔式中、R^1 、R^2 、R^3 のうち少なくとも２個は水酸基を示し、残りはメチル基を示す。R^4 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、R^5 はR^4 以外のアミノ酸側鎖を示し、ａは１または３で、ｍの平均値は０．４～１．４、ｎの平均値は５．６～１８．６、ｍ＋ｎの平均値は６～２０である（ただし、ｍおよびｎはアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕

で表されるシリル化ペプチドを配合し、かつ、そのｐＨを３．５～６．５に調整して、毛髪に使用するときは、上記シリル化ペプチドが毛髪に艶、潤い、はりを付与し、かつ毛髪をなめらかにして、毛髪の櫛通り性を改善するとともに、毛髪に対する優れたセット力を付与することを見出し、本発明を完成するにいたった。

【０００７】

本発明の毛髪セット剤は、上記のシリル化ペプチドを配合し、かつｐＨを３．５～６．５に調整することによって調製されるが、それらのシリル化ペプチドやｐＨを調整するためのｐＨ調整剤について詳しく説明すると、以下の通りである。

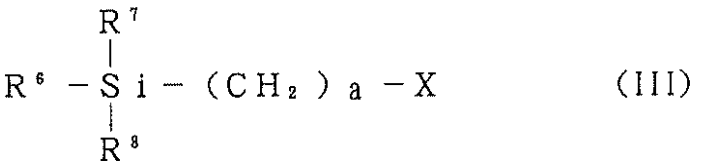
【０００８】

〔シリル化ペプチド〕

上記一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドは、例えば、下記の一般式（III)

【０００９】

【化５】



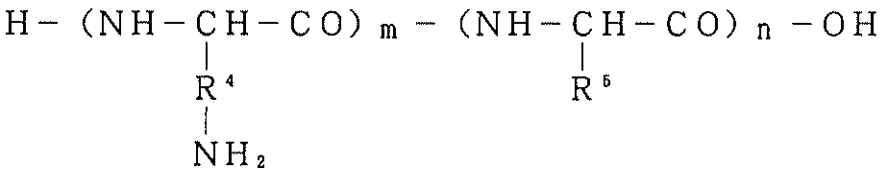
（III）

〔式中、R^6 、R^7 、R^8 はメチル基、炭素数１～３のアルコキシ基、水酸基またはハロゲン原子を示し、これらのR^6 、R^7 、R^8 はすべて同じでもよく、また異なっていてもよいが、メチル基が２個以上になることはない。ａは１または３で、ＸはＣｌ、Ｂｒ、Ｆ、Ｉなどのハロゲン原子を示す〕

で表されるシリル化合物と、下記の一般式（IV）

【００１０】

【化６】



（IV）

〔式中、R^4 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、R^5 はR^4 以外のアミノ酸側鎖を示し、ｍの平均値は１～２、ｎの平均値は７～８、ｍ＋ｎの平均値は８～１０である〕

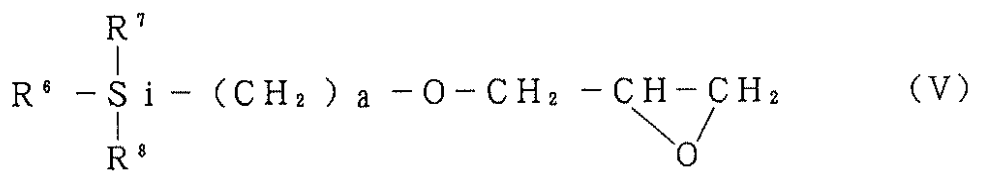
で表されるペプチド類とを縮合反応させることによって得られる。

【００１１】

また、一般式（II）で表されるシリル化ペプチドは、例えば、下記の一般式（Ｖ）

【００１２】

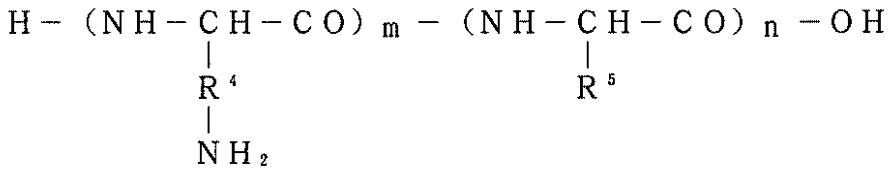
【化７】



（Ｖ）

〔式中、R^6 、R^7 、R^8 はメチル基、炭素数１～３のアルコキシ基、水酸基またはハロゲン原子を示し、これらのR^6 、R^7 、R^8 はすべて同じでもよく、また異なっていても

よいが、メチル基が２個以上になることはない。ａは１または３を示す〕
で表されるシリル化合物と、下記の一般式（VI）
【００１３】
【化８】



(VI)

〔式中、R^4 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、R^5 はR^4 以外のアミノ酸側鎖を示し、ｍの平均値は０．４～１．４、ｎの平均値は５．６～１８．６、ｍ＋ｎの平均値は６～２０である〕
で表されるペプチド類とを縮合反応させることによって得られる。
【００１４】
〔シリル化ペプチドの特性〕
一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドは、その化学構造式からも明らかなように、それぞれ一般式（III)で表されるシリル化合物や一般式（Ｖ）で表されるシリル化合物に基づくケイ素原子を含むシリル官能基部分と、一般式（IV）で表されるペプチド類や一般式（ＶＩ）で表されるペプチド類に基づくペプチド部分を有している。そして、そのシリル官能基部分はｐＨ３．５～６．５で会合してゲル化する性質を有するので、上記シリル化ペプチドをｐＨ３．５～６．５の溶液または湿潤状態で毛髪に使用し、乾燥すると、毛髪に強いセット力を付与することができる。さらに、シリル官能基部分の有する優れた伸展性、摩擦低減性、艶や光沢の付与作用、撥水性の付与作用などと、ペプチド部分の有する毛髪への収着作用、それに伴う毛髪のボリュームアップ、ハリの付与、造膜による保護作用、保湿作用などを同時に発揮することができる。
【００１５】
また、高分子量のシリコーンオイルは、一旦毛髪に付着すると取れにくく、そのため、パーマ、ブリーチ、染毛などの化学的処理を行ないにくくし、ペプチドやカチオン性ポリマーなどの毛髪への収着作用を減少させるという欠点があるが、上記一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドは、ペプチド部分に低分子量のシリル官能基が結合したものであって、毛髪には通常のペプチドの収着機構で収着するので、ペプチドを含まない洗浄剤で洗浄することにより、可逆的にシリル化ペプチドを毛髪上から脱着することができ、上記のような弊害を生じない。
【００１６】
さらに、上記一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドは、一物質中にシリル官能基部分とペプチド部分を有するので、従来のシリコーンオイルとポリペプチドを混合したものとは異なり、シリル官能基部分の毛髪への収着性が高い。
【００１７】
一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドにおいて、R^1 、R^2 、R^3 を前記のように特定しているのは、一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドが、水溶液を有し、水溶性の毛髪セット剤中で良好な保存安定性を保つようにするためである。また、ａを１または３に特定しているのは、ａが２の場合は一般式（III)で表されるシリル化合物や一般式（Ｖ）で表されるシリル化合物の状態での保存安定性が悪く、ａが３より大きくなると、分子

全体中でシリル官能基部分の占める割合が小さくなり、シリル官能基部分の有する性質を充分に発揮できなくなるためである。

【００１８】

〔シリル化ペプチドにおけるペプチド部分〕

一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドにおいて、R^4 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基であるが、上記のような側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸としては、例えば、リシン、アルギニン、ヒドロキシリシンなどが挙げられる。また、R^5 はR^4以外のアミノ酸側鎖を示すが、そのようなアミノ酸としては、例えば、グルタミン酸、アスパラギン酸、アラニン、セリン、トレオニン、バリン、メチオニン、ロイシン、イソロイシン、チロシン、フェニルアラニン、プロリン、ヒドロキシプロリンなどが挙げられる。

【００１９】

一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドにおいて、ｍの平均値は１～２、ｎの平均値は７～８、ｍ＋ｎの平均値は８～１０であり、一般式（II）で表されるシリル化ペプチドにおいて、ｍの平均値は０．４～１．４、ｎの平均値は５．６～１８．６、ｍ＋ｎの平均値は６～２０であるが、これはシリル官能基部分の有する特性を充分に発揮させるとともに、ペプチドとしての毛髪への収着性や浸透性の減少を抑制し、シリル化ペプチドとしての保存安定性の低下を抑制するためである。

【００２０】

なお、上記のｍ、ｎやｍ＋ｎは、理論的には整数であるが、ペプチド部分が後述するような加水分解ペプチドである場合は、該加水分解ペプチドが分子量の異なるものの混合物として得られるため、測定値は平均値になる。

【００２１】

上記一般式（IV）や一般式（VI）で表されるペプチド類におけるペプチドは、天然ペプチド、合成ペプチド、タンパク質（蛋白質）を酸、アルカリまたは酵素で部分加水分解して得られる加水分解ペプチドなどである。

【００２２】

天然ペプチドとしては、例えば、グルタチオン、バシトラシンＡ、インシュリン、グルカゴン、オキシトシン、バソプレシンなどが挙げられ、合成ペプチドとしては、例えば、ポリグリシン、ポリリシン、ポリグルタミン酸、ポリセリンなどが挙げられる。

【００２３】

加水分解ペプチドとしては、例えば、コラーゲン（その変成物であるゼラチンも含む）、ケラチン、絹フィブロイン、セリシン、カゼイン、コンキオリン、エラスチン、鶏、あひるなどの卵の卵黄タンパク、卵白タンパク、大豆タンパク、小麦タンパク、トウモロコシタンパク、米（米糠）タンパク、ジャガイモタンパクなどの動植物由来のタンパク、あるいは、サッカロミセス属、カンディタ属、エンドミコプシス属の酵母菌や、いわゆるビール酵母、清酒酵母といわれる酵母菌より分離した酵母タンパク、キノコ類（担子菌）より抽出したタンパク、クロレラより分離したタンパクなどの微生物由来のタンパクを酸、アルカリまたは酵素で部分的に加水分解して得られるペプチドなどが挙げられる。

【００２４】

〔シリル化ペプチドの合成〕

上記一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドは、上記一般式（III)で表されるシリル化合物や一般式（Ｖ）で表されるシリル化合物と一般式（IV）で表されるペプチド類や一般式（VI）で表されるペプチド類とを接触反応させて得られるものであるが、一般式（III)で表されるシリル化合物や一般式（Ｖ）で表されるシリル化合物は、シランカップリング剤として市販されているものを使用することができる。そのようなシランカップリング剤としては、例えば、東芝シリコーン（株）製のＴＳＬ８３９０、ＴＳＬ８２１９、ＴＳＬ８３９５、ＴＳＬ８３２６、ＴＳＬ８３２５、ＴＳＬ８３２０、ＴＳＬ８３５５、ＴＳＬ８３５０（いずれも、商品名）、日本ユニカー（株）製のＡ－１４３（商品名）、東レ・ダウコーニング・シリコーン（株）製のＳＨ

６０４０、ＳＨ６０７６（いずれも、商品名）、信越シリコーン（株）製のＫＢＥ４０３、ＫＢＥ４０２、ＫＢＥ７０３（いずれも、商品名）などが挙げられる。

【００２５】

上記一般式（III)で表されるシリル化合物や一般式（Ｖ）で表されるシリル化合物と一般式（IV）で表されるペプチド類や一般式（VI）で表されるペプチド類との反応は、例えば、まず、シリル化合物を３０～５０℃の水中で５～２０分間攪拌して加水分解することにより、ケイ素原子に結合するアルコキシ基やハロゲン原子を水酸基に変換した後、この水酸基化したシリル化合物を一般式（IV）で表されるペプチド類の溶液に滴下し、両者を接触させることによって行われる。

【００２６】

上記反応に際して、ペプチド類は３０～５０重量％程度の水溶液にするのが好ましく、水酸基化したシリル化合物の滴下は３０分～５時間で終了するのが好ましい。

【００２７】

一般式（III)で表されるシリル化合物を用いる場合は、反応時、反応によってハロゲン化水素が生成して反応液のｐＨが低下するので、反応と同時に水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ溶液を滴下して、反応系内のｐＨを８～１１、特に９～１０に保つことが好ましい。また、一般式（Ｖ）で表されるシリル化合物を用いる場合は、反応によるｐＨの低下は生じないが、反応は塩基性で進行するので、ペプチド溶液のｐＨを８～１１、特に９～１０にしておく必要がある。

【００２８】

反応は常温でも進行するが、温度は高くなるほど反応速度は速くなる。しかし、ｐＨが高い状態で温度が高くなるとシリル化合物の加水分解が促進されるため、高くても７０℃以下にすることが好ましく、特に４０～６０℃で行うのが好ましい。

【００２９】

反応の進行と終了は、ファン・スレーク（Ｖａｎ　Ｓｌｙｋｅ）法により、反応中のペプチド類のアミノ態窒素量を測定することによって確認することができる。

【００３０】

反応終了後、反応液は中和した後、適宜濃縮して、イオン交換樹脂、透析膜、電気透析、ゲル濾過、限外濾過などによって精製し、液体のまま、あるいは粉末化して毛髪セット剤の原料として供される。

【００３１】

上記一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドにおいて、ペプチドのアミノ基へのシリル官能基（すなわち、ケイ素原子をただ一つ含む官能基）の導入率は５０％以上８５％以下が好ましい。シリル官能基の導入率が５０％より少ない場合はシリル化合物に基づく特性が充分に発揮されないおそれがあり、また８５％より多くなると疎水性が増して親水性が減少するおそれがある。

【００３２】

〔シリル化ペプチド配合毛髪セット剤の調製〕

本発明の毛髪セット剤は、一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドや一般式（II）で表されるシリル化ペプチドを水または水と水溶性アルコールなどを含有した溶液に溶解し、ｐＨを３．５～６．５の範囲に調整することによって調製されるが、シリル化ペプチドの毛髪セット剤への配合量（毛髪セット剤中での含有量）は、０．１～４０重量％が好ましく、特に２～２０重量％が好ましい。これは、シリル化ペプチドの配合量が上記範囲より少ない場合は、毛髪をセットする際に毛髪に付着するシリル化ペプチドの量が少ないため、充分なセット効果が得られず、また、シリル化ペプチドの配合量が上記範囲より多くなると、毛髪セット剤の粘度が高くなりすぎて毛髪に使用する際の取扱いが困難になるからである。そして、毛髪セット剤への配合にあたって、上記シリル化ペプチドは単独で用いてもよいし、また２種以上を混合して用いてもよい。

【００３３】

ｐＨを３．５～６．５の範囲に調整するためのｐＨ調整剤としては、特に制限はなく、化

粧品に配合できる無機酸、有機酸のいずれを用いてもよい。ただ、毛髪セット剤への着臭の点を考慮すると、無機酸では塩酸、有機酸ではシュウ酸、クエン酸、リンゴ酸などを用いることが好ましい。

【００３４】

上記のように、毛髪セット剤のｐＨは３．５～６．５に調整することが必要であり、特にｐＨ４～６が好ましい。ｐＨが上記範囲より低い場合は、シリル官能基部分に基づくゲル化力が低下し、またｐＨが上記範囲より高くなると、シリル化ペプチドがゲル化しなくなり、いずれの場合も、充分なセット力を発揮できなくなる。

【００３５】

本発明の毛髪セット剤は、シリル化ペプチドを必須成分とし、これを水または水に水溶性アルコールなどの適宜な溶剤などを加えた液に溶解させ、ｐＨを３．５～６．５に調整することによって調製されるが、これらのｐＨを調整するためのｐＨ調整剤やシリル化ペプチド以外にも本発明の効果を損なわない範囲で適宜他の成分を添加することができる。

【００３６】

そのような成分としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキル（炭素数１２～１４）エーテル（７ＥＯ）（なお、ＥＯはエチレンオキサイドで、ＥＯの前の数値はエチレンオキサイドの付加モル数を示す）、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーエル、ポリオキシエチレンオレイン酸グリセリル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンセチルステアリルジエーテル、ポリオキシエチレンソルビトールラノリン（４０ＥＯ）、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンデシルテトラデシルエーテル、ポリオキシエチレンラノリン、ポリオキシエチレンラノリンアルコール、ポリオキシプロピレンステアリルエーテル、アルキルグリコシド、アルキルポリグリコシドなどのノニオン性界面活性剤、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化セトステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリルビス（ジエチレングリコール）ヒドロキシエチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、臭化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化トリ〔ポリオキシエチレン（５ＥＯ）〕ステアリルアンモニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム、臭化ベヘニルトリメチルアンモニウム、ヨウ化セチルトリメチルアンモニウム、塩化オレイルベンジルジメチルアンモニウム、塩化オレイルビス〔ポリオキシエチレン（１５ＥＯ）〕メチルアンモニウム、塩化ポリオキシプロピレンメチルジエチルアンモニウム、塩化ミンク油アルキルアミドプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウム、塩化γ－グルコンアミドプロピルジメチルヒドロキシアンモニウム、アルキルピリジニウム塩などの陽イオン性界面活性剤、カチオン化セルロース、カチオン化ヒドロキシエチルセルロース、カチオン化グアーガム、ポリ塩化ジアリルジメチルアンモニウム、ポリビニルピロリドン、ポリエチレンイミンなどのカチオン性ポリマー、両性ポリマー、アニオン性ポリマーなどの合成ポリマー、イソステアリン酸ジエタノールアミド、ウンデシレン酸モノエタノールアミド、オレイン酸ジエタノールアミド、牛脂脂肪酸モノエタノールアミド、硬化牛脂脂肪酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド、ステアリン酸モノエタノールアミド、ミリスチン酸ジエタノールアミド、ヤシ油脂肪酸エタノールアミド、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、ラウリン酸イソプロパノールアミド、ラウリン酸エタノールアミド、ラウリン酸ジエタノールアミド、ラノリン脂肪酸ジエタノールアミドなどの増粘剤、ワックス、パラフィン、脂肪酸エステル、グリセライド、動植物油などの油脂類、動植物抽出物、コラーゲン、ケラチン、フィブロイン、セリシン、カゼイン、大豆、小麦、トウモロコシ、イモ類、米（米糠）、酵母、キノコ類などの動植物および微生物由来のタンパク質の加水分解ペプチドやそのペプチドエステル誘導体、動植物および微生物由来のタンパク質の加水分解ペプチドのＮ－第４級アンモニウム誘導体類でトリメチルアンモニオ－２－ヒドロキシプロピル誘導体、トリエチルアンモニオ－２－ヒドロキシプロピル誘導体、ジエチルメチルアンモニオ－２－ヒドロキシプロピル誘

導体、ラウリルジメチルアンモニオ－２－ヒドロキシプロピル誘導体、ヤシ油アルキルジメチルアンモニオ－２－ヒドロキシプロピル誘導体、ステアリルジメチルアンモニオ－２－ヒドロキシプロピル誘導体などのアルキル鎖が１～２２の第４級アンモニウム誘導体、ポリサッカライドまたはその誘導体、プロピレングリコール、１，３－ブチレングリコール、エチレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、ポリエチレングリコールなどの湿潤剤、エタノール、メタノール、プロパノール、イソプロパノールなどの低級アルコール類、セタノール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、イソセチルアルコール、オレイルアルコール、ベヘニルアルコールなどの高級アルコール類、ラウリン酸ジメチルアミノエチルアミド、ミリスチン酸ジエチエルアミノエチルアミド、ステアリン酸ジメチルアミノプロピルアミド、イソステアリン酸ジメチルアミノプロピルアミド、ベヘニン酸ジメチルアミノプロピルアミドなどの第３級アミドアミン化合物、Ｌ－アスパラギン酸、Ｌ－アスパラギン酸ナトリウム、ＤＬ－アラニン、Ｌ－アルギニン、グリシン、Ｌ－グルタミン酸、Ｌ－システイン、Ｌ－スレオニンなどのアミノ酸、などを挙げることができる。

【００３７】

また、鎖状または環状のメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルポリシロキサンポリエチレングリコール共重合体、ジメチルポリシロキサンポリプロピレン共重合体、アミノ変成シリコーンオイル、第４級アンモニウム変成シリコーンオイルなどのシリコーンオイルをシリル化ペプチドと併用した場合、上記シリル化ペプチドのシリル官能基部分がシリコーンオイルと相溶性があるため、シリコーンオイルの毛髪セット剤中での乳化安定性を増加させるので、シリコーンオイルの作用が発揮されやすくなる。

【００３８】

本発明の毛髪セット剤は、毛髪のセットを主目的として使用されるものであり、そのような毛髪のセットを主目的として使用されるものであれば、例えば一般にセットローションやヘアスタイリング剤などと呼ばれているものをはじめ、各種のものが本発明の毛髪セット剤の範疇に含まれる。

【００３９】

【発明の効果】

本発明の毛髪セット剤は、一般式（Ｉ）で表されるシリル化ペプチドまたは一般式（II）で表されるシリル化ペプチドがｐＨ３．５～６．５の範囲で示すゲル化作用により、毛髪に優れたセット力を付与することができる。また、本発明の毛髪セット剤は、上記シリル化ペプチドにより、毛髪に艶、潤い、ハリを付与し、かつ毛髪をなめらかにし、毛髪の櫛通り性を改善することができる。

【００４０】

【発明の実施の形態】

つぎに、実施例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。ただし、本発明はそれらの実施例のみに限定されるものではない。なお、実施例に先立ち、実施例中で実施するウェーブ効率およびウェーブ保持率の測定方法について説明する。

【００４１】

〔ウェーブ効率およびウェーブ保持率の測定方法〕

毛髪１０本を一束とし、その毛根側を揃えてテープで固定し、長さを１８ｃｍに揃える。ロッドには直径１０ｍｍで長さ８０ｍｍのガラス管を使用し、あらかじめ１０ｍｍごとに印をつけておく（反対側にも５ｍｍずらして印をつける）。そして、その印の上を通るように毛束をロッドに巻き付け、両端を輪ゴムで固定する。その毛束に一定量の毛髪セット剤を塗布し、ヘアドライヤーで乾燥する。その後、毛先側の輪ゴムをはずし、デシケータ内でロッドを水平に宙吊り状態にして１２時間乾燥する。乾燥後、毛束をロッドからはずし、ウェーブの波長および波数を測定し、ついで、毛先側に３ｇの錘を付け、毛束を垂直状態にしてデシケータ中で１２時間放置する。つぎに、錘を毛束からはずし、毛束を垂直にしてデシケータ中で２４時間放置し、再度ウェーブの波長および波数を測定する。

【００４２】

波長、波数の測定は、図１に示すように、両端のウェーブを除き、第２番目の波の頂点からの距離を左右とも測定する。左右の波の頂点から頂点までの距離をL_1、L_2とし、L_1とL_2の間にある波の数をそれぞれn_1、n_2とすると、平均波長（Ｌ）は下式によって求められる。

【００４３】

$$\text{平均波長（L）} = \frac{L_1 + L_2}{n_1 + n_2}$$

【００４４】

ロッドそのものの波長（直径）は１０ｍｍであるから、ウェーブ効率は次式により求められる。

【００４５】

$$\text{ウェーブ効率（\%）} = \frac{10}{L} \times 100$$

【００４６】

また、セット処理後のウェーブ効率と、錘をはずして２４時間放置してウェーブが回復した後のウェーブ効率の比から、次式に示すように、ウェーブ保持率が求められる。

【００４７】

$$\text{ウェーブ保持率（\%）} = \frac{\text{回復後のウェーブ効率}}{\text{セット処理後のウェーブ効率}} \times 100$$

【００４８】

実施例１および比較例１～２

表１に示す組成の３種類の毛髪セット剤を調製し、それぞれの毛髪セット剤を洗浄した毛髪に使用して、処理後の毛髪の艶、潤い、はり、ウェーブ効率およびウェーブ保持率を調べた。

【００４９】

なお、実施例や比較例中における各成分の配合量はいずれも重量部によるものであり、配合量が固形分量でないものについては、成分名のあとに括弧書きで固形分濃度を示している。これらは、以後の実施例および比較例でも同様である。

【００５０】

実施例１においては、シリル化ペプチドとして、一般式（Ｉ）において、R^1＝CH_3、R^2＝ＯＨ、R^3＝ＯＨで、ａ＝３、ｍの平均値＝２、ｎの平均値＝８、ｍ＋ｎの平均値＝１０で、シリル官能基の導入率６１％のシリル化加水分解ケラチンを用いている。比較例１では、シリル化加水分解ケラチンに代えて、加水分解ケラチン（ｍ＋ｎ＝１０）〔（株）成和化成製、プロモイスＷＫ－Ｈ（商品名）〕とメチルポリシロキサン〔東レ・ダウコーニング・シリコーン（株）製、ＳＨ２００Ｃ－１０００ｃｓ（商品名）〕を用い、比較例２では、加水分解ケラチンのみを用いている。

【００５１】

【表１】

	実施例１	比較例１	比較例２
シリル化加水分解ケラチン（ｎ＋ｍ＝１０）、（２０％）	５０．０	０	０
加水分解ケラチン（ｍ＋ｎ＝１０）、（２５％）	０	２０．０	４０．０
メチルポリシロキサン	０	１．０	０
クエン酸	ｐＨ４にする	ｐＨ４にする	ｐＨ４にする
滅菌イオン交換水	計１００とする	計１００とする	計１００とする

【００５２】
上記毛髪セット剤による処理に先立ち、毛髪をあらかじめ２％ポリオキシエチレン（１０ＥＯ）ノニルフェニルエーテル水溶液で洗浄し、水でゆすいで室温で風乾した。これらの毛髪１０本からなる毛束をロッドに巻き付け、そのロッドに巻き付けた毛束をそれぞれ実施例１および比較例１～２のセットローションに３０秒間浸漬し、前記の方法でウェーブ効率およびウェーブ保持率を測定した。また、その乾燥後の波長、波数の測定時に、毛髪の艶、潤い、はりを１０人の女性パネラーに評価させた。さらに、上記評価後の毛束を相対湿度６６％の恒湿槽中に２４時間保存し、毛髪のべとつきの少なさについて上記パネラーに評価させた。

【００５３】
評価方法は、最も良いものを〔２点〕とし、２番目に良いものを〔１点〕とし、悪いものを〔０点〕として、表２にその結果を１０人の平均値で示す。

【００５４】
【表２】

	実施例１	比較例１	比較例２
処理後の毛髪の			
艶	１．８	１．２	０．０
潤　い	１．６	０．６	０．８
は　り	２．０	１．０	０．０
恒湿槽中に保存後の毛髪のべとつきの少なさ	１．８	１．２	０．０
ウェーブ効率（％）	７５．５	５７．０	５６．６
ウェーブ保持率（％）	５４．２	３７．３	３６．５

【００５５】
表２に示すように、シリル化加水分解ケラチンを配合した実施例１は、シリル化加水分解ケラチンを配合していない比較例１～２に比べて、毛髪の艶、潤い、はりのいずれにおいても評価値が高く、シリル化加水分解ケラチンが毛髪に収着して、毛髪に艶、潤い、はりを付与することが明らかであった。また、実施例１は毛髪のべとつきも少なかった。さらに、実施例１は、比較例１～２に比べて、ウェーブ効率が約２０％近く高く、かつウェーブ保持率が高いことから、シリル化加水分解ケラチンが毛髪を強力にセットし、かつ、そのセット力が持続性を有することが明らかであった。なお、恒湿槽中に保存前の状態では、いずれの毛束にも、毛髪セット剤によるフレーキングは認められなかった。
【００５６】
実施例２および比較例３～４
表３に示す組成の３種類の毛髪セット剤を調製し、それぞれの毛髪セット剤を用いた場合の毛髪の艶、潤い、はり、ウェーブ効率およびウェーブ保持率を実施例１と同様に調べた。
【００５７】
実施例２においては、シリル化ペプチドとして、一般式（II）において、R^1＝CH_3、R^2＝ＯＨ、R^3＝ＯＨで、ａ＝１、ｍの平均値＝１．４、ｎの平均値＝１８．６、ｍ＋ｎの平均値＝２０で、シリル官能基の導入率６７％のシリル化加水分解コラーゲンを用いている。比較例３では、シリル化加水分解コラーゲンに代えて、加水分解コラーゲン（ｍ＋ｎ＝２０）〔（株）成和化成製、プロモイスＷ－５２（商品名）〕とジメチルシロキサン・メチル（ポリオキシエチレン）シロキサン共重合体〔東レ・ダウコーニング・シリコーン（株）製、ＳＨ３７７１Ｃ（商品名）〕を用い、比較例４では、ジメチルシロキサン・メチル（ポリオキシエチレン）シロキサン共重合体のみを用いている。
【００５８】
【表３】

	実施例２	比較例３	比較例４
シリル化加水分解コラーゲン（ｍ＋ｎ＝２０）、（２０％）	７５．０	０	０
加水分解コラーゲン（ｍ＋ｎ＝２０）、（３０％）	０	２５．０	０
ジメチルシロキサン・メチル（ポリオキシエチレン）シロキサン共重合体	０	１．５	１．５
リンゴ酸	ｐＨ５にする	ｐＨ５にする	ｐＨ５にする
滅菌イオン交換水	計１００とする	計１００とする	計１００とする

【００５９】
毛髪のセット処理は、実施例１と同様に洗浄処理した毛束をロッドに巻き付け、そのロッドに巻き付けた毛束をそれぞれ上記実施例２および比較例３～４の毛髪セット剤に３０秒間浸漬することによって行った。そして、乾燥後の毛髪の艶、潤い、はりを１０人の女性パネラーに実施例１と同じ評価方法で評価させ、またウェーブ効率、ウェーブ保持率も実施例１と同様に調べた。表４にそれらの結果を示す。
【００６０】
【表４】

	実施例２	比較例３	比較例４
処理後の毛髪の			
艶	２．０	０．８	０．２
潤　い	２．０	１．０	０．０
は　り	２．０	１．０	０．０
ウェーブ効率（％）	７９．５	５２．１	４８．３
ウェーブ保持率（％）	５５．０	３５．３	２１．４

【００６１】
表４に示すように、シリル化加水分解コラーゲンを配合した実施例２は、シリル化加水分解コラーゲンを配合していない比較例３～４に比べて、毛髪の艶、潤い、はりのいずれにおいても評価値が高く、シリル化加水分解コラーゲンが毛髪に収着して、毛髪に艶、潤い、はりを付与することが明らかであった。また、実施例２は、比較例３～４に比べて、ウェーブ効率、ウェーブ保持率とも高く、シリル化加水分解コラーゲンが毛髪に収着し、毛髪に対して優れたセット力を有していることが明らかであった。
【００６２】
実施例３および比較例５～６
表５に示す組成の３種類のムース状毛髪セット剤用ベースを調製し、該ムース状毛髪セット剤用ベースと液化石油ガス（ＬＰＧ）とを９０：１０（重量比）でスプレー容器に充填して、ムース状毛髪セット剤とし、パーマネントウェーブ処理後の毛髪に使用して、毛髪の艶、潤い、はりおよびウェーブ保持率について評価した。なお、ウェーブ効率はパーマネントウェーブ処理によるウェーブ効率の影響が大きいため、その比較を行わず、ウェーブ保持率のみを比較した。
【００６４】
実施例３では、シリル化ペプチドとして、一般式（Ｉ）において、R^1 ＝CH_3、R^2 ＝ＯＨ、R^3 ＝ＯＨで、ａ＝１、ｍの平均値＝１、ｎの平均値＝７、ｍ＋ｎの平均値＝８で、シリル官能基の導入率６５％のシリル化加水分解小麦タンパクを用いている。比較例５では、シリル化加水分解小麦タンパクに代えて、加水分解小麦タンパク（ｍ＋ｎ＝８）〔（株）成和化成製、プロモイスＷＧ（商品名）〕とアモジメチコーンエマルジョン〔東レ・ダウコーニング・シリコーン（株）製、ＳＭ８７０２Ｃ（商品名）〕を用い、比較例６では、アモジメチコーンエマルジョンのみを用いている。
【００６５】
【表５】

	実施例３	比較例５	比較例６
シリル化加水分解小麦タンパク（ｍ＋ｎ＝８）、（２５％）	３７．５	０	０
加水分解小麦タンパク（ｍ＋ｎ＝８）、（２５％）	０	１５．０	０
アモジメチコーンエマルジョン	０	１．５	１．５
ポリオキシエチレン（１５）ラウリルエーテル	０．５	０．５	０．５
エタノール（９９％）	５．０	５．０	５．０
ポリエチレングリコール（１４）オレエート	１．０	１．０	１．０
塩化セチルトリメチルアンモニウム（２９％）	３．０	３．０	３．０
パラヒドロキシ安息香酸エステ・フェノキシエタノール混合物（成和化成社製、セイセプトＧ）	０．５	０．５	０．５
エデト酸二ナトリウム	０．１	０．１	０．１
クエン酸	ｐＨ5.5にする	ｐＨ5.5にする	ｐＨ5.5にする
滅菌イオン交換水	計１００とする	計１００とする	計１００とする

【００６６】
この実施例３および比較例５～６では、各毛束は毛髪３０本で作製し、上記ムース状毛髪セット剤による処理に先立ち、ロッドに巻き付けた毛束を以下の手順でパーマネントウェーブ処理した。すなわち、ロッドに巻き付けた毛束に、２８％アンモニア水でｐＨを９．２に調整した６％チオグリコール水溶液５ｍｌを塗布し、ラップでロッドを覆い１５分間放置した。流水中で１０秒間洗浄後、６％臭素酸ナトリウム水溶液５ｍｌを塗布し、ラップで覆い１５分間放置後、流水中で３０秒間洗浄した。毛束をロッドからはずし、毛髪が濡れた状態で実施例３および比較例５～６のムース状毛髪セット剤をそれぞれ２ｇずつ各毛束にすり込むように塗布した後、ヘアドライヤーで乾燥した。乾燥後のウェーブの波長および波数を測定してウェーブ効率を求めた後、各毛束に３ｇの錘をつけてデシケータ中

で毛束を垂直状態にして１２時間放置し、錘をはずして２４時間再びデシケータ中で毛束を垂直状態にして乾燥した後、再びウェーブ効率を求め、ウェーブ保持率を算・BR>0した。

【００６７】

また、毛髪の艶、潤いおよびはりについて１０人のパネラー（女性６人、男性４人）に、実施例１と同じ評価方法で評価させた。それらの結果を表６に示すが、評価値はいずれも平均値である。

【００６８】

【表６】

	実施例３	比較例５	比較例６
処理後の毛髪の			
艶	１．８	１．２	０．０
潤い	２．０	１．０	０．０
はり	２．０	１．０	０．０
ウェーブ保持率（%）	８１．８	７６．５	６８．５

【００６９】

表６に示すように、シリル化加水分解小麦タンパクを配合した実施例３は、シリル化加水分解小麦タンパクを配合していない比較例５～６に比べて、毛髪の艶、潤い、はりのいずれにおいても評価値が高く、シリル化加水分解小麦タンパクが毛髪に収着して、毛髪に艶、潤い、はりを付与することが明らかであった。

【００７０】

また、実施例３のウェーブ保持率は、加水分解小麦タンパクとシリコーン（アモジメチコーン）を併用した比較例５より５％程度高かっただけであるが、これはパーマネントウェーブ処理によるウェーブ保持力がセット剤によるウェーブ保持力より強いためであると考えられる。しかし、実施例３が比較例６より１０％以上もウェーブ保持率が高いことからみて、パーマネントウェーブ処理を施した毛髪のウェーブ保持に対してもシリル化加水分解小麦タンパクが有効であるものと考えられる。

【００７１】

実施例４および比較例７

表７に示す組成の２種類の毛髪セット剤を調製し、毛髪の艶、潤い、はり、櫛通り性、べとつきおよびセット力（カールの保持力）について評価した。

【００７２】

実施例４では、シリル化ペプチドとして、一般式（II）において、R^1 ＝ＯＨ、R^2 ＝ＯＨ、R^3 ＝ＯＨで、ａ＝３、ｍの平均値＝０．４、ｎの平均値＝５．６、ｍ＋ｎの平均値＝６で、シリル官能基の導入率６０％のシリル化加水分解大豆タンパクを用い、比較例７では、シリル化加水分解大豆タンパクに代えて、加水分解大豆タンパク（ｍ＋ｎ＝６）〔（株）成和化成製、プロモイスＷＳ（商品名）〕とオクタメチルトリシロキサン〔東レ・ダウコーニング・シリコーン（株）製、ＳＨ２００Ｃ－１ｃｓ（商品名）〕を用いている。

【００７３】
【表７】

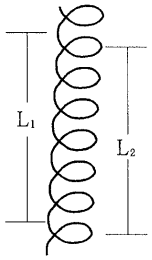
	実施例４	比較例７
シリル化加水分解大豆タンパク（ｍ＋ｎ＝６）、（２０％）	７．５	０
加水分解大豆タンパク（ｍ＋ｎ＝６）、（２５％）	０	６．０
オクタメチルトリシロキサン	０	０．５
クエン酸	ｐＨ6.5にする	ｐＨ6.5にする
滅菌イオン交換水	計１００とする	計１００とする

【００７４】
上記の毛髪セット剤について、５人の女性パネラーに、毎日一度、最初の５日間は比較例７の毛髪セット剤で処理させ、次の５日間は実施例４の毛髪セット剤で処理させた。
【００７５】
処理の方法は、頭部の毛髪をヘアカーラーに巻き付け、ポンプ式スプレーに詰めた上記の毛髪セット剤を毛髪に噴霧したのち、ヘアドライヤーで乾燥した。
【００７６】
１０日間の使用期間後（すなわち、実施例４の毛髪セット剤の５日間使用後）、毛髪のまとまりやすさ、艶、潤い、はり、櫛通り性、べとつきおよび毛髪のカールの保持力が、比較例７の毛髪セット剤を使用していた時より良くなったか、悪くなったか、あるいは変わらなかったかを回答させた。その結果を表８に示す。
【００７７】
【表８】

	良くなったと答えた人数	悪くなったと答えた人数	変わらないと答えた人数
使用後の毛髪の			
艶	4	0	1
潤い	4	0	1
はり	5	0	0
櫛通り性	3	0	2
べとつきの少なさ	4	0	1
カールの保持力	5	0	0

【００７８】
表８に示すように、シリル化加水分解大豆タンパクを配合した実施例４の毛髪セット剤の使用後は、その使用前に比べて、毛髪の艶、潤い、はり、櫛通り性、べとつきおよびカールの保持力が改善されたと回答したものが多く、シリル化加水分解大豆タンパクが、毛髪に艶、潤い、はりを付与し、櫛通り性、べとつきを改善するとともに、毛髪のカールの保持力を有することが明らかであった。
【図面の簡単な説明】
【図１】セット処理後の毛髪の状態を模式的に示す図である。

【図１】



フロントページの続き

審査官　大宅　郁治

(56)参考文献　特開平０５－１４８１１９（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
A61K 7/06-155