

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3608787号

(P3608787)

(45) 発行日 平成17年1月12日(2005. 1. 12)

(24) 登録日 平成16年10月22日(2004. 10. 22)

(51) Int. Cl.⁷

F I

A 6 1 K 7/075

A 6 1 K 7/075

C 1 1 D 1/835

C 1 1 D 1/835

C 1 1 D 3/37

C 1 1 D 3/37

請求項の数 5 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願平5-504894	(73) 特許権者	302039841
(86) (22) 出願日	平成4年8月24日(1992.8.24)		コグニス・ドイッチュランド・ゲゼルシヤ
(65) 公表番号	特表平6-510294		フト・ミト・ベシユレンクテル・ハフツン
(43) 公表日	平成6年11月17日(1994.11.17)		グ・ウント・コンパニー・コマンデイトゲ
(86) 国際出願番号	PCT/EP1992/001940		ゼルシヤフト
(87) 国際公開番号	W01993/004662		ドイツ連邦共和国, 4 0 5 8 9 デュッセル
(87) 国際公開日	平成5年3月18日(1993.3.18)		ドルフ, ヘンケルストラーセ, 6 7
審査請求日	平成11年7月22日(1999.7.22)	(74) 代理人	100062144
(31) 優先権主張番号	P41 29 124, 7		弁理士 青山 稔
(32) 優先日	平成3年9月2日(1991.9.2)	(74) 代理人	100083356
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		弁理士 柴田 康夫
		(72) 発明者	ミュラー、ラインハルト
			ドイツ連邦共和国デー5 1 4 0エルケレ
			ンツ7、ゴットフリートーハウスマンーヴ
			ェーク1 3番

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 穏やかな清浄製剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) 炭素原子数 1 ~ 22 の親油性基 1 個または 2 個、およびカルボキシレート、スルフェートまたはスルホネート基から選択する極性基を有する、アルキルおよびジアルキルエーテルスルフェート、エーテルカルボン酸、スルホコハク酸セミエステル、脂肪アルコールエーテルシトレート、脂肪アルコールエーテルタートレート並びに不飽和脂肪酸スルホネートから成る群から選択する 1 種またはそれ以上のアニオン性界面活性剤（ポリオキシアルキレン基を有する場合、平均アルコキシル化度は 1 ~ 15） 1 ~ 50 重量 %、

(B) 一般式 $R(G) \times$ [式中、R は直鎖状飽和 C_{8-22} アルキル基であり、(G) × はオリゴマー化度 × が 1 ~ 4 のグリコシドまたはオリゴグリコシドである。] で示される 1 種またはそれ以上のアルキルグリコシド 0.5 ~ 10 重量 %、

(C) アニオン性ポリマー 0.1 ~ 5 重量 %、

(D) 水 35 ~ 98.4 重量 %

を、成分 (B) と (C) とを合わせた量が成分 (A) の含量を越えないように含有し、N - アシルアミノ酸塩を含有しない水含有清浄製剤。

【請求項 2】

アニオン性界面活性剤 (A) 含量は 5 ~ 30 重量 % である請求項 1 記載の水含有製剤。

【請求項 3】

アルキルグリコシド (B) 含量は 1 ~ 5 重量 % である請求項 1 または 2 記載の水含有製剤

。

【請求項 4】

アニオン性ポリマー（C）含量は0.5～3重量%である請求項1～3のいずれかに記載の水含有製剤。

【請求項 5】

無機電解質塩（E）0.1～10重量%を更に含有する請求項1～4のいずれかに記載の水含有製剤。

【発明の詳細な説明】

本発明は、穏やかな清浄製剤、とりわけ髪の洗浄およびリンス用の穏やかな清浄製剤に関する。

水含有清浄製剤は通例、清浄効果を達成するために界面活性化合物を含有するが、そのような界面活性化合物は通例、製剤の皮膚に対する影響を増大する。このことは、重要なアニオン性界面活性剤群に対して特に当てはまる。

個人用衛生製剤においては、前記のような皮膚に対する影響が大きくてはならない。身体のデリケートな部分を清浄するため、または粘膜と接触する、使用頻度の高い生成物の場合は特に、皮膚適合性の高いことが重要である。すなわち、発泡力の高い穏やかな水含有清浄製剤が必要とされている。

水含有清浄製剤の分野で特に興味を持たれているのは、髪の洗浄およびリンス用の製剤、例えば濯ぎにより除去し得るシャンプーおよびヘアトリートメント製剤である。とりわけ、髪のふくらみおよび整髪性に関して改良された効果を有する製剤が求められている。

洗髪後の髪はしばしば、美容上不満足な状態にある。すなわち、感触に生気無く、湿潤時の櫛通りが悪く、また乾燥時に帯電する傾向は櫛の通りを悪くし、櫛を通した後もセットに影響を及ぼす。

分子中にアニオン性基（通例カルボキシル基）および4級アンモニウム基を有する双性イオン性ポリマーをヘアトリートメント製剤中に使用し得ることが知られている。例えばドイツ連邦共和国公開特許第2150557号には、ヘアセッティング製剤中に双性イオン性モノマーのポリマーを使用することが記載されている。しかし、双性イオン性ポリマーは、特にアニオン性界面活性剤含有製剤中においては、長期間貯蔵するとヘアコンディショニング作用およびヘアセッティング作用を徐々に失うという欠点を有する。

ドイツ連邦共和国公開特許第3326230号に開示された髪の洗浄およびリンス用の水含有製剤は、特定のポリアルデヒドカルボン酸の存在の故に髪のふくらみおよび整髪性を改善すると記載されている。

洗浄またはシャンプーした後の髪にコンディショニング製剤（通例カチオン性界面活性剤を含有する）を適用し得ること、および洗髪時にある種のコンディショニング効果を達成するためにシャンプーにコンディショナーを加え得ることも知られている。そのような物質は、例えばカチオン性ポリマー（例えばカチオン性セルロース誘導体）を包含する。欧州特許出願EP第337354号には、アルキルグリコシドとカチオン性ポリマーとの組み合わせを含有する製剤が記載されている。

そのような助剤を用いて湿潤櫛通りを充分改善し、例えばカチオン性界面活性剤を用いて帯電を軽減することが可能であるが、そのような効果を達成した場合は殆んど常に、乾燥髪が滑らかになり過ぎる。それ故、髪のふくらみが足りず、髪型を維持できないという不都合が生じる。乾燥髪の櫛通り抵抗を小さくするほど、髪の滑らかさは顕著になる。

従って、本発明の課題は、水含有清浄製剤、とりわけ髪の洗浄およびリンス用の水含有清浄製剤であって、高い発泡力を有しながら皮膚に対する影響は非常に小さく、乾燥髪の滑らかさを顕著に低下するが、髪を粘着性にすることも、湿潤櫛通りに悪影響を及ぼすこともない製剤を提供することであった。

驚くべきことに、水含有清浄製剤がアニオン性界面活性剤1～50重量%、アルキルグリコシド0.5～10重量%およびアニオン性ポリマー0.1～5重量%を含有する場合には、従来技術と比較して髪のふくらみおよび整髪性を顕著に改善し得ることがわかった。

すなわち、本発明は、

（A）炭素原子数1～22の親油性基1個または2個、およびカルボキシレート、スルフェ

ートまたはスルホネート基から選択する極性基、および要すれば平均アルコキシル化度 1 ~ 15 のポリオキシアルキレン基を有する 1 種またはそれ以上のアニオン性界面活性剤 1 ~ 50 重量 %、

(B) 一般式 $R (G)_x$ [式中、 R は直鎖状飽和 C_{8-22} アルキル基であり、 $(G)_x$ はオリゴマー化度 x が 1 ~ 4 のグリコシドまたはオリゴグリコシドである。] で示される 1 種またはそれ以上のアルキルグリコシド 0.5 ~ 10 重量 %、

(C) アニオン性ポリマー 0.1 ~ 5 重量 %、

(D) 水 35 ~ 98.4 重量 %

を、成分 (B) と (C) とを合わせた量が成分 (A) の含量を越えないように含有する水含有清浄製剤に関する。

本発明において、ポリオキシアルキレン基とは、オキシエチレン単位 - $[CH_2 - CH_2 - O]$ - またはオキシプロピレン単位 - $[CH(CH_3) - CH_2 - O]$ - から成る基であると理解される。オキシエチレン単位またはオキシプロピレン単位の平均数を、平均アルコキシル化度と称する。

本発明によると、アニオン性界面活性剤 (A) は、アルキルおよびジアルキルエーテルスルフェート、エーテルカルボン酸、スルホコハク酸セリエステル、脂肪アルコールエーテルシトレート、脂肪アルコールエーテルタートレート、アシルサルコシド、アシルタウリド並びに不飽和脂肪酸スルホネートから成る群から選択することが好ましい。

カルボキシレート、スルフェートまたはスルホネート基の対イオンは、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アルミニウム、アンモニウム、およびアルキルまたはアルキロール基中の炭素原子数 1 ~ 4 のアルキルまたはアルキロールアンモニウム基から成る群から選択することが好ましい。アルカリ金属の群が特に適当である。

前記のようなアニオン性界面活性剤の多くについては、化学構造および基本的界面活性性の知識は、今や常識的なものとして確立されているので、更に説明を加える必要は無い。ジアルキルエーテルスルフェートは、欧州特許出願 EP 第 299370 号に記載のような化合物である。そのような化合物の製法および性質の詳細は、該文献から得られる。脂肪アルコールエーテルタートレートは、脂肪アルコールのエチレンオキシドおよび / またはプロピレンオキシド付加物の酒石酸モノエステル塩であり、脂肪アルコールエーテルシトレートは対応するクエン酸モノエステルおよび / またはジエステル塩である。不飽和脂肪酸のスルホネートは、炭素原子数 12 ~ 22 および二重結合数 1 ~ 6 の脂肪酸のスルホン化物である。そのような生成物は文献により既知であり、例えば前記脂肪酸と気体状三酸化イオウとの反応によって得られる。オレイン酸を例にとると、製法の詳細はドイツ連邦共和国特許出願 DE 第 3926344 号に記載されている。

ポリオキシアルキレン基を有するアニオン性界面活性剤の場合、アルコキシル化度に関して極めて一般的に、例えば既知のエトキシ化方法により脂肪アルコール 1 モルにエチレンオキシド x モルを付加するというようなアルコキシル化反応において得られるのは単一の付加物ではなく、未反応の遊離脂肪アルコールと、脂肪アルコール 1 分子当たり 1、2、3、 $\dots$ x 、 $x + 1$ 、 $x + 2$ $\dots$ 等の数のエチレンオキシド分子が付加した一連の同族 (オリゴマー) 付加物との混合物であるということができる。平均エトキシ化度 (x) は、脂肪アルコールとエチレンオキシドとの出発量によって決まる。同族体混合物の分布曲線は通例、 $x - 3$ ないし $x + 3$ の範囲内で最大値を示す。これに関しては、例えばソーブ / コズメティクス / ケミカル・スペシャリティーズ (Soap/Cosmetics/Chemical Specialities)、1988 年 1 月、34 頁から更に情報を得ることができる。しかし、従来技術により知られた標準的なアルコキシル化触媒 (例えばナトリウムメタノレート) に加えて、いわゆる狭範囲生成物を導く触媒を使用してもよい [例えばザイフェン - エーレ - フェッテ - ヴァクゼ

(Seifen-Öle-Fette-Wachse)

1990 (116) 60 参照]。

本発明の好ましい一態様においては、アニオン性界面活性剤含量は 5 ~ 30 重量 % である。

一般式 $R - (G)_x$ で示されるアルキルグリコシド (B) は、糖および脂肪族 1 級 C_{8-22}

10

20

30

40

50

アルコールからアセタール化によって得られるよく知られた界面活性物質である。好ましい糖成分（グリコース）はグルコースであるが、フルクトース、マンノース、ガラクトース、テロース、グロース、アロース、アルトロース、イドース、アラビノース、キシロース、リキソース、リボースおよびそれらの混合物を使用してもよい。

脂肪アルコール R-OH によるグルコースのアセタール化物は、既知の方法で、例えば天然脂肪および油、とりわけ飽和および不飽和の直鎖状 1 級 C_{8-22} 脂肪アルコールから得られるものが、容易に入手可能であり、良好な性能を有するので好ましい。

アルキルグリコシド、その製法、および界面活性剤としてのその用途は、例えば米国特許第 3839318 号、同第 3707535 号、同第 3547828 号、ドイツ連邦共和国公開特許第 1943689 号、同第 2036472 号、同第 3001064 号および欧州公開特許第 77167 号により既知である。グリコシド - (G) x は、糖単位 1 個がグリコシド結合によって脂肪アルコールに結合したモノグリコシド (x = 1) およびオリゴマー化度 x = 2 ~ 4 のオリゴマー化グリコシドのいずれから選択してもよい。通例、モノグリコシドおよびオリゴグリコシドの混合物が存在する。

アルキルグリコシド (B) は、R が C_{8-22} アルキル基であり、(G) x がグリコシドまたはオリゴマー化度 x = 1 ~ 4 のオリゴグリコシドであるものが特に適当である。特に好ましい態様においては、R は C_{10-16} アルキル基であり、(G) x はグリコシドと平均オリゴマー化度 1 ~ 1.5 のオリゴグリコシドとの混合物の残基である。

本発明の好ましい一態様においては、アルキルグリコシド含量は 1 ~ 5 重量%である。

アニオン性ポリマー (C) の選択に関しては、原則として特に制約は無い。しかし、10 モノマー単位当たりカルボキシル基 5 ~ 9 個、好ましくは 7 ~ 9 個、アルデヒド基 1 ~ 5 個、好ましくは 1 ~ 3 個を有する平均分子量 600 ~ 10000 のポリアルデヒドカルボン酸が特に適当であることがわかった。このような生成物は、水溶性塩、とりわけアルカリ金属塩の形態で使用する。そのようなポリアルデヒドカルボン酸は、既知の市販品である。それらは例えばアクロレインの酸化単独重合またはアクロレインとアクリル酸との酸化共重合により製造され、例えばデグッサ社 (Degussa AG) から市販されている。

本発明の好ましい一態様においては、アニオン性ポリマー含量は 0.5 ~ 3 重量%である。

更に、本発明の製剤は、アニオン性界面活性剤 (A) に加えて両性および/または双性イオン性界面活性剤 0.5 ~ 20 重量%、とりわけ 1 ~ 10 重量%を含有し得る。

両性界面活性剤は、 C_{8-18} アルキルまたはアシル基に加えて、少なくとも 1 個の遊離アミノ基および少なくとも 1 個の -COOH または -SO₃H 基を分子中に有し、分子内塩を形成し得る界面活性化合物である。適当な両性界面活性剤の例は、N-アルキルグリシン、N-アルキルプロピオン酸、N-アルキルアミノ酪酸、N-アルキルイミノジプロピオン酸、N-ヒドロキシエチル-N-アルキルアミドプロピルグリシン、N-アルキルタウリン、N-アルキルサルコシン、2-アルキルアミノプロピオン酸およびアルキルアミノ酢酸（いずれもアルキル基中の炭素原子数約 8 ~ 18 である）である。

双性イオン性界面活性剤は、少なくとも 1 個の 4 級アンモニウム基と、少なくとも 1 個の -COO⁽⁻⁾ または -SO₃⁽⁻⁾ 基とを分子中に有する界面活性化合物である。特に適当な双性イオン性界面活性剤は、いわゆるベタイン、例えば N-アルキル-N,N-ジメチルアンモニウムグリシネート（例えばヤシ油アルキルジメチルアンモニウムグリシネート）、N-アシルアミノプロピル-N,N-ジメチルアンモニウムグリシネート（例えばヤシ油アシルアミノプロピルジメチルアンモニウムグリシネート）および 2-アルキル-3-カルボキシメチル-3-ヒドロキシエチルイミダゾリン（アルキルまたはアシル基中の炭素原子数 8 ~ 18）並びにヤシ油アシルアミノエチルヒドロキシエチルカルボキシメチルグリシネートである。

本発明の製剤の皮膚に対する穏やかさは、製剤の pH が皮膚の中性 pH 程度となるように調製すると特に顕著である。従って、pH 値が 4.0 ~ 7.5、とりわけ 4.5 ~ 7.0 である製剤が好ましい。

更に、本発明の製剤は、無機電解質塩 (E) を含有し得る。適当な無機電解質塩は、アルカリ金属、アンモニウムおよびアルカリ土類金属の水溶性塩、例えばフッ化物、塩化物、

10

20

30

40

50

臭化物、硫酸塩、リン酸塩、硝酸塩および炭酸水素塩であって、20 において少なくとも 1 重量%の量で水に可溶のものである。アルカリ金属、アンモニウムまたはマグネシウムの塩化物または硫酸塩を使用することが好ましく、塩化ナトリウムおよび塩化マグネシウムが特に好ましい。電解質塩の含量は、好ましくは0.1~10重量%である。

本発明の製剤は、ヘアシャンプー、発泡浴剤、シャワー浴剤、液体石鹸および食器手洗いう洗剤のような多くの市販清浄用生成物中に使用し得る。本発明の製剤は、髪に改善されたふくらみおよび整髪性を与える穏やかなヘアシャンプーに特に適当である。

そのような生成物は、界面活性剤または界面活性剤組み合わせに加えて、乳化剤、油成分、可溶化剤、増粘剤、過脂肪剤、生物由来成分、フィルム形成剤、香料、色素、真珠光沢剤、泡安定剤、防腐剤およびpH調節剤のような成分を通例含有する。従って、本発明の製剤は、従来技術により既知の成分および助剤を更に含有し得る。重要性の高い成分を次に挙げる：

界面活性剤/乳化剤：例えば、カルボキシレート、スルホネート、スルフェートまたはホスフェート基を有するアニオン性界面活性剤（例えば石鹸、アルキルおよびアリアルエテルスルフェート）、脂肪アミン、4級アンモニウムおよびピリジニウム化合物、ノニオン性乳化剤（例えばアルコール、カルボン酸、部分グリセリドおよびソルビタンエステルのエチレンオキシド付加物）、両性および双性イオン性乳化剤（例えばイミダゾリン誘導体、ベタインまたはスルホベタイン）、並びに脂肪酸エステルおよびソルビタン脂肪酸エステル〔例えばヴェ・ウムバッハ（W.Umbach）編、「コスメティック・エントヴィックルング、ヘルシュテルング・ウント・アンヴェンドゥング・コスメティッシャー・ミittel（*Kosmetik - Entwicklung, Herstellung und Anwendung Kosmetischer Mittel*）」、86 - 87頁、シュトゥットガルト、1988参照〕

油成分：例えば、パラフィン油、植物油、脂肪酸エステル、スクアランおよび2-オクチルドデカノールのような物質；脂肪および蠟（例えば鯨蠟、蜜蠟、モンタンワックス、パラフィンおよびセトステアリルアルコール）

可溶化剤：例えば一価または多価の低級アルコール（例えばエタノール、イソプロパノール、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセロール、1,3-ブチレングリコールおよびジエチレングリコール）

増粘剤：例えば多糖類、とりわけキサンタンゴム、グアーゴム、寒天、アルギネートおよびチロース；カルボキシメチルセルロースおよびヒドロキシエチルセルロース；比較的分 30
子量の大きい脂肪酸ポリエチレングリコールモノエステルおよびジエステル、ポリアクリレート、ポリビニルアルコールおよびポリビニルピロリドン

過脂肪剤：例えばポリエトキシ化ラノリン誘導体、レシチン誘導体、および泡安定剤としても作用する脂肪酸アルカノールアミド

生物由来成分：例えば植物抽出物、タンパク質分解物およびビタミン複合体

フィルム形成剤：例えばポリビニルピロリドン、ビニルピロリドン/酢酸ビニルコポリマー、アクリル酸系ポリマー、4級セルロース誘導体および同様の化合物

湿潤剤：例えばグリセロール、ポリグリセロール、ソルビトール、プロパン-1,2-ジオール、ブタン-1,2,3-トリオール、ポリエチレングリコール、グルコース、マンニトール、キシリトール、ピロリドンカルボン酸塩（PCA）、アミノ酸、乳酸

抗菌剤（防腐剤として）：例えば安息香酸、サリチル酸、ソルビン酸、それらのエステルおよび塩、並びに「アンラーゲ・ツア・コスメティックフェアオルトヌング（*Anlage zur Kosmetikverordnung*）」に挙げられた物質

真珠光沢剤：例えばグリコールジステアリン酸エステル、エチレングリコールジステアレートまたは脂肪酸モノグリコールエステル

香料：例えば蒸留、抽出または加圧により植物から得る天然香料、および合成香料〔例えばハー・エビ（H.Aebi）、エー・バウムガルトナー（E.Baumgartner）、ハー・ペー・フィードラー（H.P.Fiedler）、ゲー・オーロフ（G.Ohloff）、「コスメティカ、リーヒシュトッフエ・ウント・レーベンスミittelツザッツシュトッフエ（*Kosmetika, Riechstoffe und Lebensmittelzusatzstoffe*）」、シュトゥットガルト、1978参照〕

10

20

30

40

50

抗酸化剤：例えばトコフェロール、レシチン、グアヤコール、ブチルクレゾール、4 - メチル - 2,6 - ジ - t - ブチルフェノール (BHT)、4 - メトキシ - 2 (3) - t - ブチルフェノール (BHA)

色素：例えばファルプシュトッフ - コミッション・デア・ドイッチェン・フォルシュングスゲマインシャフト・フュア・コスメティカ

(Farbstoff-Kommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft für Kosmetika)

[「フェルベミッテル・フュア・コスメティカ (Farbmittel für Kosmetika)」

、ミットイルング (Mitteilung) 3、ヴィースバーデン (Wiesbaden)、1968] によって

挙げられた色素 (色素は通例、混合物全体に対して 0.001 ~ 0.1 重量 % の濃度で使用する)

pH 調節剤：本発明の製剤の他の成分は、要すれば、製剤の pH 値を調節する物質である。

助剤は全部で 0 ~ 20 重量 %、好ましくは 0 ~ 10 重量 % の量で使用する。

本発明の製剤を調製するには、アニオン性界面活性剤 (A)、アニオン性ポリマー (C) および電解質塩 (D) を含有する水相に、アルキルグリコシド (B) を 60 ~ 80 で加える。その混合物を攪拌し、次いで常温 (20 ~ 40) に冷却する。アルキルグリコシド、特に C₁₂₋₁₆ アルキル基を有するアルキルグリコシドは水溶性なので、本発明の製剤は加熱せずに調整することもできるという利点を有する。その場合、常温で成分を単に混合すればよい。

以下の実施例は、本発明を制限することなく説明するものである。

実施例

1. 通則

1.1 略号

第 1 ~ 5 表の上欄中、本発明の実施例は E1 ~ E5、比較例は C1 ~ C10 で示す。

1.2 使用した物質

1.2.1 界面活性剤

N25: ラウリルエーテル硫酸ナトリウムの水溶液；活性物質含量 28 重量 % [「テキサボン (Texapon、商標) N25」；ヘンケル社 (Henkel KGaA、デュッセルドルフ) の製品]

デヒトン (Dehyton) K: 式 $R - CONH - (CH_2)_3 - N^+(CH_3)_2 - CH_2 - COO^-$ で示されるベタイン構造の脂肪酸アミド誘導体の水溶液；CTFA 名 コカミドプロピル・ベタイン (Cocamidopropyl Betaine)；活性物質含量 30 重量 %；NaCl 含量 5 重量 % (ヘンケル社の製品)

AKYP: 式 $C_{12/14} - (O - CH_2 - CH_2)_{10} - OCH_2 - COONa$ で示されるエーテルカルボン酸塩の水溶液；活性物質含量 22 重量 % [「アキボ (Akypo、商標) - ソフト (Soft) 100NV」；ヘミー (Chemie) - Y の製品]

APG600: オリゴマー化度 1.45 の C_{12/14} 脂肪アルコールグルコシド (ヘンケル社の製品)

1.2.2 他の物質

ヌトリラン (Nutrilan) I: タンパク質加水分解物；CTFA 名 ヒドロライズド・アニマル・コラーゲン (Hydrolyzed Animal Collagen) [「ヌトリラン (Nutrilan、商標) I」；グリューナウ

(Grünau、イラーティッセン (Illertissen))

の製品]

POC: ポリ (アルデヒドカルボン酸) ナトリウム塩の水溶液；活性物質含量 40 重量 %；平均分子量 5000 [「POC - HS - 5060」；デグッサ社の製品]

2. 乾燥櫛通りの測定

この櫛通り試験は、ジャーナル・オブ・ザ・ソサエティ・オブ・コスメティック・ケミスト (J. Soc. Cosm. Chem.)、1973 [24] 782 に記載の方法に基づく。

褐色の髪 [アルキンコ (Alkinco) # 6634、房長 12cm、房重量 1g] の乾燥櫛通りを試験した。使用した髪は、平均的使用者の髪を想定して予め少し損傷を加えた (漂白した) ものであった。零測定の後、試験する製剤 100ml に房を浸漬した。5 分間の接触時間後、房を流水 (1l/分、38) で 1 分間濯いだ。次いで、房を 30 / 相対湿度 20% の空气中で 12 時間乾燥後、再測定し、結果を零測定値と比較した。乾燥櫛通り試験の結果を第 1 表に示す

第1表 乾燥櫛通り⁽¹⁾

物質	C 1	C 2	E 1
N 2 5	9.0	9.0	9.0
A K Y P	3.0	3.0	3.0
デヒトンK	3.0	3.0	3.0
ヌトリランI	0.5	0.5	0.5
P O C	—	1.0	1.0
A P G 6 0 0	—	—	2.0
水	100とする	100とする	100とする
D C (%) ⁽²⁾	95	122	146

⁽¹⁾ 表の中欄の数値は、活性物質含量(重量%)である。表の下欄の数値は、実験的に測定した乾燥櫛通りD C値(零測定値との比較値)である。

⁽²⁾ D C値の統計学的確実性は99.99%であった。

本発明の実施例E1は、C1およびC2よりも明らかに高い乾燥櫛通り値を示す。DCは髪型維持性の尺度であるので、E1は髪型維持性が改善されていることがわかる。

3. 湿潤櫛通りの測定

この櫛通り試験は、ジャーナル・オブ・ザ・ソサエティ・オブ・コズメティック・ケミスト、1973 [24] 782に記載の方法に基づく。

褐色の髪(アルキンコ#6634、房長12cm、房重量1g)の湿潤櫛通りを試験した。使用した髪は、平均的使用者の髪を想定して予め少し損傷を加えた(漂白した)ものであった。零測定の後、試験する製剤100mlに房を浸漬した。5分間の接触時間後、房を流水(1l/分、38℃)で1分間濯いだ。次いで、房を再測定に付し、結果を零測定値と比較した。湿潤櫛通り試験の結果を第2表に示す。

第2表 湿潤櫛通り⁽¹⁾

物質	C 3	C 4	E 2
N 2 5	9.0	9.0	9.0
AKYP	3.0	3.0	3.0
デヒトンK	3.0	3.0	3.0
ヌトリランI	0.5	0.5	0.5
POC	—	1.0	1.0
APG600	—	—	2.0
水	100とする	100とする	100とする
WC (%) ⁽²⁾	94	92	80

⁽¹⁾ 表の中欄の数値は、活性物質含量(重量%)である。表の下欄の数値は、実験的に測定した湿潤櫛通りWC値(零測定値との比較値)である。

⁽²⁾ WC値の統計学的確実性は99.99%であった。

本発明の実施例E2は、C3およびC4よりも明らかに低い湿潤櫛通り値を示す。WCが低いほど湿潤髪のカム通りが良好であるので、E2は湿潤櫛通りが改善されていることがわかる。

4. 帯電

櫛を通す間の帯電を測定するために、髪房を二重ファラデー箱内に吊した。内箱と外箱の間には、導電性接続は無かった。外箱は零電位に接続した(接地した)。電圧計により、内箱と外箱の間の電圧差を測定した。櫛を通す際の摩擦の作用下に、電荷が髪繊維表面から放出され、櫛表面に集まると、必ず電位差が生じる。この電界と、櫛に対し逆に荷電した房とが、内ファラデー箱と相互作用する。内ファラデー箱は、内部とは逆に荷電する(感応)。外箱に対する電荷移動が電圧計に記録された。これは、櫛を通した髪房の摩擦帯電の直接測定値であった。

10

20

30

第3表 帯電⁽¹⁾

物質	C 5	C 6	E 3
N 2 5	9.0	9.0	9.0
AKYP	3.0	3.0	3.0
デヒトンK	3.0	3.0	3.0
ヌトリランI	0.5	0.5	0.5
POC	—	1.0	1.0
APG600	—	—	2.0
水	100とする	100とする	100とする
EC (%)	92	90	73

⁽¹⁾ 表の中欄の数値は、活性物質含量(重量%)である。表の下欄の数値は、実験的に測定した帯電EC値(零測定値との比較値)である。

本発明の実施例E3は、C5およびC6と比較して顕著に低い帯電値を示す。EC値が小さいと、髪繊維どうしの反発および「フライ・アウェイ(fly away)」の傾向が小さい。

5. 発泡性の測定

DIN53902により電動発泡装置を用いて清浄剤の発泡性を測定した。この目的のために、水含有清浄剤を、界面活性剤の活性物質含量が2重量%となるようにデュッセルドルフ・ホルトハウゼン(Holthausen)の水道水(硬度18° dH)で希釈することによって、溶液340mlを調製した。多孔板(孔直径1mm、50ビート/分の頻度で10ビート、ストローク13cm)を用いて室温で発泡させた。その泡は非常に細かく、シャンプー中に髪の上で発生する泡にほぼ相当していた。測定は、界面活性剤溶液中に脂肪を含めず、2回ずつ行った。

組成：

- (a) テキサボンN25 42重量% (= 活性物質12%)
- (b) デヒトンK 10重量% (= 活性物質3%)
- (c) コンパーラン(Comperlan)LS 1重量% (= 活性物質1%) および
- (d) 水 47重量%

の既知の高発泡性混合物の発泡性を標準として測定した。この標準混合物は、水で希釈して、やはり活性物質含量2重量%の溶液の形態で使用した。泡量の測定値は以下の通りであった：

- 1分後：240ml
- 3分後：210ml
- 5分後：190ml

10

20

30

40

第4表 泡の相対量⁽¹⁾

物質	C 7	C 8	E 4
N 2 5	9.0	9.0	9.0
AKYP	3.0	3.0	3.0
デヒトンK	3.0	3.0	3.0
ヌトリランI	0.5	0.5	0.5
POC	—	1.0	1.0
APG600	—	—	2.0
水	100とする	100とする	100とする
泡1'	87	95	105
泡3'	95	89	100
泡5'	94	88	113

⁽¹⁾ 表の中欄の数値は、界面活性剤活性物質含量2%の溶液を形成するように更に水で希釈する前の水含有清浄製剤の活性物質含量(重量%)である。表の下欄の数値は、標準と比較した泡量である。

本発明の実施例E4は、C7およびC8と比較して泡量が顕著に多い。

6. 皮膚適合性試験

清浄製剤の皮膚適合性を、ツァイドラー (Zeidler) およびレーゼ (Reese) により開発されたインビトロの方法によって調べた。この方法は、エルツリッヘ・コスメトロジー (Ärztliche Kosmetologie)、

、13、39 - 45 (1983) に詳細に説明されている。ブタ表皮の膨張を、清浄製剤の皮膚適合性の尺度として用いた。この目的のために、必要な表皮を、屠殺したばかりの若いブタから採り、よく凍結させた。

測定には、1cm×6cmの表皮ストリップを切り取り、界面活性剤活性物質含量が2重量%となるように水含有清浄製剤を水で希釈することによって調製しておいた溶液に30分間浸漬した。溶液は39 に保ち、pH6.5に調節した。所定の条件下に短時間濯ぎ、軽く押えて付着水を除去した後、膨張したストリップの重量を測定した。次いで、ストリップを塩化カルシウムで24時間乾燥後、再度重量を測定した。動物の個体差および採取部位(背、脇腹)による影響を排除するために、個々の場合に標準測定を行った。そのためには、非常に近接した表皮部分のストリップを、水含有清浄製剤の代わりに水で同様に処理した。

界面活性剤処理した場合の試験値 s、および水処理した場合の試験値 w は、以下の式から求める：

$$s, w = \frac{\text{重量(膨張表皮)} - \text{重量(乾燥表皮)}}{\text{重量(乾燥表皮)}}$$

最後に、膨張の標準化した相対変化 Q を、

$$Q = (s/w - 1) \times 100\%$$

のように定義する。

従って、この定義によると、水処理した表皮のQ値は0%である。負の値は、膨張抑制性を意味する。

膨張試験結果を第5表に示す。本発明の実施例E5は、C9およびC10と比較して膨張値を改善することがわかる。

第5表 膨張試験⁽¹⁾

物質	C 9	C 1 0	E 5
N 2 5	9.0	9.0	9.0
AKYP	3.0	3.0	3.0
デヒトンK	3.0	3.0	3.0
ヌトリランI	0.5	0.5	0.5
POC	—	1.0	1.0
APG600	—	—	2.0
水	100とする	100とする	100とする
膨張値 ⁽²⁾	50	44	24

10

20

⁽¹⁾ 表の中欄の数値は、界面活性剤活性物質含量2%の溶液を形成するように更に水で希釈する前の水含有清浄剤の活性物質含量(重量%)である。表の下欄の数値は、実験的に求めた膨張値Qである。

⁽²⁾ いずれの試験においても、誤差限界は±7であった。

フロントページの続き

- (72)発明者 ザイデル、クルト
ドイツ連邦共和国デー - 4 0 0 0デュッセルドルフ13、ノシュトッフエンシュトラアセ59番
- (72)発明者 ホレンベルク、デートレフ
ドイツ連邦共和国デー - 4 0 0 6エルクラート2、フリーダーヴェーク31番
- (72)発明者 パッテン、アーニャ
ドイツ連邦共和国デー - 4 0 1 9モンハイム、オブラーデナー・シュトラアセ112番

審査官 大宅 郁治

- (56)参考文献 特開平01 - 178597 (JP, A)
特開昭61 - 183211 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
A61K 7/075, 08, 50
C11D 1/66 - 94, 3/37