(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3961714号
(P3961714)
(45)発行日　平成19年8月22日(2007.8.22)　(24)登録日　平成19年5月25日(2007.5.25)

(51)Int.Cl.			F I	
A61K	8/73	(2006.01)	A61K	8/73
A61K	8/81	(2006.01)	A61K	8/81
A61Q	5/06	(2006.01)	A61Q	5/06

請求項の数 5　外国語出願　(全 18 頁)

(21)出願番号　特願平11-100994
(22)出願日　平成11年4月8日(1999.4.8)
(65)公開番号　特開平11-322552
(43)公開日　平成11年11月24日(1999.11.24)
審査請求日　平成14年11月11日(2002.11.11)
(31)優先権主張番号　09/057825
(32)優先日　平成10年4月9日(1998.4.9)
(33)優先権主張国　米国(US)
(31)優先権主張番号　09/280734
(32)優先日　平成11年3月29日(1999.3.29)
(33)優先権主張国　米国(US)

前置審査

(73)特許権者　590000824
ナショナル　スターチ　アンド　ケミカル　インベストメント　ホールディング　コーポレイション
アメリカ合衆国，デラウェア　１９７２０，ニューキャッスル，ユニケマ　ブールバード　１０００
(74)代理人　100099759
弁理士　青木　篤
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100087413
弁理士　古賀　哲次
(74)代理人　100098486
弁理士　加藤　憲一

最終頁に続く

(54)【発明の名称】毛髪化粧用組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

ハイアミロース澱粉をプロピレンオキシドで変性した澱粉をポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）と共にスラリー化し、ジェットクックし、噴霧乾燥することにより調整された、少なくとも部分的に糊化された前記変性澱粉とＰＶＰとの混合物；

１５重量％までの溶媒；及び

水

を含む毛髪化粧用組成物。

【請求項２】

前記澱粉が、更にアニオン変性されたものである、請求項１に記載の毛髪化粧用組成物。

【請求項３】

アルキレンオキシド、無水酢酸及びブチルケテン２量体からなる群から選択された非イオン試薬により誘導体化した澱粉であって少なくとも部分的に糊化された澱粉０．５～１５重量％；

固定またはコンディショニングポリマー；

１５重量％までの溶媒；及び

水

を含み、前記澱粉及びポリマーがいっしょにスラリー化され、加熱調理され、乾燥されたものである、毛髪化粧用組成物。

【請求項４】
前記澱粉がハイアミロース澱粉であって、アルキレンオキシドを用いて非イオン誘導体化されており、前記アルキレンオキシドがプロピレンオキシドである、請求項３に記載の組成物。
【請求項５】
前記澱粉が、更にアニオン変性されたものである、請求項３に記載の毛髪化粧用組成物。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は新規な非－エアゾール、低揮発性有機化合物の非イオン誘導体化澱粉を含有する毛髪化粧用組成物、特に毛髪固定組成物及び上記組成物を用いる毛髪固定方法に関する。
【０００２】
【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】
最も基本的な形では、化粧品として作用するフィルム形成性ポリマー並びに通常は１以上のアルコール、アルコールと水の混合物または水である供給系を含有する。
毛髪を固定または整える方法は、通常、前もって湿らせるか、ぬらした、くしですいた毛髪へ１以上のフィルム形成性物質の水性溶液または分散液の塗布を含み、そうするとすぐに、処理された毛髪はカーラーに巻かれるか、または別な風に整えられ、乾燥される。代りに、この溶液または分散液の塗布は既に整えられ、乾燥された毛髪に対してであってもよい。水性溶液または分散液が乾燥すると、個々の毛髪はその上に析出したフィルムを有し、その存在が使用者の毛髪のカールまたは他の所望の形状の維持を長くするだろう。さらに、上記フィルムの存在は主要部として所望の性質及び滑らかさを与えるだろう。
【０００３】
有効にするために、毛髪化粧用組成物のフィルム形成性成分は、好ましくは多数の必要条件を満たす。これらの成分由来のフィルムは柔軟であるが、それにもかかわらず、強度と弾性を有しなければならず、時間の経過につれて、または毛髪が力を受けた時に、ほこりとなるかフレークとなって剥れ落ちることを回避するように毛髪に良好な接着を示すべきであり、毛髪をくしでとかすこと及びブラシをかけることを妨げてはならず、湿潤条件下で粘着性及びべたつきがないままでなければならず、澄んで、透明で、かつ、光沢がなければならず並びに老化により透明さを維持しなければならない。さらに、成分は良好な帯電防止性を維持しなければならず、そして、水と石けんまたはシャンプーのいずれかで洗うことにより容易に除去できねばならない。
【０００４】
多くのフィルム形成性剤が、たとえば、ガム、たとえば、トラガカントまたは樹脂、たとえば、シェラックを含有するコロイド溶液を包含する毛髪化粧用組成物に用いられた。しかしながら、これらの物質から形成されたフィルムは全くもろく、セットを保つ形は毛髪が乱されると容易にこわれる。これはその物質の毛髪を保持する力を低下させるだけでなく、所望しないフレーク化をもたらす。さらに、これらのフィルム形成剤のあるもの、特に樹脂は水に不溶であって、したがって、水及び石けんまたはシャンプーで容易に除去されない。
【０００５】
澱粉は、より費用効果があり、天然のものであるので、しばしば樹脂より好ましい。澱粉を含有する毛髪化粧用組成物も当技術分野で知られている。たとえば、英国特許第１，２８５，５４７号は、５０重量％よりも多いアミロース含量を有する高度に置換されたカチオン澱粉を含有する毛髪固定組成物を開示する。欧州特許第４８７０００号は酵素分解された任意に架橋された澱粉を含有する化粧用組成物を開示する。しかしながら、上記誘導体は有意には水に溶けない。
【０００６】
揮発性有機化合物（ＶＯＣ）の大気中への排出を抑制する環境条例のため、ＶＯＣの排出

は、ある州では８０％までに制限されており、カリフォルニア州では、まもなく５５％までに制限されるだろう。ＶＯＣは毛髪化粧用配合物に基づいて、wt／wt％として測定される。本明細書において用いる時には、揮発性有機化合物は炭素原子１～１０を含有し、２０℃で少なくとも０．１mmHgの蒸気圧を有し、光化学的に活性である。

【０００７】

一般的に水が少なくとも一部の揮発性有機化合物と置換され、したがって、水は毛髪化粧用組成物において重要な成分となってきた。上記水性基剤の組成物は低ＶＯＣ条例を満たすばかりでなく、環境にやさしく、かつ、一般的にコストが低い。

ほとんどの澱粉は、完全には溶解しないという点で水と相溶性でなく、澱粉沈澱物を生じ、それがポンプの栓を詰まらせ、貧弱な噴霧美感（ａｅｓｔｈｅｔｉｃ）を引き起こし得る。いまや、驚くべきことに、非イオン誘導体化澱粉は、非－エアゾール毛髪、低ＶＯＣ毛髪化粧用組成物において、それらが低粘度の透明な溶液、良好な噴霧美感、良好な固定特性及び改善された耐湿性を与える点で有用であることが見い出された。

【０００８】

【課題を解決するための手段】

本発明は非イオン誘導体化澱粉、特にアルキレンオキシドにより誘導体化されたものを含有する、非－エアゾール、低ＶＯＣ毛髪化粧用組成物に向けられている。誘導体化澱粉は、加水分解、特に少なくとも１種のエンド－酵素により酵素加水分解され得る。さらに、誘導体化澱粉はイオン的に、特に無水オクテニルスクシン酸により変性されてもよい。このような澱粉の使用は新規で、かつ、それらが低粘度の透明な溶液及び良好なポンプ噴霧特性を与える点で有利である。さらに、得られた組成物は、粘着性でない透明なフィルム、良好な硬さ及び改良された耐湿性を与える。

【０００９】

本毛髪化粧用組成物は、約０．５～１５重量％の当澱粉、０～約１５重量％の溶剤及び組成物を１００重量％にするのに十分な水を含有する。

本発明の目的は非イオン誘導体化澱粉を含有する、新規な非－エアゾール、低ＶＯＣ毛髪化粧用組成物を提供することである。

本発明の他の目的は、加水分解された、非イオン誘導体化澱粉を含有する新規な毛髪化粧用組成物を提供することである。

【００１０】

さらに本発明の他の目的は、プロピレンオキシドで誘導体化され、酵素加水分解された澱粉を含有する新規な毛髪化粧用組成物を提供することである。

本発明のさらに他の目的は、非イオン誘導体化され、加水分解され、そしてイオン変性された澱粉を含有する新規な毛髪化粧用組成物を提供することである。

本発明のさらなる目的は、プロピレンオキシドで誘導体化され、酵素加水分解され、そして、無水オクテニルスクシン酸で変性された澱粉を含有する新規な毛髪化粧用組成物を提供することである。

【００１１】

本発明のさらなる目的は、改良された耐湿性及び優れた安定性を有し、低揮発性有機化合物を含有する新規な毛髪化粧用組成物を提供することである。

本発明のさらなる目的は、プロピレンオキシドで誘導体化され、かつ、ポリビニルピロリドンと共加工された澱粉を含有する新規な毛髪化粧用組成物を提供することである。

【００１２】

本発明のこれら及び他の目的は次の詳細な説明及び下記の例から当業者に明らかになるだろう。

本発明は非イオン誘導体化澱粉及び特に毛髪ケア組成物の１５重量％未満の低または無揮発性有機化合物を含有する非－エアゾール毛髪化粧用組成物に向けられている。澱粉はさらに加水分解、特に酵素加水分解されてもよい。さらに澱粉はイオン置換基を用いて変性されてもよい。このような澱粉を用いることは新規であり、それらが低粘度の透明な溶液及び良好なポンプ噴霧特性を与える点で有利である。さらに、得られた組成物は粘着性で

はなく、良好な保持（ｈｏｌｄ）及び改善された耐湿性を有する透明なフィルムを与える。

【００１３】

本発明の毛髪化粧用組成物は、約０．５～約１５重量％、特に約２～約１０重量％の澱粉、０～約１５重量％の溶剤及び組成物を１００重量％にするのに十分な水を含有する。

すべての澱粉及び粉（以下「澱粉」という）は本発明に用いるのに適切であり、あらゆる天然源から由来し得る。本発明で用いられる天然澱粉または粉は、天然界に見い出されるものである。交雑、転座、逆位、形質転換または遺伝子工学もしくは染色体工学を包含する標準的な育成技術により得られた植物（それらの変異体を含む）に由来する澱粉及び粉も適切である。さらに、突然変異育成の公知の標準的方法により生産され得る上記の遺伝組成物の人工突然変異体及び変異体から成長した植物由来の澱粉または粉も本発明において適切である。

【００１４】

澱粉及び粉の典型的な源は、穀物、塊茎の作物、根菜類、マメ科の植物及び果実である。天然源は、コーン、エンドウ、ジャガイモ、サツマイモ、バナナ、大麦、小麦、米、サゴ、アマランサス、タピオカ、クズウコン、カンナ、モロコシ及びそれらのワキシーまたはハイアミロース種であり得る。本明細書で用いる場合、用語「ワキシー」は、少なくとも約９５重量％のアミロペクチンを含有する澱粉または粉を包含することを意図し、用語「ハイアミロース」は、少なくとも約４５重量％のアミロースを含有する澱粉または粉を包含することを意図している。

【００１５】

澱粉は、最初に、系、特に溶剤と相溶性のエステルまたはエーテルを用いて非イオン誘導体化される。非イオン誘導体化方法は当技術分野で周知であり、たとえば、Whistler他編、「Starch Chemistry and Technology 」第２版（Academic Press, Inc., オーランド、1984年）またはWurzburg, O.B.著「Modified Starches: Properties and Uses」(CRC Press, Inc., フロリダ、1986年）に見い出すことができる。

【００１６】

非イオン試薬は、アルキレンオキシド、たとえば、エチレンオキシド、プロピレンオキシド及びブチレンオキシド、無水酢酸及びブチルケテン２量体を包含するが、これらに限定されない。特に適切な非イオン試薬はアルキレンオキシド、より詳細にはプロピレンオキシドである。非イオン試薬は約１～５０％、特に約５～２５％、さらに特に約７．５～１８％の量で加える。

【００１７】

たとえば、澱粉は次のようにプロピレンオキシドを用いて誘導体化することができる。約５～約４０％、特に３０～４０％の固形分を含有する水性澱粉スラリーを製造する。澱粉の重量に基づいて約２０～約３０％の硫酸ナトリウムを加える。次に、澱粉の重量に基づいて約４０～約６０％の量の３％水酸化ナトリウム溶液の添加によりpHを約１１～約１３に調整する。所望の量のプロピレンオキシドを添加する。温度を約３５～５０℃の範囲、特に約４０℃にし、その過程を約１８～約２４時間継続させる。

【００１８】

澱粉は一般に少なくとも部分的に糊化される。転化が酵素で達成されるなら、糊化は転化の前に従来のように行なわれる。糊化は当分野で公知のあらゆる技術、特にスチームクック、さらに特にジェットクックを用いて達成され、次いで転化（加水分解）される。低下した分子量の澱粉及び澱粉がヘアスプレーに用いられる時のように、低下した粘度の澱粉溶液または分散液が所望されるなら、転化は重要である。転化は、当分野で公知のあらゆる方法、たとえば、酵素、酸、デキストリン化、マノクス（ｍａｎｏｘ）または酸化により、特に酵素により達成し得る。転化が酸または酸化法を用いて行なわれるなら、それは澱粉の誘導体化の前または後に行うことができる。

【００１９】

澱粉の酵素加水分解は当分野で公知の技術を用いて行なわれる。澱粉を分解することが知

られているあらゆる酵素または酵素の組み合わせ、特にエンド－酵素を用い得る。本出願で有用な酵素は、α－アミラーゼ、β－アミラーゼ、マルトゲナーゼ、グルコアミラーゼ、プルラミナーゼ、特にα－アミラーゼ及びプルラミナーゼを包含するが、それらに限定されない。用いられる酵素の量は酵素源及び活性、用いられる基礎材料並びに所望の加水分解量に依存する。典型的には、澱粉の約０．０１～約１．０重量％、特に約０．０１～０．３重量％の量で用いられる。

【００２０】

酵素活性の最適パラメータは用いられる酵素に依存して変わるだろう。酵素分解の速度は、酵素濃度、基質濃度、pH、温度、阻害剤の存在または不在並びに変性の程度及び型を包含するこの分野で公知の因子に依存する。これらのパラメーターは、澱粉ベースの消化速度を最適化するように調整し得る。

一般に酵素処理は、処理される澱粉ベースに依存して、約１０～約４０％の澱粉固形分レベルで、水性または緩衝化スラリー中で行なわれる。本発明においては、約１５～３５％の固形分レベルが特に有用であり、約１８～２５％はさらに特に有用である。代わりに、この方法は固体支持体上に固定化された酵素を用いることもできる。

【００２１】

典型的には、酵素消化は、澱粉組成物のあらゆる所望の連続する乾燥を容易にするために、反応速度を低下させずに、実行可能な最も高固形分含量で行なわれる。反応速度は、撹拌が困難になるかまたは無効になり、澱粉の分散液が取り扱いにくくなるので、高固形分含量により低下し得る。

スラリーのpH及び温度は効果的な酵素加水分解をもたらすように調整しなければならない。これらのパラメーターは、用いられる酵素に依存し、かつ、当業界で知られている。一般に、約２２～約６５℃、特に約５０～約６２℃の温度が用いられる。一般に、pHは当業界で知られている技術を用いて、約３．５～約７．５、特に約４．０～約６．０に調整される。

【００２２】

一般に酵素反応は、約０．５～約２４時間、特に約０．５～約４時間かかるだろう。反応時間は用いられる澱粉の型、用いられる酵素の量並びに固形分％、pH及び温度の反応パラメーターに依存する。

次いで、酵素分解は当業界で公知のあらゆる技術、たとえば、酸または塩基失活、熱失活、イオン交換及び溶剤抽出により停止される。たとえば、酸失活は、少なくとも３０分間、pHを２．０未満に調整することにより達成され得るか、または熱失活は温度を約８５～約９５℃まで上げて、その温度で少なくとも約１０分間、維持して完全に酵素を失活させることにより達成され得る。顆粒状生成物が望ましいなら、酵素を失活させるのに必要な熱が一般に澱粉を糊化をもさせるだろうから、熱失活は適切でない。

【００２３】

転化反応は、澱粉が適当な噴霧特性を与えるのに十分に分解されるまで、標準的な漏斗法を用いて、１９ｗ／ｗ％の固形分濃度で室温で測定した時に、特に約７～約８０秒、さらに特に約１０～約６０秒の粘度まで、継続される。得られた生成物は更に、約２～約４０のデキストロース当量（ＤＥ）及び／または約６０～８０の水流動度を特徴とすることができる。

【００２４】

漏斗粘度は、本明細書で用いる時には次の手順により定義される。試験される澱粉分散液を屈折計で測定して１９％（ｗ／ｗ）に調整する。分散液の温度を２２℃に調節する。全部で１００mlの澱粉分散液をメスシリンダーで測定する。次いでオリフィスを指を用いて閉じながら、それを目盛を定めた漏斗に注ぐ。トラップされたあらゆる空気を取り除くために、計量容器中に少量を流させ、残りを漏斗中に注ぎ返す。次にメスシリンダーは、試料を流しながら内容物が漏斗中に引き込まれる（流れる）ように、漏斗の上に倒立させる。タイマーを用いて１００mlの試料が漏斗の先端を通って流れるのに要する時間を記録する。

【００２５】
漏斗のガラス部分は、その頂部の直径が約９～約１０cmで、ステムの内径が約０．３８１cmである、標準５８°、厚壁耐性ガラスである。漏斗のガラスステムは先端からほぼ２．８６cmの長さに切断され、注意深く口焼きされ、長さ約５．０８cmで、外径が約０．９５２５cmの長いステンレススチール製チップで再装備される。前記スチール製チップの内径は、両端部から約２．５４cmに生ずる幅に制限を有し、ガラスステムに取り付けられている上端で約０．５９５２cmで、流出端で約０．４４４５cmである。スチール製チップはテフロン管によりガラス漏斗に取り付けられている。漏斗は、上記手順を用いて１００mlの水が６秒で通ることが可能なように基準化されている。

【００２６】
最後に、澱粉は、アニオン性、カチオン性または双性イオン的のいずれかに、イオン変性され得る。澱粉変性技術は当業界で公知であり、たとえば、Whistler他編「Starch Chemistry and Technology」第２版（Academic Press, Inc., オーランド、1984年）またはWurzburg, O.B.著「Modified Starches: Properties and Uses」(CRC Press, Inc., フロリダ、1986年）に見い出される。

【００２７】
アニオン変性は当業界で知られているあらゆる試薬、たとえば、無水アルケニルスクシン酸、無機リン酸塩、硫酸塩、ホスホン酸塩、スルホン酸塩及びクロル酢酸ナトリウムにより達成し得る。特に適切なアニオン試薬は無水アルケニルスクシン酸及びクロル酢酸ナトリウムであり、さらに特に無水オクテニルスクシン酸である。

【００２８】
無水オクテニルスクシン酸を用いる澱粉の変性は、選択された澱粉と、得られた澱粉が水または水溶剤供給系中に十分に水溶性または水分散性となるのに十分な無水オクテニルスクシン酸とを反応させることにより達成し得る。特に、澱粉は約０．２～約３．０、好ましくは約０．３～約１．６の置換度を有するように変性されるだろう。置換度（ＤＳ）は本明細書では澱粉分子のアンヒドログルコース単位当りのエステル置換された基の数を記載するのに用いられる。

【００２９】
カチオン変性は低置換度、特に１００ｇの澱粉当り約０．３当量未満でなければならない。カチオン変性は、アミノ基、イミノ基、アンモニウム基、スルホニウム基またはホスホニウム基を含有する試薬を包含する、当業界で公知のあらゆる試薬によって達成し得る。上記カチオン誘導体は、エーテルまたはエステル結合のいずれかを介して結合している、第１、第２、第３及び第４アミンを含む窒素を含有する基並びにスルホニウム基及びホスホニウム基を有するものを包含する。カチオン変性、特に澱粉の第３アミノまたは第４アンモニウムエーテル化は、典型的には３－クロル－２－ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド、２－ジエチルアミノエチルクロリド、エポキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド、３－クロル－２－ヒドロキシプロピルジメチルドデシルアンモニウムクロリド及び４－クロル－２－ブテニルトリメチルアンモニウムクロリドを用いる処理によって製造される。

【００３０】
両性イオン変性は当業界で公知のあらゆる試薬は、たとえば、Ｎ－（２－クロルエチル）イミノビス（メチレン）ジホスホン酸及び２－クロルエチルアミノジプロピロン酸（ＣＥＰＡ）を用いて達成し得る。
一般に所望の非イオン誘導体化の程度は、澱粉がイオン変性される時よりも澱粉が非イオン変性される時の方が大きいだろう。

【００３１】
任意に、次いで、澱粉は溶液のpHを約５～約９まで上げることにより中和できる。これは、当業界で公知のあらゆる方法、特にアミノメチルプロパノール、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムまたは他の当業界で公知の他の塩基の添加によりなされる。
澱粉溶液は一般に不純物、特に断片化された澱粉を除去するために濾過される。濾過は当

業界で公知のあらゆる技術、特にケイ藻土を用いる濾過により達成される。

【００３２】

澱粉は溶液として用いられるか、慣用技術、たとえば、ドラム乾燥または噴霧乾燥により回収できる。

変性澱粉をさらに他の固定またはコンディショニングポリマーとブレンドまたは共加工できる。上記ポリマーは当業界で公知のポリマー、たとえば、酢酸ビニル／クロトン酸エステル／ネオデカン酸ビニルコポリマー、オクチルアクリルアミド／アクリル酸エステル／メタクリル酸ブチルアミノエチルコポリマー、酢酸ビニル／クロトン酸エステル、ポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）、ポリビニルピロリドン／酢酸ビニルコポリマー、ＰＶＰアクリル酸エステルコポリマー、酢酸ビニル／クロトン酸／プロピオン酸ビニル、アクリル酸エステル／アクリルアミド、アクリル酸エステル／オクチルアクリルアミド、アクリル酸エステルコポリマー、アクリル酸エステル／ヒドロキシアクリル酸エステルコポリマー及びポリビニルメチルエーテルのアルキルエステル／無水マレイン酸、ジグリコール／シクロヘキサンジメタノール／イソフタル酸エステル／スルホイソフタル酸エステルコポリマー、酢酸ビニル／マレイン酸ブチル及びアクリル酸イソボルニルコポリマー、ビニルカプロラクタム／ＰＶＰ／メタクリル酸ジメチルアミノエチル、酢酸ビニル／マレイン酸アルキル半エステル／Ｎ－置換アクリルアミドターポリマー、ビニルカプロラクタム／ビニルピロリドン／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ターポリマー、メタクリル酸エステル／アクリル酸エステルコポリマー／アミン塩、ポリビニルカプロラクタム、ポリウレタン、ポリクォータニウム（polyquaternium）－４、ポリクォータニウム－１０、ポリクォータニウム－１１、ポリクォータニウム－４６、ヒドロキシプロピルグアー、ヒドロキシプロピルグアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロリド、ポリビニルホルムアミド、ポリクォータニウム－７及びヒドロキシプロピルトリモニウムクロリドグアー、特にポリビニルピロリドンから選択することができる。

【００３３】

澱粉及びポリマーを共加工するためにポリマーを水に溶解する。次いで、変性澱粉を分散されたポリマー中にスラリー化し、そのスラリーが加工される。加工は、加熱調理及び乾燥、特にジェットクック及び噴霧乾燥を包含し、参照により本明細書に組み込まれる米国特許第５，１４９，７９９号、４，２８０，８５１号、５，１８８，６７４号及び５，５７１，５５２号に開示されている方法を包含する。

【００３４】

組成物に特定の変性特性を与えるために本発明のヘアスプレー組成物に任意の慣用の添加剤を組み込むこともできる。これらの添加剤の中でも、可塑剤、たとえば、グリセリン、グリコール及びフタル酸エステル、エモリエント、潤滑剤及び浸透剤、たとえば、ラノリン化合物、芳香及び香料、ＵＶ吸収剤、染料及び他の着色剤、増粘剤、防蝕剤、不粘着化剤、くし通り助剤及びコンディショニング剤、帯電防止剤、中和剤、光沢剤、保存料、乳化剤、界面活性剤、粘度改変剤、ゲル化剤、不透明剤、安定剤、金属封鎖剤、キレート化剤、真珠光沢剤及び透明化剤が包含される。上記添加剤は今まで知られていた毛髪化粧用組成物に普通に用いられている。これらの添加剤は、それらの機能を果たすために少量で有効量で存在し、一般に組成物の重量に基づいて各々約０．１～１０重量％で、全部で約０．１～２０重量％含むだろう。

【００３５】

当澱粉含有毛髪ケア組成物は、追加の機能的利益を与える、他の変性または未変性澱粉と組み合わせることもできる。たとえば、ジャガイモ澱粉の２－クロルエチルアミノプロピオン酸誘導体またはヒドロキシプロピル澱粉ホスフェートを有する配合物を整髪ローション及びクリームに増粘またはレオロジー変性のために組み込むことができ、澱粉、たとえば、タピオカ澱粉、コーン澱粉、澱粉オクテニルスクシン酸アルミニウムまたは変性コーン澱粉は、絹のような、滑らかな配合物を与えるために、審美性増強剤として、毛髪ケア組成物において用いることができる。

【００３６】

本明細書で用いる時、変性澱粉は、限定することなく、転化澱粉、架橋澱粉、アセチル化及び有機的にエステル化された澱粉、ヒドロキシプロピル化及びヒドロキシエチル化澱粉、ホスホリル化及び無機的にエステル化された澱粉、カチオン性、アニオン性または双性イオン性に変性した澱粉及びスクシネート化及び置換スクシネート化澱粉を包含することを意図する。このような変性澱粉は、たとえば、ウルツブルクによる「Modifred Starches: Properties and Uses」において当業界で公知である。特に適切な変性澱粉はヒドロキシプロピル化澱粉、オクテニルスクシネート誘導体及び２－クロルエチルアミノジプロピオン酸誘導体を包含する。

【００３７】

ほとんどの場合、供給系は水であろう。しかしながら少量の、約１５％未満の溶剤を用いることは可能である。典型的には、溶剤は低級（C_1 ～C_4 ）アルコール、特にメタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノールまたはブタノールであろう。

非－エアゾール毛髪化粧用組成物を調製するために、溶剤／水または水中の澱粉の溶液が調製される。次いで、あらゆる任意の添加剤を加えることができる。

【００３８】

毛髪化粧用組成物は、毛髪固定組成物及び整髪助剤、たとえば、ポンプヘアスプレー、ゲル、ムース及びローションを包含するが、これらに限定されない。

当澱粉含有毛髪ケア組成物の１つの利点は澱粉が実質上水に溶解することである。これは、実質的に溶剤のない組成物を配合することを可能にする。粒状物質（すなわち、未溶解澱粉）の存在は、ポンプのバルブを詰まらせ、ポンプによる組成物の供給を妨げるという点で、溶解性は重要である。

【００３９】

当組成物の他の利点は、それらの相対的に低粘度であることである。これは多くの慣用の毛髪化粧用組成物と関連する所望しない粘着性及び重さを排除するのに役立つ。

当毛髪化粧用組成物のさらなる利点は、多くの慣用の水を基剤とする澱粉含有毛髪化粧用組成物とは異なり、それらは高相対湿度（ＲＨ）で粘着性とならないことである。

【００４０】

本澱粉は、皮膚、口腔及び他の毛髪ケア用途、たとえば、ローション、クリーム、サンスクリーン、リップ香膏、日焼製品、口腔リンス、発汗抑制剤、シャンプー及びコンディショナーにおいても用い得る。

【００４１】

【発明の実施の形態】

特に適切な実施の態様は次のものを包含する。

１．ａ）固定有効量の非イオン誘導体化澱粉、
ｂ）約１５％までの溶剤及び
ｃ）水
を含む毛髪化粧用組成物。

２．前記澱粉が組成物の約０．５～１５重量％の量で存在する１の組成物。

３．前記澱粉が組成物の約２～１０重量％の量で存在する１の組成物。

４．前記澱粉がワキシー澱粉である１の組成物。

５．前記澱粉がハイアミロース澱粉である１の組成物。

６．前記澱粉が約１～約５０％の非イオン変性試薬を用いて非イオン誘導体化されている１の組成物。

７．前記澱粉が約５～約２５％の非イオン変性試薬を用いて非イオン誘導体化されている６の組成物。

８．前記澱粉が、アルキレンオキシド、無水酢酸及びブチルケテン２量体からなる群から選択された試薬を用いて非イオン誘導体化されている１の組成物。

９．前記澱粉がアルキレンオキシドを用いて非イオン誘導体化されている８の組成物。

１０．前記澱粉がプロピレンオキシドを用いて非イオン誘導体化されている９の組成物。

１１．前記澱粉がさらに少なくとも部分的に加水分解されている１の組成物。

１２．前記澱粉がさらにアニオンまたは双性イオン変性されている１の組成物。
１３．前記澱粉がさらに１００ｇの澱粉当り約０．０３当量未満のレベルでカチオン変性されている１の組成物。
１４．前記澱粉が、無水アルケニルスクシン酸、無機リン酸塩、硫酸塩、ホスホン酸塩、スルホン酸塩及びクロル酢酸ナトリウムからなる群から選択された試薬を用いてアニオン変性されている１２の組成物。
１５．前記澱粉が無水オクテニルスクシン酸試薬を用いてアニオン変性されている１４の組成物。
１６．前記澱粉が、Ｎ－（２－クロルエチル）－イミノビス（メチレン）ジホスホン酸及び２－クロルエチルアミノジプロピオン酸からなる群から選択された試薬を用いて双性イオン変性されている１２の組成物。
１７．前記澱粉がアミノ、イミノ、アンモニウム、スルホニウム及びホスホニウムからなる群から選択された基を含有する試薬を用いてカチオン変性されている１３の組成物。
１８．前記澱粉が、３－クロル－２－ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド、２－ジエチルアミノエチルクロリド、エポキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド及び４－クロル－２－ブテニルトリメチルアンモニウムクロリドからなる群から選択された試薬を用いてカチオン変性されている１７の組成物。
１９．さらに固体またはコンディショニングポリマーを含む１の組成物。
２０．さらに、酢酸ビニル／クロトン酸エステル／ネオデカン酸ビニルコポリマー、オクチルアクリルアミド／アクリル酸エステル／メタクリル酸ブチルアミノエチルコポリマー、酢酸ビニル／クロトン酸エステル、ポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）、ポリビニルピロリドン／酢酸ビニルコポリマー、ＰＶＰアクリル酸エステルコポリマー、酢酸ビニル／クロトン酸／プロピオン酸ビニル、アクリル酸エステル／アクリルアミド、アクリル酸エステル／オクチルアクリルアミド、アクリル酸エステルコポリマー、アクリル酸エステル／ヒドロキシアクリル酸エステルコポリマー及びポリビニルメチルエーテルのアルキルエステル／無水マレイン酸、ジグリコール／シクロヘキサンジメタノール／イソフタル酸エステル／スルホイソフタル酸エステルコポリマー、酢酸ビニル／マレイン酸ブチル及びアクリル酸イソボルニルコポリマー、ビニルカプロラクタム／ＰＶＰ／メタクリル酸ジメチルアミノエチル、酢酸ビニル／マレイン酸アルキル半エステル／Ｎ－置換アクリルアミドターポリマー、ビニルカプロラクタム／ビニルピロリドン／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ターポリマー、メタクリル酸エステル／アクリル酸エステルコポリマー／アミン塩、ポリビニルカプロラクタム、ポリウレタン、ポリクォータニウム（polyquaternium）－４、ポリクォータニウム－１０、ポリクォータニウム－１１、ポリクォータニウム－４６、ヒドロキシプロピルグアー、ヒドロキシプロピルグアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロリド、ポリビニルホルムアミド、ポリクォータニウム－７及びヒドロキシプロピルトリモニウムクロリドグアーからなる群から選択されたポリマーを含む、１の組成物。
２１．前記ポリマーがポリビニルピロリドンである、２０の組成物。
２２．前記澱粉及びポリマーをいっしょにスラリー化し、加熱調理し、そして乾燥する、２０の組成物。
２３．毛髪化粧用組成物であって、
ａ）プロピレンオキシド変性ハイアミロース澱粉とポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）とをスラリー化し、ジェットクックし、そして、噴霧乾燥することにより調製された、固定有効量の前記変性澱粉／ＰＶＰ混合物、
ｂ）１５％までの溶剤及び
ｃ）水
を含む前記組成物。
２４．前記組成物が実質的に溶剤を含まない、１の組成物。
２５．前記組成物が実質的に溶剤を含まない、２３の組成物。
２６．さらに少なくも１種の追加の変性または未変性澱粉を含む、１の組成物。

２７．前記追加の澱粉が、ヒドロキシプロピル化澱粉、オクテニルスクシネート誘導体及び２－クロルエチルアミノジプロピオン酸誘導体からなる群から選択される、２６の組成物。
２８．さらに少なくとも１種の追加の変性または未変性澱粉を含む、２３の組成物。
２９．前記追加の澱粉が、ヒドロキシプロピル化澱粉、オクテニルスクシネート誘導体及び２－クロルエチルアミノジプロピオン酸誘導体からなる群から選択される、２８の組成物。
３０．毛髪に１の組成物を塗布することを含む毛髪を整える方法。
３１．毛髪に２３の組成物を塗布することを含む毛髪を整える方法。
３２．毛髪に２４の組成物を塗布することを含む毛髪を整える方法。
３３．毛髪に２５の組成物を塗布することを含む毛髪を整える方法。
【００４２】
次の例は本発明をさらに例証し、説明するために提示され、いかなる点においても限定するものととるべきではない。
例
例におけるすべてのパーセントは、重量／重量ベースで計算されている。次の試験手順は例を通して用いられる。
Ａ．ヘアスプレーの高湿度カール保持の測定
ヘアスプレー澱粉のカール保持特性は、約２２．２℃（７２°Ｆ）／相対湿度９０％で２４時間にわたって測定される。
用品
約２０．３cm（８インチ）のRemi Blue String欧州人の褐色の毛髪
理容師の大ばさみ
ナイロン製くし
白い木綿の糸（サイズ＃８）
約７．６２cm（３インチ）×約１．２７cm（１／２インチ）のテフロン製マンドレル
強制通風オーブン約４８．９℃（１２０°Ｆ）で
プレキシガラス保持板
環境室（精度±２相対湿度、約２２．２℃で）
プレルシャンプー
手順
カールスワッチの調製
１．毛髪をほぼ２ｇの重さの小さいスワッチに分ける。
２．毛髪試料を根本端部から約１．９１cm（３／４インチ）のところを木綿の糸で縛ることにより固定する。
３．毛髪を根本端部で折り曲げ、糸で小さいループに固定する。同定タッグを固定するためにほぼ約１５．２４cm（６インチ）の結んでない糸を残す。
４．くしでとかす間に個々の毛髪の条の損失を防ぐために、根本端部を糸を巻いたところでエポキシセメントで接着する。セメントを硬化させる。
５．毛髪スワッチをシャンプーの１０％溶液で洗う。次いで、温い水道水で完全にゆすぐ。
６．毛髪の条のもつれたのをほどくためにくしでとかす。
７．毛髪スワッチをループ状にした根本端部から長さ約１５．２４cm（６インチ）を測定して切断する。約４８．９℃（１２０°Ｆ）で乾燥する。
【００４３】
試験試料の調製及び暴露
１．毛髪を湿らせ、もつれを取り除くためにくしを通す。
２．スワッチを親指と人さし指の間を通すことにより、余分の水を搾り出す。
３．直径約１．２７cm（１／２インチ）のテフロン製マンドレル上に巻きつけることにより、毛髪をコイルの形状にカールさせる。プラスチック製クリップでマンドレル上に毛髪

を固定する。
４．毛髪、マンドレル及びクリップを約４８．９℃で乾燥させる。
５．毛髪が乾燥し、冷えた時に、マンドレルから注意深くクリップ及び毛髪カールを取り除く。
６．毛髪カールを縛られた末端からつり下げる。制御された量のヘアスプレーを制御された方法で適用する。非－エアゾールヘアスプレーを評価するために、カールの前及び後の両方に約１５．２４cmの距離から２秒の「噴射」を均一に適用する。
７．新しくスプレーしたカールを水平面上に置き、１時間空気乾燥させる。
８．乾燥したカールをランダムに、目盛りをつけた、澄んで透明なプレキシガラス製カール保持板につり下げる。
９．最初のカールの高さの表示（L_0）を計り、カール保持板を環境室に置く。
１０．１５，３０，６０及び９０分、２，３，４，５及び２４時間間隔でカールの長さ（L_t）を記録する。
【００４４】
計算
カール保持％を、
【００４５】
【数１】

$$\text{カール保持}\% = \frac{L - L_t}{L - L_0} \times 100$$

【００４６】
（式中、Ｌ　完全に伸びた毛髪の長さ
L_0　暴露前の毛髪の長さ
L_t　暴露後の毛髪の長さ）
Ｂ．当初のカールの垂下
範囲
最初のカールの垂下（ＩＣＤ）を、つり下げられ、乾燥したカールに水を含有する配合物を噴霧直後のカールの完全な状態の損失と定義する。
【００４７】
用品
約１５．２４cm（６インチ）の褐色の毛髪（１試料当り９個の巻かれたスワッチ）
プレキシガラス保持板
デジタルタイマーまたはストップウォッチ
手順
１．試験する前に各非－エアゾール試料の噴霧速度及びポリマーの析出の両方を測定する。
２．白色のテフロン製マンドレル上にスワッチを巻きつける。
３．巻きつけられた毛髪を、マンドレルから取りはずす前に少なくとも３時間相対湿度５０％、約２２．２℃（７２°Ｆ）で冷却及び平衡化させる。
４．毛髪カールを縛られた端部から、取り付けクリップを用いて保持板につるす。カールの底部が、保持板の「０」マークと並ぶことを確認する。
５．カールした毛髪の第１面を左から右に、全噴霧時間を追跡することにより均一なポリマーの析出を維持するために特定の時間噴霧する。クリップを用いてカールを１８０度旋回させ、元の位置まで回転して戻る前に他の側上への噴霧サイクルを完了する。すべての噴霧は約１５．２４cm（６インチ）の距離（ノズルから毛髪）からするべきである。
６．最初の噴霧の後、３０，６０及び９０秒、並びに２，４及び６分後に保持板のマークを用いてカールの長さを記録する。

７．１時に１以上のカールを動かすために、第１のカールを２～４分追跡した後に第２のカールに噴霧し始める。別のタイマーを用いて上記手順を繰り返す。過剰の噴霧を最初のカールに接触させないように注意する。この方法は最初のカールが６分間追跡したら、繰り返す。

【００４８】

結果

Ｃ．テーバー剛さ試験手順

非－エアゾールヘアスプレー配合物を３つの約１０．８０cm（４　１／４インチ）の褐色のヨーロッパ人の未使用の毛髪のスワッチで剛さを試験し、その結果をプールし、平均した。最初にスワッチを約４３．３℃（１１０°Ｆ）のオーブンで３０分間乾燥させて湿分を除去し、次にデシケーター中で１５分間乾燥させた。スワッチを秤量し、重量をW_1として記録した。各スワッチに２噴射ヘアスプレー配合物を噴霧し、次いで、固着板にクリップ止めし、約４３．３３℃のオーブン中で１５分間乾燥させた。スワッチをデシケーター中で冷却し、再秤量した。この重量をW_2として記録した。次いで、スワッチを相対湿度５０％で２３℃のところに１晩置いて平衡化させた。

【００４９】

剛さは、紙、板紙及び他の柔軟性材料の剛さ及びレジリエンスを評価するために設計された、ニューヨーク州，ノース　トナワンダのテーバー・インダストリーからのＴａｂｅｒ　Ｖ－５剛さ試験機を用いて試験した。毛髪試料に用いるために次の手順及び計算を適合させた。

機械を最初にスイッチを入れる時、ユニット内の光学エンコーダーを使用前に定位させ、製造者の指示に従って、振子をバランスさせる。

【００５０】

毛髪スワッチを、低い方の端を底のゲージ上に静かに静止させながら、クランプのジョーの間に挿入した。クランプのジョーをクランプのいずれかの側のねじを回すことにより固く締めた。

スワッチをボトムロールの間の中心に移す。１本の指でコントロールレバースイッチに軽く圧力をかけ、振子上の線が１５°振れマークの下になるまで駆動ディスクを左に振らせる。コントロールレバーを放すことは、ブレーキとして作用し、駆動ディスクを停止させるだろう。試料を急スタート及び急停止がなく、滑らかな連続的な動作で振らせるように注意する。

【００５１】

駆動ディスク（ＬＳ）上のゼロ線の反対側に入る、外側のスケールの剛さの表示を記録する。次に同じスワッチを右側に１５°振らせて、その剛さの表示（ＲＳ）を取る。左及び右の表示を平均して、５倍する。結果をそのスワッチの剛さ値とする。

Ｄ．除去性試験手順

非－エアゾール配合物を用いて、８つの毛髪スワッチに実験配合物を噴霧し、８つのスワッチに対照配合物を噴霧し、周囲条件で１時間乾燥させた。各スワッチを水道水で、指を毛髪中に動かしながら１分間すすぐ。湿ったスワッチを約４３．３℃のオーブン中に乾燥するまで置く。実験スワッチ対対照スワッチを１組にし、残留剛さ、フレーク及び感触性について、主観性を評価する。データを９５％の信頼レベルで、統計学的差について分析した。

Ｅ．粘着性及び乾燥時間試験手順

８組の２つの未処理毛髪スワッチを各々別につるす。各組の１つのスワッチを実験配合物で、他のスワッチを対照配合物で同時に噴霧する。粘着性及び乾燥時間のために、すぐに触れる。粘着性の開始時間、終了時間及び各スワッチが乾燥したと感じる時間を記録する。全粘着時間を得るために粘着終了時間から粘着開始時間を引く。粘着及び乾燥時間が短いほど良い。結果を９５％の信頼度で統計学的差について分析する。

例１－アルキレンオキシドで変性した澱粉の製造

ａ．ワキシー澱粉の４０％水溶液を調製し、２５％硫酸ナトリウムを加えた。次いで、３

％の水酸化ナトリウム溶液を用いてpHを約１１．５に調整した。澱粉を７．５％のプロピレンオキシドで処理した。次いで、pHを希硫酸を用いて５．５に調整した。
ｂ．１５％のプロピレンオキシドレベルを用いて例１ａを繰り返した。
ｃ．３％のプロピレンオキシドレベルを用いて例１ａを繰り返した。
ｄ．９％のプロピレンオキシドレベルを用いて例１ａを繰り返した。
ｅ．ジャガイモ澱粉を用いて例１ｄを繰り返した。
ｆ．５０％アミロースコーン澱粉を用いて例１ａを繰り返した。
ｇ．７０％アミロースコーン澱粉を用いて例１ｂを繰り返した。
ｈ．タピオカ澱粉を用いて例１ｂを繰り返した。
ｉ．１４．４％のブチレンオキシドを用いて例１ａを繰り返した。
ｊ．ジャガイモ澱粉を用いて例１ｂを繰り返した。
例２－アルキレンオキシドで変性された加水分解澱粉の製造
ａ．例１ａのスラリー化澱粉を硫酸を用いて、pH５．５に調整し、完全に糊化するまで加熱調理した。次いで澱粉をα－アミラーゼを用いて約３０秒の漏斗粘度まで加水分解した。
ｂ．７０％アミロース澱粉を用いて例２ａを繰り返した。
ｃ．例２ａを繰り返して約１０秒の漏斗粘度まで加水分解した。
ｄ．例２ａを繰り返して、漏斗粘度６０秒まで加水分解した。
例３－アルキレンオキシドと無水オクテニルスクシン酸で変性された加水分解澱粉の製造
ａ．Ａｍｉｏｃａ（商標）澱粉の４０％水性スラリーを調製した。２５％の硫酸ナトリウムを加えた。次いで、３％の水酸化ナトリウム溶液の添加によりpHを約１１．５０に調整した。次いで、澱粉を７．５％のレベルのプロピレンオキシドで処理した。反応後、pHを硫酸を用いて３．５に調整した。溶液を１時間撹拌させておいて、次に、３％の水酸化ナトリウムでpHを５．５に調整した。次に、澱粉を完全に糊化するまで加熱調理し、α－アミラーゼで、３０秒の漏斗粘度まで加水分解した。澱粉加熱調理物を室温まで冷却した。次に、２５％の水酸化ナトリウム溶液を用いてpHを７．５に維持しながら、６％のレベルで無水オクテニルスクシン酸を加えた。澱粉をアルカリ消費が停止するまで反応させた。次に希塩酸溶液を用いてpHを５．５に調整した。次いで澱粉をCelite (Celite 512はCelite Corporationから市販されているケイ藻土である）を用いて濾過した。
ｂ．１５％のレベルでプロピレンオキシドを用いて例３ａを繰り返した。
ｃ．３％のレベルでプロピレンオキシドを用いて例３ａを繰り返した。
ｄ．例３ａを繰り返して、澱粉を１０秒未満の漏斗粘度まで加水分解した。
ｅ．例３ａを繰り返して、澱粉を１５秒の漏斗粘度まで加水分解した。
ｆ．例３ａを繰り返して、澱粉を６０秒の漏斗粘度まで加水分解した。
ｇ．濃塩酸を用いて澱粉を１６時間加水分解し、次いで炭酸ナトリウム及び水酸化ナトリウムの添加により中和して、例３を繰り返した。
ｈ．次亜塩素酸ナトリウムを用いて澱粉を１６時間澱粉を加水分解して例３ａを繰返した。残留次亜塩素酸塩を取り除くために１０％の重亜硫酸ナトリウム溶液を加え、希塩酸を用いて中和した。
ｉ．Ａｍｉｏｃａの代りにジャガイモ澱粉を用いて例３ａを繰り返した。
ｊ．無水オクテニルスクシン酸の代りに８％の無水酢酸を用いて例３ａを繰り返した。
ｋ．無水オクテニルスクシン酸の代りに２．５％のブチルケテン２量体を用いて例３ａを繰り返した。
ｌ．無水オクテニルスクシン酸の代りに８％の無水プロピオン酸を用いて例３ａを繰り返した。
ｍ．無水オクテニルスクシン酸の代りに６％の無水ドデセニルスクシン酸を用いて例３ａを繰り返した。
例４　他の変性加水分解澱粉の製造
ａ．Ａｍｉｏｃａ（商標）澱粉の４０％水性スラリーを調製した。３％のＮａＯＨを用いてpHを約１１．５に調整した。スラリーを５％の３－クロル－２－ヒドロキシプロピルト

リメチルアンモニウムクロリドで処理した。３％のＮａＯＨを用いてpH＝１１．５に維持しながら、スラリーを１０～１２時間反応させた。次いで希塩酸溶液を用いて澱粉をpH＝５．５に調整し、濾過し、洗浄した。次に、澱粉を完全に糊化するまで加熱調理し、α－アミラーゼを用いて、３０秒の漏斗粘度まで加水分解した。澱粉の加熱調理物を室温まで冷却させた。次いで、無水オクテニルスクシン酸を６％のレベルで加えた。２５％の水酸化ナトリウム溶液を用いてpHを７．５に維持した。澱粉はアルカリ消費が停止するまで澱粉を反応させた。次いで希塩酸溶液を用いてpHを５．５に調整した。次いでセライト（Celite 512はCelite Corporationから市販されているケイ藻土である）を用いて澱粉を濾過した。

ｂ．１０％のレベルで、３－クロル－２－ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリドを用いて例４ａを繰り返した。

ｃ．３－クロル－２－ヒドロキシプロピルトリメチルの使用を５％レベルのクロルエチルアミノジプロピオン酸の使用に代えて例４ａを繰り返した。

ｄ．Ａｍｉｏｃａ（商標）澱粉の４０％水性スラリーを調製した。２５％の硫酸ナトリウムを加えた。次いで、３％の水酸化ナトリウム溶液の添加によりpHを約１１．５０に調整した。次いで、澱粉を７．５％のレベルのプロピレンオキシドで処理した。反応後、pHを硫酸を用いて３．５に調整した。溶液を１時間撹拌させておいて、次に３％の水酸化ナトリウムでpHを５．５に調整した。次に、澱粉を完全に糊化するまで加熱調理し、α－アミラーゼで、３０秒の漏斗粘度まで加水分解した。澱粉加熱調理物を室温まで冷却した。次に、２５％の水酸化ナトリウム溶液を用いてスラリーをpHを７．５に維持しながら、７．５％のレベルで無水酢酸を加えた。澱粉をアルカリ消費が停止するまで反応させた。次に希塩酸を用いて、pHを５．５に調整した。次いで澱粉をCelite (Celite 512はCelite Corporationから市販されているケイ藻土）を用いて濾過した。

ｅ．Ａｍｉｏｃａ（商標）澱粉の４０％水性スラリーを調製した。２５％の硫酸ナトリウムを加えた。次いで、３％の水酸化ナトリウム溶液の添加によりpHを約１１．５０に調整した。次いで、澱粉を７．５％のレベルのプロピレンオキシドで処理した。反応後、pHを硫酸を用いて３．５に調整した。溶液を１時間撹拌させておいて、次に３％の水酸化ナトリウムでpHを５．５に調整した。次に、澱粉を完全に糊化するまで加熱調理し、α－アミラーゼで、３０秒の漏斗粘度まで加水分解した。澱粉加熱調理物を室温まで冷却した。次に、２５％の水酸化ナトリウム溶液を用いてスラリーをpHを７．５に維持しながら、７．５％のレベルで無水酢酸を加えた。澱粉をアルカリ消費が停止するまで反応させた。次いで、希塩酸溶液を用いて５．５に調整した。次いで澱粉をCelite (Celite 512はCelite Corporationから市販されているケイ藻土である）を用いて濾過した。

例５－ポリマーを用いる澱粉の共加工

５ｇのポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）を９００ｇの水に溶解した。次いで、１００ｇの例１ｇの澱粉をポリマー溶液中にスラリー化した。スラリーを１５０～１５５℃でジェットクックし、次いで、老化を防ぐために圧力下で直接噴霧乾燥機に運んだ。加熱調理されたスラリーを２３０℃の入口温度及び１２０℃の出口温度で噴霧乾燥した。

例６－澱粉の中和

例１～５の澱粉を２－アミノ－２－メチル１－プロパノールの添加により中和した。

例７－ヘアスプレー溶液の調製

ａ）例１～６の澱粉を次の方法を用いて各々ヘアスプレー溶液を作った。澱粉を水で希釈して固形分５％の溶液にし、非－エアゾールびん中に充填した。

例８－モデルヘアスプレー中の澱粉の性能

例７のヘアスプレー溶液を試験し、９４．５ｇのエタノール及び０．５ｇの２－アミノ－２－メチル１－プロパノールを混合し、次いで５ｇの酢酸ビニル／クロトン酸／ネオデカン酸ビニルコポリマー中に移し換えることにより調製された対照と比較した。高湿度カール保持及び主観的剛さ結果を下記表１に示す。

【００５２】

【表１】

表　I

ポリマー	15分	30分	60分	90分	2時間	3時間	4時間	5時間	24時間
3a	94.44	93.78	92.55	91.33	89.39	87.53	85.09	84.48	72.66
3j	91.65	86.37	82.28	80.83	78.20	73.59	72.93	71.69	49.03
3k	96.84	96.22	93.06	90.56	89.33	85.55	83.04	82.43	61.77
3l	92.36	89.69	85.97	85.23	80.28	78.27	77.06	75.12	56.43
3m	96.68	93.48	90.26	88.91	87.63	84.34	83.73	83.07	46.52
2a	93.31	92.66	83.19	77.21	65.86	58.53	53.28	51.20	20.19
対照[a]	79.31	71.25	60.51	53.79	49.86	43.21	41.25	38.54	27.89

[a]対照＝酢酸ビニル／クロトン酸／ネオデカン酸ビニルコポリマー

【００５３】
すべての試料は対照よりも良い耐湿性を有すると判断された。
例９－非－エアゾールヘアスプレーにおける澱粉の性能
例３ａ及び３ｂからの澱粉を次の配合にしたがって、低ＶＯＣ非－エアゾールヘアスプレー系に配合した。報告されたすべての値はヘアスプレー組成物の総重量に基づいた重量部である。
【００５４】

配合成分	重量部（乾燥物ベース）
澱粉ポリマー	５．０
脱イオン水	９５．０

撹拌しながら、均質になるまで澱粉ポリマーを脱イオン水中に移し換えた。溶液を濾過し、非－エアゾール容器に充填した。
【００５５】
配合物を、
対照Ａ（Eastman Chemical Company，テネシー州，キングスポートから市販されているジグリコール／ＣＨＤＭ／イソフタル酸エステル／ＳＩＰコポリマー、固形分５％、水性非

－エアゾール）
対照Ｂ（National Starch and Chemical Company, ニュージャージー州, ブリッジウォーターから市販されているＶＡ／クロトン酸エステル／ネオデカン酸ビニルコポリマー、固形分５％、無水非－エアゾール）
対照Ｃ（National Starch and Chemical Company, ニュージャージー州, ブリッジウォーターから市販されているアクリル酸エステル／オクチルアクリルアミドコポリマー、固形分５％、無水非－エアゾール）及び／または
対照Ｄ（National Starch and Chemical Company, ニュージャージー州, ブリッジウォーターから市販されているオクチルアクリルアミド／アクリル酸エステル／メタクリル酸ブチルアミノエチルコポリマー、固形分５％、無水非－エアゾール）
と比較した。

シャンプー除去性評価

対照Ｃと比較したシャンプー除去性を下記表IIに記載する。

表　II

ポリマー	剛　性	フレーク
例３ａ	＝	＝

結果は統計上対照と等しい。

テーバー剛性

表　III

ポリマー	対照Ｄ剛性の％
例３ａ	６５％
対照Ａ	７２％

粘着性及び乾燥時間

粘着性及び乾燥時間を対照Ｄと比較した。

表　IV

ポリマー	総粘着時間	乾燥時間
例３ａ	＋	＋

例３ａは統計的に対照より優れている（粘着性が少なく、乾燥時間が速い）。

当初のカール垂下

組成物を相対湿度（ＲＨ）５０％で試験した。

【００５６】

１試料当り９個の値の平均カール保持％値を下記表Ｖに示す。

【００５７】

【表２】

表　Ｖ

澱粉↓	30秒	60秒	90秒	２分	４分	６分
例３ａ	93.46	91.98	91.98	88.42	86.99	84.76

【００５８】

例１０－全－自然構成化（natural texturizing）固定ローション

配合成分	重量%
相Ａ：	
脱イオン水	５５．８５
（１）変性ジャガイモ澱粉	１．７５
（２）Ｂｒｉｊ７８	２．００
相Ｂ：	
（３）ＤＣ３４５	７．５０
（４）ＤＣ２００	２．５０
相Ｃ：	
（５）Ｌａｎｅｔｔｅ　Ｏ	１．４０
（６）Ｇｅｒｍａｌｌ　II	１．００
相Ｄ：	
プロピレングリコール	５．００
例１ｇ	３．００
相Ｅ：	
脱イオン水	２０．００
	１００．００

ＩＮＣＩ名称
（１）変性ジャガイモ澱粉（National Starch and Chemical）
（２）ステアレス（Stearreth ）－２０（ICI Surfactants ）
（３）シクロメチコーン（Cyclomethicone, Dow Corning ）
（４）ジメチコーン（Dimethicone, Dow Corning）
（５）セテアリールアルコール（Henkel）
（６）ジアゾリジニル尿素（Sutton Labs ）
手順
変性ジャガイモ澱粉を冷水に加え、２分間混合した。澱粉溶液を中位の速度で混合しながら８０℃に加熱した。混合を８０℃で２５分間継続した。Ｂｒｉｊ７８を加え、溶解するまで混合した。Ｂ相を予備混合し、高速度（８，０００～１０，０００RPM ）でＡ相を加えた。８０℃でＬａｎｅｔｔｅ　Ｏを加え、次いでＧｅｒｍａｌｌ　IIを加えた。Ｄ相を予備混合し、次いで、Ｄ相にＥ相を加え、十分に混合した。ＤＥ相をＡＢＣ相に加え、約１０～１５分間混合を継続した。

フロントページの続き

(72)発明者 メリッサ ジェイ. ビテイル
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８５３６, プレインズボロ, ハンターズ グレン ドライブ １０１４
(72)発明者 マリア トルチンスキー
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８８５４, ピスカタウェイ, ファームランド コート ６
(72)発明者 ゲイリー ティー. マーティノ
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８８３１, ジェームスバーグ, サンド ヒル ロード ３４
(72)発明者 ダニエル ビー. ソラレク
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８５０２, ベル ミード, バークシャー コート ７９
(72)発明者 イアン ダブリュ. コットレル
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８５４０, プリンストン, ウィンダム コート １６６

審査官 天野 貴子

(56)参考文献 特開平１０－０３６２３４（ＪＰ, Ａ）
特開平０２－１５０４０１（ＪＰ, Ａ）
特公昭４８－２０３０３０（ＪＰ, Ｂ１）
特公昭４８－０２０３０３（ＪＰ, Ｂ１）
特表平１０－５０６９２１（ＪＰ, Ａ）
特表２０００－５１４４３５（ＪＰ, Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl., ＤＢ名)
A61K 8/00 - 8/99
A61Q 5/00 - 5/06