

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-9186

(P2014-9186A)

(43) 公開日 平成26年1月20日(2014.1.20)

| (51) Int.Cl.                  | F I          | テーマコード (参考) |
|-------------------------------|--------------|-------------|
| <b>A 6 1 K</b> 8/31 (2006.01) | A 6 1 K 8/31 | 4 C 0 8 3   |
| <b>A 6 1 Q</b> 5/12 (2006.01) | A 6 1 Q 5/12 |             |

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 10 頁)

|           |                              |          |  |
|-----------|------------------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願2012-146171 (P2012-146171) | (71) 出願人 | 000004341<br>日油株式会社<br>東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号 |
| (22) 出願日  | 平成24年6月28日 (2012. 6. 28)     | (74) 代理人 | 100124349<br>弁理士 米田 圭啓                   |
|           |                              | (72) 発明者 | 古賀 尚賢<br>大分県大分市大字中ノ洲2番地 日油株式会社内          |
|           |                              | (72) 発明者 | 西川 徹<br>愛知県知多郡武豊町字西門82番地 日油株式会社内         |
|           |                              | Fターム(参考) | 4C083 AC011 AC012 CC33 DD28 EE06         |

(54) 【発明の名称】毛髪化粧品用揮発性油

(57) 【要約】

【課題】揮発性およびヘアケア特性に優れる毛髪化粧品用揮発性油の提供。

【解決手段】炭素数が12~16であるイソパラフィンを含み、沸点範囲が185~215であり、2,2,4,6,6-ペンタメチルヘプタン含有量が10質量%未満であるパラフィン混合物からなる毛髪化粧品用揮発性油。

【選択図】なし

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

炭素数が 12 ~ 16 であるイソパラフィンを含み、沸点範囲が 185 ~ 215 であり、2, 2, 4, 6, 6 - ペンタメチルヘプタン含有量が 10 質量 % 未満であるパラフィン混合物からなる毛髪化粧品用揮発性油。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は、揮発性およびヘアケア特性に優れた毛髪化粧品用揮発性油に関する。

**【背景技術】**

10

**【0002】**

従来、揮発性油剤として使用されてきた炭化水素としては、炭素数 6 ~ 12 の炭化水素、例えば n - ヘキサン、イソヘキサン、シクロヘキサン、n - オクタン、イソオクタン、n - ノナン、n - デカン、イソドデカンなどが知られている。しかしながら、これら揮発性油剤は引火点が 50 以下と低いために安全性に乏しいという問題がある。また、毛髪に対する化粧品や洗浄料の油剤にこれら揮発性油剤を用いる場合、頭皮や粘膜に対する刺激性が高いという問題や、揮発性が高いことにより生体表層から水分が蒸散され易いという問題がある。

**【0003】**

一方、炭素数 15 以上の炭化水素、例えば n - ペンタデカン、イソヘキサデカンなどでは、分子量が高いことにより、引火点の上昇や皮膚や粘膜に対する刺激性の低下などの性能の改善が期待されるが、揮発性が低下することにより、油分が残留し易くなってしまい、毛髪に塗布した際に使用感に劣るという問題がある。

20

**【0004】**

そのような背景から、優れた揮発性、高引火点や人体に対する安全性を兼ね備えた揮発性油剤として、例えば特許文献 1 には、炭素数 12 ~ 14 の炭化水素と、炭素数 13 ~ 16 の炭化水素と、不揮発性炭化水素とを組み合わせた非シリコン系組成物が開示されている。また、化粧料の分野において、例えば特許文献 2 には、シクロメチコンなどの環状シリコン類が揮発性成分として使用されることが開示されている。

**【先行技術文献】**

30

**【特許文献】****【0005】**

【特許文献 1】特表 2011 - 503192 号公報

【特許文献 2】特開 2009 - 286752 号公報

**【発明の概要】****【発明が解決しようとする課題】****【0006】**

ところが、特許文献 1 の方法では、非シリコン系組成物中に 2, 2, 4, 6, 6 - ペンタメチルヘプタンが含まれているので、臭気が強く、また毛髪塗布時にきしみ感が生じるなど使用感に劣り、化粧品や洗浄料の油剤として使用できないという問題がある。また、非シリコン系組成物中に不揮発成分であるオイルが含まれているので、揮発性が低いという問題があり、製造工程において複数のオイルを混合する必要があるため、製造が煩雑であるという問題もある。一方、特許文献 2 の方法では、揮発性は優れているものの、人体や環境への安全性が懸念されるので、毛髪に対する化粧品や洗浄料の油剤としての使用が好ましくないという問題がある。

40

**【0007】**

そこで、本発明の目的は、揮発性およびヘアケア特性に優れた毛髪化粧品用揮発性油を提供することにある。

**【課題を解決するための手段】****【0008】**

50

本発明者らは、パラフィンの混合物において、パラフィンの炭素数、沸点範囲、2, 2, 4, 6, 6 - ペンタメチルヘプタン含有量を特定範囲とすることによって、上記目的を達成できることを見出した。

【0009】

すなわち本発明は、炭素数が12～16であるイソパラフィンを含み、沸点範囲が185～215 であり、2, 2, 4, 6, 6 - ペンタメチルヘプタン含有量が10質量%未満であるパラフィン混合物からなる毛髪化粧品用揮発性油である。なお、本発明における毛髪化粧品は、毛髪に対する化粧品や洗浄料が含まれる。

【発明の効果】

【0010】

本発明の毛髪化粧品用揮発性油は、優れた揮発性、高引火点により操作の安全性、人体や環境への安全性を兼ね備えるとともに、毛髪に塗布した際の各種ヘアケア特性に優れる。したがって、本発明の毛髪化粧品用揮発性油は、毛髪に対する化粧品、洗浄用油剤や医薬品の原料として有用である。例えば、シクロペンタシロキサン等の環状シリコン類の代用品として有用である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

以下、本発明の実施形態について説明する。

本発明の毛髪化粧品用揮発性油は、炭素数が12～16であるイソパラフィン（分岐飽和炭化水素）を含むパラフィン（飽和炭化水素）の混合物からなり、さらに、炭素数が12～16の直鎖飽和炭化水素を含むことがある。なお、本発明の毛髪化粧品用揮発性油には、本発明の目的に反しない程度に、炭素数が12～16の飽和炭化水素以外の炭化水素、例えば環状飽和炭化水素や不飽和炭化水素などが含まれていてもよい。

【0012】

本発明の毛髪化粧品用揮発性油におけるパラフィン混合物は、沸点範囲が185～215 であり、好ましくは186～210 である。パラフィン混合物の沸点が185 未満では、引火点が低くなるので、安全性の面で好ましくない。沸点が215 を超えると、揮発性が低下し、油分が残留し易くなるので、毛髪に塗布した際の使用感に劣る。沸点はJIS K 2254 に準じた蒸留試験によって測定することができる。なお、本発明におけるパラフィン混合物は、引火点がJIS K 2265 に準じた密閉試験で61～70 、好ましくは62～67 の範囲であることが安全性や臭気の面で好ましい。例えば、市販品のイソドデカン（2, 2, 4, 6, 6 - ペンタメチルヘプタン含有量が95質量%以上）は、沸点が177 、引火点が48 程度と低く火気の取扱いに注意が必要であり、かつ臭気が強い。一方、引火点が70 を超えると乾燥性が悪くなり、感触が重くなることある。

【0013】

本発明におけるパラフィン混合物は、2, 2, 4, 6, 6 - ペンタメチルヘプタン（以下、イソドデカンとも言う。）の含有量が10質量%未満であり、好ましくは8質量%未満であり、さらに好ましくは5質量%未満である。混合物中のイソドデカン含有量が10質量%以上になると、沸点が低下し安全性の面で好ましくなく、また臭気が強くなり、毛髪に対する使用感が低下するので、化粧品等の原料としての使用が制限される。

【0014】

本発明におけるパラフィン混合物は、例えば下記の工程1～4を含む工程を経て製造することができる。

工程1) イソブチレンとノルマルブテンとの重合反応系から未反応成分および炭素数20以上の重合物を除去して、炭素数16以下のポリブテン混合物を得る工程。

工程2) 工程1で得られた炭素数16以下のポリブテン混合物を水素化して、炭素数16以下のパラフィン混合物を得る工程。

工程3) 工程2で得られた炭素数16以下のパラフィン混合物を吸着剤によって吸着処理して、鉄分を10ppm以下にする工程。

10

20

30

40

50

工程 4) 工程 3 で吸着処理された炭素数 16 以下のパラフィン混合物を減圧蒸留して、仕込み量に対し 15 質量%以上を留去する工程。

【0015】

上記工程 1 ~ 4 を順次説明する。

まず、工程 1 において用いられるイソブチレンとノルマルブテンとの重合反応系は、ナフサのクラッキングにより得られる留分の中の C4 留分であるイソブチレンとノルマルブテンの混合ガスを公知の方法、例えば触媒を用いたカチオン重合法によって得ることができる。したがって、イソブチレンとノルマルブテンとの重合反応系には、ポリブテン混合物（イソブチレンとノルマルブテンとの共重合体、イソブチレン（共）重合体、ノルマルブテン重合体からなる混合物であり、炭素数 8 以上の不飽和炭化水素の混合物）、未反応成分（前記混合ガスに含まれるイソブチレンやノルマルブテンなど）、触媒などが含まれる。

10

【0016】

ノルマルブテンには、1-ブテン、cis-2-ブテンおよびtrans-2-ブテンの異性体が存在する。イソブチレンとノルマルブテンの共重合体を得るための混合ガス組成は、イソブチレンが 15 ~ 80 質量%、1-ブテンが 10 ~ 40 質量%およびcis-2-ブテンおよびtrans-2-ブテンが合計で 10 ~ 60 質量%であることが好ましく、さらに好ましくは、イソブチレンが 15 ~ 70 質量%、1-ブテンが 15 ~ 40 質量%およびcis-2-ブテンおよびtrans-2-ブテンが合計で 15 ~ 60 質量%であり、特に好ましくは、イソブチレンが 15 ~ 60 質量%、1-ブテンが 15 ~ 40 質量%およびcis-2-ブテンおよびtrans-2-ブテンが合計で 15 ~ 40 質量%であり、殊に好ましくはイソブチレンが 20 ~ 50 質量%、1-ブテンが 18 ~ 25 質量%およびcis-2-ブテンおよびtrans-2-ブテンが合計で 18 ~ 40 質量%であり、より好ましくはイソブチレンが 20 ~ 33 質量%、1-ブテンが 18 ~ 25 質量%およびcis-2-ブテンおよびtrans-2-ブテンが合計で 18 ~ 25 質量%である。なお、当該混合ガスには、共重合反応に寄与しない成分、例えばイソブタンやブタンが含まれていても良い。

20

【0017】

カチオン重合法で使用される触媒としては、例えば、塩化アルミニウム、酸性イオン交換樹脂、硫酸、弗化ホウ素およびその錯体が挙げられる。また、前記触媒に塩基を加えることにより重合反応をコントロールすることも可能である。重合反応は、通常、40 ~ 120 で行われる。

30

【0018】

イソブチレンとノルマルブテンとの重合反応系には、上述のとおり、イソブチレンとノルマルブテンとの重合反応物であるポリブテン混合物や未反応成分などが含まれている。工程 1 においては、上記重合反応系から未反応成分および炭素数 20 以上の重合体を除去して、炭素数 16 以下のポリブテンの混合物を得る。除去方法としては、蒸留が好ましい。蒸留の方法としては、例えば、単蒸留法、連続蒸留法、水蒸気蒸留法および薄膜蒸留法が挙げられ、これらの方法を単独でまたは組み合わせて行なうことができる。蒸留に使用する装置は、その材質、形状および型式等、特に限定されず、例えば、ラシヒリング等の充填物を充填した蒸留塔や皿状の棚を有する棚段蒸留塔などが挙げられる。また蒸留塔の分離能を示す理論段数は 10 段以上が望ましい。その他、蒸留塔へのフィード量、還流比および取出し量の条件については、蒸留する装置により、適宜選択することが可能である。

40

【0019】

工程 2 においては、工程 1 で得られた炭素数 16 以下のポリブテン混合物を水素化して、ポリブテン水素化物、すなわちイソパラフィンを含む、炭素数 16 以下のパラフィンの混合物を得る。工程 1 で得られた炭素数 16 以下のポリブテンは、重合末端に二重結合を残しているため、長期保存すると、着色等の劣化を引き起こす。それを解決するため、工程 2 にて水素化反応させて水素添加物とする。水素化反応は、例えば、180 ~ 230

50

の温度でニッケルやパラジウム等を水素化触媒として用い、水素を2～10MPaの圧力で接触させて行なうことができる。本発明におけるパラフィン混合物を得るための水素化の程度としては、ヨウ素価で10以下が好ましい。より好ましい水素化の程度はヨウ素価で1以下、さらに好ましい水素化の程度はヨウ素価で0.1以下である。ヨウ素価が10を超えると、熱および光による酸化が進行し易くなり、臭気発生の原因となり易い。

#### 【0020】

工程2で得られた炭素数16以下のパラフィン混合物には、水素化反応で使用する触媒中に含まれる微量金属化合物や、触媒の酸性度が高いことによる反応装置の腐食で発生した鉄分等の微量金属が混入することがある。これらの微量金属は、パラフィン混合物の臭気や保存安定性に悪影響を与える。微量金属の中でも特に鉄分の混入は、本発明におけるパラフィン混合物を得るための後工程の蒸留操作での反応で、臭気をよりいっそう悪化させ、不快臭を与える原因となる。したがって、着色や臭気を抑制する目的で、工程3において、炭素数16以下のパラフィン混合物を吸着剤によって吸着処理する。

10

#### 【0021】

吸着剤としては、無機および有機系の吸着剤が用いられ、例えば、クレー、カオリン、タルク、炭酸カルシウム、珪藻土、ゼオライト、ベントナイト、酸性白土、活性白土、パーミキュライト、シリカゲル、モレキュラーシーブ、および活性炭が用いられ、特に活性白土、クレーが有効である。これら吸着剤は1種または2種以上を用いることができる。吸着剤は、単に、水素化反応触媒由来の微量金属および鉄分を物理的に除去するだけでなく、水素化における高温により生じる微量分解および副生した低分子酸化物の除去にも有効であり、蒸留後の製品の経時安定性維持にさらに有効である。使用する吸着剤の粒経は特に限定されないが、一種の吸着剤を使用する場合には、粒経の異なる2種以上の吸着剤を組み合わせるのが好ましい。吸着剤の組合せは、吸着剤を充填するカラム内の圧力の分散と効率的な処理に応じて適宜選択される。使用する吸着剤が2種以上の場合、粒径が相対的に最も小さいものをカラム容積に対し50～80容量%充填することが製造の面でより効果的である。

20

#### 【0022】

工程3で吸着処理されたパラフィン混合物は、低引火点でかつ不快な臭いを有するイソドデカン含有している。そのため、工程4においては、工程3で吸着処理された炭素数16以下のパラフィン混合物を減圧蒸留して、この減圧蒸留を行なう前の仕込み量に対し15質量%以上、好ましくは25質量%以上を留去する。なお、パラフィン混合物の引火点の低下を抑える観点から、留去率は、減圧蒸留を行なう前の仕込み量に対し40質量%以下が好ましく、35質量%以下がさらに好ましい。

30

#### 【0023】

減圧蒸留における蒸留に際しては、前述の工程1に記載した蒸留方法、蒸留装置を採用することができる。蒸留条件は、容器内の液温度が50～180、好ましくは100～180であり、容器内圧が0.5～80kPa、好ましくは5～80kPaである。本工程の蒸留工程により、パラフィン混合物中に含まれるイソドデカンやその他の低沸点物（炭素数8の飽和炭化水素など）を留去することができる。

以上の工程1～4を含む工程を経て、炭素数が12～16であるイソパラフィンを含むパラフィン混合物を製造することができる。

40

#### 【0024】

上記パラフィン混合物からなる本発明の毛髪化粧品用揮発性油は、毛髪に対する化粧品や洗浄料に用いられる固形および液状の基材として使用することができる。

#### 【0025】

本発明の毛髪化粧品用揮発性油を毛髪化粧品に用いる際には、毛髪化粧品用揮発性油の含有量を適宜選択することができる。特に、本発明の毛髪化粧品用揮発性油が有する効果を顕著に表わせる場合、例えば揮発性を向上させたり、他の化粧品基材の希釈性や相溶性を改善させたりする場合、その使用目的によっても配合量は異なるが、本発明の毛髪化粧品用揮発性油を化粧品組成物中に5～90質量%、好ましくは10～70質量%配合させ

50

る。

【0026】

本発明の毛髪化粧品用揮発性油が配合された毛髪化粧品には、助剤および添加剤、例えば、界面活性剤、更なる油成分、保湿剤、真珠光沢ワックス、粘稠剤、増粘剤、過脂肪剤、安定剤、水溶性および油溶性ポリマー、脂肪、ワックス、レシチン、リン脂質、生物起源活性物質、紫外線吸収剤、紫外線散乱剤、有機および無機顔料、酸化防止剤、消臭剤、美白剤、制汗剤、育毛剤、鎮痛消炎剤、血行促進剤、フケ防止（フケ取り）剤、フィルム形成剤、膨潤剤、防虫剤、チロシナーゼ阻害剤（色素脱失剤）、ヒドロトロープ、可溶化剤、防腐剤、香油、着色剤、pH調整剤、キレート剤を加えることもできる。

【0027】

本発明の毛髪化粧品用揮発性油が配合された毛髪化粧品は、様々な剤形に適用することができ、例えば液状、クリーム状、エマルジョン状、ゲル状、ムース状等の使用形態で提供することができ、エアゾールヘアスプレー、ポンプ式ヘアスプレー、フォーム状ヘアスプレー、ヘアミストセットローション、ヘアスタイリング、ヘアオイル等のセット商品、並びにシャンプー、リンス、パーマメント液、ヘアトリートメント等のコンデショニング機能付与商品等として用いるのに有用である。

このような毛髪化粧品は乳化や混合によっても製造することができ、例えば、ホモジナイザー、ホモミキサー、ミル等の攪拌機を用いて、あるいは高圧や超音波等の他の原理を応用した攪拌機を用いて乳化や混合を行なうことができる。

【実施例】

【0028】

以下、実施例および比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。各例における各種物性値については、下記に示す方法によって測定した。

【0029】

<ヨウ素価>

JIS K 0070のヨウ素価試験方法に準じる。

<沸点範囲>

JIS K 2254の蒸留試験方法に準じる。

<引火点>

JIS K 2265の密閉式引火点測定法に準じる。

【0030】

<数平均分子量>

島津製GPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）測定装置を用いて数平均分子量（ポリスチレン換算）を測定した。

【0031】

<イソドデカン含有量分析方法>

標品としてイソドデカンを用いて島津製GC-14Bガスクロマトグラフィー分析により溶出位置を確認し、その溶出位置に相当する化合物の含有量を測定した。

・ガスクロマトグラフィー分析条件

カラム：無極性キャピラリカラム、0.55mm、30m、5μm

温度：80 ~ 250、10 / minにて昇温分析

【0032】

〔実施例1〕

下記の工程1~4を経て、パラフィン混合物からなる毛髪化粧品用揮発性油を製造した。

イソブチレン30質量%、1-ブテン18質量%および2-ブテン25質量%を含む炭素数4のオレフィン混合ガスと、残り27質量%のブタンガスとからなる混合ガス360gをオートクレーブに仕込み、塩化アルミニウム触媒の存在下に重合反応を行なって、イソブチレンとノルマルブテンとの重合反応系を得た。

【0033】

10

20

30

40

50

## (工程 1)

反応終了後のオートクレーブ中の未反応ガスを窒素ガス置換により除去した後に、重合反応混合物であるポリブテン混合物を抜き出した。そして触媒を苛性アルカリ水溶液処理および水洗工程によって除去した。次に、水洗後のポリブテン混合物を 1 L 容の四つ口フラスコに仕込み、オイルバスによって加熱し、内温 40 で窒素バブリングによりポリブテン混合物中に溶解している未反応ガス成分を除去した後、内温 140、減圧度 5 kPa で単蒸留した。これにより、炭素数 20 以上の重合物を蒸留残渣としてフラスコ中に残して、炭素数 16 以下のポリブテン混合物が得られた。このポリブテン混合物は、数平均分子量が約 185 であった。

## 【0034】

10

## (工程 2)

このポリブテン混合物をオートクレーブ中で、水素化触媒 (0.5% Pd 担持アルミナ触媒) 10 質量% により水素圧 3 MPa、220 で水素添加して、160 g のパラフィン混合物を得た。パラフィン混合物は、ヨウ素価が 0.1 であり、数平均分子量が約 180 であった。

## 【0035】

## (工程 3)

外径 4 cm、長さ 30 cm のガラス筒に、アタパルガスクレーと活性白土を 50 : 50 の体積比で、アタパルガスクレーを先に充填し、ついで活性白土を充填して吸着カラムとした。工程 2 で得られたパラフィン混合物を吸着カラム下部より毎分 1 ml の流速、25 で連続的に送液して、触媒由来および装置材質由来の微量金属化合物の吸着処理を行なった。

20

## 【0036】

## (工程 4)

15 段のオールダーショー棚段精留塔のボトム容器に、工程 3 で得られた吸着処理後のパラフィン混合物を 150 g 仕込み、オイルバスにつけ容器内の液温度が 110 になるまで乾燥窒素ガスによりバブリングを行い空気との接触を避けて加熱した。容器内の液温度が 110 に達したら、減圧下 (10 kPa) で還流比を 10、蒸留の流出温度を 95 として減圧蒸留を 8 時間行い、仕込み全量の 25 質量% を留去した。その後、再び乾燥窒素ガスを減圧下バブリングしてボトム容器内の液状物を冷却して、112.5 g のパラフィン混合物を得た。このパラフィン混合物中の 2, 2, 4, 6, 6 - ペンタメチルヘプタン (イソドデカン) 含有量は、2 質量% であった。

30

## 【0037】

## 〔実施例 2〕

工程 4 において、仕込み全量の 18% を留去した以外は、実施例 1 と同様に操作を行って 123 g のパラフィン混合物からなる毛髪化粧品用揮発性油を得た。このパラフィン混合物中の 2, 2, 4, 6, 6 - ペンタメチルヘプタン (イソドデカン) 含有量は、8 質量% であった。また、このパラフィン混合物の沸点範囲は、185.0 ~ 212.1 であった。

## 【0038】

40

実施例 1 で得られたパラフィン混合物からなる毛髪化粧品用揮発性油の沸点、揮発性、毛髪に塗布した際の使用感を、揮発性を有する従来の各種化粧品用オイルと比較して、表 1 にまとめた。

## 【0039】

なお、表 1 中の揮発性の順序は、直径 110 mm のろ紙に試料をそれぞれ 0.1 g 展延させ、2 時間で乾燥する質量を測定した。完全に乾燥し質量が 0 g になる速さが早い順から順位を付けた。

## 【0040】

毛髪に対する塗布使用感は 10 人のパネラーにより官能評価した。毛髪塗布使用感では、健康な中国人の毛髪の毛束 1 g を使用し、各試料の適量を取り、それぞれ手で塗布した

50

。【 0 0 4 1 】

【 表 1 】

表 1 各種化粧用オイルの比較評価

|                         | 沸点<br>(°C)    | 揮発性の順序 | 毛髪塗布使用感                             |
|-------------------------|---------------|--------|-------------------------------------|
| 実施例1の<br>毛髪化粧料<br>用揮発性油 | 187.5-<br>205 | 2      | 軽くサラサラ感が持続し、<br>かつ毛髪にまとまり感を与<br>える。 |
| イソドデカン<br>(注1)          | 177           | 1      | 軽い感触だが蒸発と共にき<br>しみ感あり。              |
| 環状シリコ<br>ーン(注2)         | 210           | 3      | 滑らかな感触、しかし単<br>独使用では持続性に乏しい。        |
| 水添ポリブ<br>テン(注3)         | 220-250       | 4      | 残油感あり。                              |

10

【 0 0 4 2 】

(注1) 丸善石油化学(株)製「マルカゾールR」

20

[炭素数12、引火点48、イソドデカン含量95質量%以上]

(注2) 東レダウコーニング(株)製「SH-245」[引火点77]

(注3) 日油(株)製、水添ポリブテン：パールリーム4

[炭素数16、沸点範囲220~252.5、引火点88、イソドデカン含量0質量%]

【 0 0 4 3 】

表1に示すとおり、実施例1に係る本発明の毛髪化粧料用揮発性油は、環状シリコーンよりも揮発性に優れるだけでなく、オイル単独の使用感において優れ、以下に示すその他の特性についても良好であることが確認された。次に、毛髪化粧料用揮発性油としての毛髪に対する各種特性を評価した結果を示す。

30

【 0 0 4 4 】

実施例1、2で製造した、パラフィン混合物からなる毛髪化粧料用揮発性油を用いて、次に示す各種特性のオイル処理なしのブランクとの比較評価を行った。比較例として、環状シリコーンオイル、イソドデカンおよび水添ポリイソブテンも同様に評価した結果を併せて表2に示す。

【 0 0 4 5 】

[すべり性評価]

本発明の毛髪化粧料用揮発性油を用いて、以下に示す方法により摩擦係数を測定して、毛髪塗布時のすべり性の改善を評価した。

すべり性評価(ブリーチ処理毛に対する各試料処理後の改善効果)方法

40

(評価)MIU(抵抗値:μ):毛髪表面の摩擦抵抗

(測定装置)摩擦感テスター(カトーテック(株)製)使用

(測定条件)測定環境20、湿度40%、恒温恒湿室、測定毛髪量:10本、接触子:シリコンラバー、荷重量:25gf

(使用毛髪)購入した健常人毛をブリーチしたもの

(各種オイル塗布と試験準備)

(1)人毛束より1本採取し、人差し指の腹に各試料をスポイトで1滴落とし親指をあわせなじませる。

(2)採取した毛髪を人差し指と親指で毛髪を挟み根元から毛先に向かって試料でコートする。

50

(3) 試料コートした後、余分に付着した試料を紙製のウエス(商品名:キムワイブ)で拭きとる。オイル塗布した毛髪を顕微鏡測定用のスライドガラス上に、両面テープを使用し1mm間隔で同様に処理した10本の毛髪を並べて貼りつけたものを測定試料とする。

(判定) オイル未処理毛の摩擦係数を100%として各試料処理後のすべり性を評価した。オイル未処理毛(ブランク)に対する改善効果があれば100より低い値となる。

【0046】

〔毛髪引張強度〕

(測定装置) 株式会社レオテック、FUDOH レオメーター-RTC

(測定条件) 測定環境: 25 恒温室内

(使用毛髪) 健常人毛

(各種オイル塗布と試験準備)

予め恒温質に測定に必要なブリーチしていない健康な毛束を1日置く。

(1) 人毛束より1本採取し、人差し指の腹に各試料をスポイトで1滴落とし親指をあわせなじませる。

(2) 採取した毛髪を人差し指と親指で毛髪を挟み根元から毛先に向かって試料でコートする。

(3) 試料コートした後、余分に付着したオイルを紙製のウエス(商品名:キムワイブ)で拭きとる。

(4) 人毛10本に各試料を処理後、毛髪直径をダイアメーターで測定する。

(5) 装置の治具に毛髪を固定し、固定した台座を下げることにより荷重をかける。

(6) 荷重により毛髪が破断する際の荷重を記録する。

(判定) オイル未処理毛(ブランク)の引張強度を100%として各試料処理後の引張強度を評価した。ブランクに対する改善効果があれば100%より高い値となる。

【0047】

〔キューティクル補修能〕

(測定装置) 走査電子顕微鏡、日本電子製、JSM-7400F

(1) ブリーチ処理した毛髪1本に、各試料を人差し指の腹に0.1ccを落とし親指ですり合わせて、毛髪を人差し指と親指でつまみ毛根側から毛先方向に塗布した。同様の処理をそれぞれ5本の毛髪に行った。

(2) 余分なオイルを軽くふき取り蒸留水で洗い流し、乾燥1時間後に、所定操作を行い走査電子顕微鏡測定を行った。

(判定) 約400倍で観察してキューティクルが補修されているか目視で判断した。

補修されていれば「○」、補修が不完全であれば「△」、補修効果が認められないときは「×」で示した。

【0048】

10

20

30

【表 2】

表2 各種毛髪特性評価結果

| 例   | 番号 | 各試料処理   | すべり性 (%) | 引張り強度 (%) | キューティクル補修能 |
|-----|----|---|----------|-----------|------------|
| 実施例 | 1  | オイルなし処理(ブランク)                                     | 100      | 100       | —          |
|     | 2  | 毛髪化粧品用揮発性油(2, 2, 4, 6, 6-ペンタメチルヘプタン含有量が2質量%)      | 63       | 145       | ○          |
| 比較例 | 1  | 毛髪化粧品用揮発性油(2, 2, 4, 6, 6-ペンタメチルヘプタン含有量が8質量%)      | 62       | 140       | ○          |
|     | 2  | 環状シリコーンオイル <sup>(注1)</sup>                        | 83       | 120       | △          |
|     | 3  | イソドデカン <sup>(注2)</sup><br>水添ポリブテン <sup>(注3)</sup> | 78       | 125       | △          |
|     |    |   | 81       | 165       | ○          |

10

20

30

## 【0049】

(注1) 東レダウコーニング(株)製「SH-245」[引火点77]

(注2) 丸善石油化学(株)製「マルカゾールR」

[炭素数12、引火点48、イソドデカン含量9.5質量%以上]

(注3) 日油(株)製、水添ポリブテン：パールリーム4

[炭素数16、沸点範囲220~252.5、引火点88、イソドデカン含量0質量%]

40

## 【0050】

本発明の毛髪化粧品用揮発性油は、揮発性や毛髪に塗布した際の使用感に優れるだけでなく、表2に示す評価結果より、従来の各種化粧品用オイルよりも、すべり性、引張強度およびキューティクル補修能のヘアケア特性にも優れていることが明らかである。したがって、本発明の毛髪化粧品用揮発性油を毛髪化粧品に配合することによって、これらの効果に優れる毛髪化粧品が得られる。

50