

(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2010-1265

(P2010-1265A)

(43) 公開日 平成22年1月7日(2010.1.7)

(51) Int. Cl.		F 1		テーマコード (参考)	
A 6 1 K	8/81	(2006.01)	A 6 1 K	8/81	4 C 0 8 3
A 6 1 K	8/34	(2006.01)	A 6 1 K	8/34	
A 6 1 Q	5/10	(2006.01)	A 6 1 Q	5/10	
A 6 1 Q	5/06	(2006.01)	A 6 1 Q	5/06	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2008-163002 (P2008-163002)	(71) 出願人	500315884
(22) 出願日	平成20年6月23日 (2008. 6. 23)		株式会社ナンバーズリー
			大阪府茨木市小川町4番16号
		(74) 代理人	110000796
			特許業務法人三枝国際特許事務所
		(72) 発明者	江村 かよ子
			大阪府茨木市小川町4番16号 株式会社
			ナンバーズリー内
		Fターム(参考)	4C083 AB011 AB032 AB051 AC061 AC102
			AC152 AC302 AC542 AC792 AD091
			AD092 BB24 BB33 CC36 EE01
			EE06 EE07 EE26 FF05

(54) 【発明の名称】 酸性染毛料組成物の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 染着性かつ操作性に優れた新規な酸性染毛料組成物を製造する方法の提供。

【解決手段】 酸性染毛料組成物の製造方法であって、以下の工程：（１）有機溶剤にアニオン性ポリマーを溶解する工程、及び（２）その後、精製水、酸及び酸性染料を工程（１）で得られた溶液に混合する工程を含む方法。アニオン性ポリマーとしては、例えばカルボキシビニルポリマーが；酸としては乳酸、クエン酸、グリコール酸等が；有機溶剤としては、エタノール、ベンジルアルコール等が用いられる。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

酸性染毛料組成物の製造方法であって、以下の工程：

(1) 有機溶剤にアニオン性ポリマーを溶解する工程、及び

(2) その後、精製水、酸及び酸性染料を工程(1)で得られた溶液に混合する工程を含む方法。

【請求項 2】

アニオン性ポリマーが、アルキル変性カルボキシビニルポリマー、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸またはその塩からなる群から選択される少なくとも1種である、請求項1に記載の方法。

10

【請求項 3】

アニオン性ポリマーの配合量が、0.01～10重量%である、請求項1又は2に記載の方法。

【請求項 4】

有機溶剤が1種以上のアルコールである、請求項1～3のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】

請求項1～4のいずれかに記載の方法で得られる、酸性染毛料組成物。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

20

【0001】

本発明は、毛髪を染色するための酸性染毛料に使用される酸性染毛料組成物の新規な製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

毛髪用染毛料が粘性の低い液である場合、染毛料が頭皮や顔にたれてしまい頭皮や顔が汚れてしまうため、毛髪用染毛料にはある程度の粘性を持たすことが必要である。そこで、一般的な酸性染毛料組成物においては、操作性向上のための増粘剤としてアニオン性ポリマーが使用されている。このアニオン性ポリマーは酸性環境では解離を起こしナトリウムイオンを発生させて染着を阻害するため、通常、精製水に溶解させ、膨潤したところでアルカリ剤によって中和して用いる(特許文献1参照)。

30

【0003】

しかしながら、アニオン性ポリマーを増粘剤として使用した場合、添加するアルカリ剤のせいで染色性が低下する等といった問題がある。すなわち、酸性染毛料には酸性染料が使用されており、酸性染料は酸性領域で染色性が向上するが、アルカリ剤を配合するとpHが上がり、毛髪への染着性が損なわれていた。

【0004】

そこで、アニオン性ポリマーを用いながらも、酸性染料の染着性を損なうことなく、かつ優れた操作性を呈する酸性染毛料組成物を製造するための技術が必要とされていた。

【特許文献1】特開2002-179538号公報

40

【発明の開示】**【発明が解決しようとする課題】****【0005】**

本発明はこのような従来の事情および最近の動向に対処してなされたもので、アルカリ剤を配合しなくとも、操作性が良く、染色性が著しく向上した酸性染毛料組成物を製造する方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】**【0006】**

上記課題を解決するために本発明者らは研究を重ねた結果、アニオン性ポリマーを有機溶媒に溶解し、その後に精製水等を配合することにより、操作性及び染色性の優れた酸性

50

染毛料組成物が得られることを見出した。この知見に基づいて、本発明者らはさらに研究を重ねて本発明を完成するに至った。

【0007】

すなわち本発明は、以下の通りである。

項1．酸性染毛料組成物の製造方法であって、以下の工程：

(1) 有機溶剤にアニオン性ポリマーを溶解する工程、及び

(2) その後、精製水、酸及び酸性染料を工程(1)で得られた溶液に混合する工程を含む方法。

項2．アニオン性ポリマーが、アルキル変性カルボキシビニルポリマー、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸またはその塩からなる群から選択される少なくとも1種である、項1に記載の方法。

項3．アニオン性ポリマーの配合量が、0.01～10重量%である、項1又は2に記載の方法。

項4．有機溶剤が1種以上のアルコールである、項1～3のいずれかに記載の方法。

項5．項1～4のいずれかに記載の方法で得られる、酸性染毛料組成物。

【発明の効果】

【0008】

本発明においては、アニオン性ポリマーを有機溶媒に溶解し、その後に精製水等を配合することにより、長期間にわたり粘度が安定で、操作性に優れ、染色性が向上し、高いコンディショニング効果を有する酸性染毛料組成物を得ることが可能になった。従来の製造方法では、カルボキシビニルポリマーを水に溶解し、アルカリ剤で中和した後に酸性にすると、解離を起こしてナトリウムイオンが発生し、その存在のために染色性を阻害していたが、本発明の製造方法によれば、そのような解離が起こることもなく、染色性は著しく向上するという利点がある。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明の酸性染毛料組成物の製造方法における工程を以下に詳しく説明する。

<工程(1)>

工程(1)は、有機溶剤にアニオン性ポリマーを溶解する工程である。

【0010】

本発明の工程(1)において配合されるアニオン性ポリマーとしては、染毛料の増粘性付与に使用されるものであれば特に限定されないが、例えば、アルキル変性カルボキシビニルポリマー、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸またはその塩等が挙げられる。なかでもカルボキシビニルポリマーが好ましく例示される。

【0011】

これらは市販のものを容易に入手することができ、その一例を示すと：カルボキシビニルポリマーとしては、例えば、カーボポール934、940、941（いずれもグッドリッチ社製）、アクベックHV-505（住友精化製）、ハイビスワコー104、105（いずれも和光純薬株式会社製）等が挙げられ、またアルキル変性カルボキシビニルポリマーとしては、PEMULEN TR-1、PEMULEN TR-2（グッドリッチ社製）等が挙げられる。

【0012】

本発明の酸性染毛料組成物には、これらのアニオン性ポリマーを、最終的に得られる組成物全体の0.01～10重量%、好ましくは0.1～6.0重量%で配合する。配合量が0.01～10重量%の範囲であれば、粘度安定性が十分にあり、操作性も良好なため、好ましい。

【0013】

上記アニオン性ポリマーを溶解するための有機溶剤としては、特に限定はされず、芳香族アルコール、低級アルコール、多価アルコール等を使用できる。例えば、芳香族アルコールとしては、ベンジルアルコール、フェニルプロパノール、2-フェニルエチルアルコール、ジメチルベンジルカルビノール、 α -メチルベンジルアルコール、フェネチルアル

10

20

30

40

50

コール、2-ベンジルオキシエタノール、フェノキシエタノール、p-アニシルアルコール、2-ベンジルオキシアルコール、ケイ皮アルコール等が挙げられ；低級（1～5）アルコールとしては、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、ブチルアルコール等が挙げられ；また、多価アルコールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、イソプレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ジプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等が挙げられる。さらに、N-メチルピロリドン等のN-アルキルピロリドン類を用いてもよい。なかでもベンジルアルコール、エタノール、N-メチルピロリドン等が好ましく例示される。

【0014】

これらの有機溶剤のうち1種または2種以上を、酸性染毛料組成物全体の1～50重量%、好ましくは5～40重量%となるように配合する。配合量が1～50重量%の範囲であれば、十分な染着効果が発揮されるため、好ましい。

【0015】

工程（1）における、好ましい有機溶剤とアニオン性ポリマーの組み合わせとしては、ベンジルアルコール及び／又はエタノールとカルボキシビニルポリマーとの組み合わせ；あるいはベンジルアルコール、エタノール及びN-メチルピロリドンから選択される少なくとも1種とカルボキシビニルポリマーとの組み合わせ等が挙げられ、より好ましくは、ベンジルアルコール及びベンジルアルコールとカルボキシビニルポリマーとの組み合わせが挙げられる。ベンジルアルコール及びベンジルアルコールを有機溶剤として併用する場合は、ベンジルアルコール：エタノールを、通常、1：5～5：1程度の比率で配合する。

【0016】

また、有機溶剤とアニオン性ポリマーの重量比率は、有機溶剤100に対してポリマーが0.5～30.0となるように配合するのが好ましく、より好ましくは2.0～20.0となるように配合する。

【0017】

このようにして得られる、アニオン性ポリマーを溶解した有機溶剤は、そのまま次の工程に供される。

【0018】

<工程（2）>

工程（2）は、精製水、酸及び染料を工程（1）で得られた溶液に混合する工程である。

【0019】

本発明の工程（2）において、酸性染毛料組成物に配合される酸としては、酸性染毛料組成物に使用されるような酸であれば特に限定されないが、例えば、乳酸、クエン酸、グリコール酸、酒石酸、レブリン酸、リンゴ酸、酢酸等の有機酸及びリン酸、塩酸等の無機酸等が挙げられ、配合量は組成物のpHが1.5～4.0、好ましくはpH2.5～3.0の強酸性領域になるように配合する。1.5より低いと染料の安定性や皮膚への刺激の面から好ましくなく、4.0より大きいと十分な染着力が得られないため、pHが1.5～4.0であることが好ましい。

【0020】

本発明の酸性染毛料組成物に配合される酸性染料としては、人体に対して有害な作用を示さない医薬品、医薬部外品及び化粧品の着色に使用することが許可されている染料が好ましく、「医薬品等に使用する事の出来るタール色を定める省令」に掲示されている法定色素が極めて有効であって、これらの1種又は2種以上を配合することができる。

【0021】

より具体的には、酸性染料として染毛料に使用されているものが広い範囲で使用できるが、特に好ましいものとしては、青色1号等のトリフェニルメタン染料、だいたい色205号等のアゾ染料、黄色203号等のキノリン染料、赤色106号等のキサンチン染料、青色2号等のインジゴ染料、紫色401号等のアントラキノン染料、黄色403号の（1）等のニトロ系染料等があげられる。

10

20

30

40

50

【0022】

上記染料の配合量としては、通常配合されている配合量であれば特に限定されないが、例えば、酸性染毛料組成物全体に対して、0.1～5重量%、好ましくは0.15～3重量%の量で配合されるのがよい。

【0023】

工程（2）においては、精製水、酸及び酸性染料を配合する順序や手順に特に限定はなく、全て同時に配合してもよく、また、精製水を先に配合して、その後酸及び酸性染料を順番に配合してもよい。

【0024】

<その他>

本発明の製造方法においては、上記工程（1）及び（2）によって得られる酸性染毛料組成物に、上記成分の他、通常酸性染毛料に用いられる他の成分も本発明の効果を妨げない限り、適宜配合することが可能である。他の成分を配合する場合、上記工程（1）及び（2）の後に配合するのが好ましい。

【0025】

配合可能な成分としては、例えば、上記の有機溶媒以外の可溶化剤、分散剤、増粘剤、コンドロイチン硫酸塩、ヒアルロン酸塩、ジグリセリン、ソルビトール、マルチトール、ピロリドンカルボン酸、ラクトース、オリゴ糖等を本発明酸性染毛料組成物に配合することができる。

【0026】

また、例えばラノリン、スクワラン、流動パラフィン、ワセリン、高級脂肪酸、トリグリセライド、エステル油等の油性成分も配合することができる。

【0027】

さらに必要であれば、本発明の製造方法においては、染毛料の効果、安定性、pHを損なわない範囲で、上記成分の他に、シリコーン類、動植物抽出物、紫外線吸収剤、殺菌剤、酸化防止剤、防腐剤、キレート剤、香料等を配合することも可能である。

【0028】

なお、本発明の製造方法においては、中和剤としてアルカリ剤を使用する必要は必ずしもなく、むしろアルカリ剤を添加しない方が染着性が向上するため好ましい。よって、本発明の好ましい実施態様においては、染着性やpHに影響を及ぼさない範囲を超える量のアルカリ剤は添加されない。

【0029】

本発明の製造方法によって得られる酸性染毛料組成物は操作性に優れ、頭髮に塗布する際に垂れ落ちなどを起こさない程度の粘度を有している。具体的には、本発明によって得られる組成物の粘度は、通常5000mPa・s～35000mPa・sであり、好ましくは8000mPa・s～25000mPa・sである。ここで粘度とは、B型粘度計（BROOKFIELD社製）を使用し、20℃にて5分間6号ロータを20rpmで回転させた後に測定したものとす

【0030】

本発明には、上記製造方法によって得られた酸性染毛料組成物も包含される。

【0031】

本発明によって得られる酸性染毛料組成物は、酸性染毛料組成物が一般的に用いられ得るあらゆる形態に用いることができる。例えば、半永久染毛料、一時染毛料、白髪染め用染毛料、お洒落染め染毛料、リンス・染毛兼用染毛料等の形態を採ることができる。

【0032】

本発明によって得られる酸性染毛料組成物は、従来の酸性染毛液と同様の方法、例えば、アプリケーション（容器から直接頭髮に塗布する方法）式や、ハケ塗り（ハケで頭髮に塗布する方法）式や、くし、ブラシ塗り（くし、ブラシに染毛料を取り塗布する方法）等を使用できる。このような所望する使用形態に応じた剤型に適宜調製することができる。例えば、液状、クリーム状、ジェル状、スプレー、ムース、スティック等の形態で調製し得

10

20

30

40

50

る。

【実施例】

【0033】

以下に実施例を挙げて、本発明をより具体的に説明する。ただし、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0034】

[評価方法]

酸性染毛料組成物の製造

(実施例1～7)

ベンジルアルコール及びエタノールにカルビキシビニルポリマー（アクペック HV-505、住友精化社製）を溶解し、その後、精製水、酸（乳酸、クエン酸またはグリコール酸）及び染料（紫色401号）を添加することにより酸性染毛料組成物を得た。各成分の配合量は表1に示す。なお、各染毛料組成物のpHは、pH2.5～3.0に調整した。

10

(実施例8)

ベンジルアルコール及びエタノールにカルビキシビニルポリマー（アクペック HV-505、住友精化社製）を溶解し、その後、精製水、酸（乳酸、クエン酸またはグリコール酸）及び染料（紫色401号）を添加し、最後に水酸化ナトリウムを添加することにより酸性染毛料組成物を得た。各成分の配合量は表1に示す。なお、染毛料組成物のpHは、pH2.5～3.0に調整した。

20

【0035】

【表 1】

配合成分	実施例							
	1	2	3	4	5	6	7	8
ベンジルアルコール	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	5.00	10.00
エタノール	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	15.00	10.00
紫色401号	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
カルボキシビニルポリマー	3.00	4.00	5.00	6.00	4.00	4.00	4.00	4.00
乳酸	適量	適量	適量	適量	-	-	適量	適量
クエン酸	-	-	-	-	適量	-	-	-
グリコール酸	-	-	-	-	-	適量	-	-
水酸化ナトリウム	-	-	-	-	-	-	-	0.25
精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	
pH	2.5～3.0に調整							
評価(染着性)	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	×
条件	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm
粘度	3480	12800	26400	31400	8000	10000	26600	9500
評価(垂れ落ち)	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎

【0036】

(比較例 1～3)

精製水にカルボキシビニルポリマー（アクベック HV-505、住友精化社製）を分

10

20

30

40

50

散し、そこへアルカリ剤（水酸化ナトリウム、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール（AMP）、又はモノエタノールアミン）を加えて中和することにより溶解した。その後、乳酸及び染料（紫色401号）を添加し、次いで、ベンジルアルコール及びエタノールを添加して、酸性染毛料組成物を得た。各成分の配合量は表2に示す。なお、各染毛料組成物のpHは、pH2.5～3.0に調整した。

（比較例4～5）

ベンジルアルコール及びエタノールに精製水、乳酸及び染料（紫色401号）を添加し、比較例4では次いで、水酸化ナトリウムを添加した。各成分の配合量は表2に示す。なお、各染毛料組成物のpHは、pH2.5～3.0に調整した。

（比較例6）

比較例6は、配合成分は比較例1と同じだが、製造方法が違う。比較例6の製造方法は、精製水にカルボキシビニルポリマー（アクベックHV-505、住友精化社製）を分散、溶解し、その後、ベンジルアルコール及びエタノール、酸（乳酸、クエン酸またはグリコール酸）及び染料（紫色401号）を添加し、最後に水酸化ナトリウムを添加して、酸性染毛料組成物を得た。各成分の配合量は表2に示す。なお、染毛料組成物のpHは、pH2.5～3.0に調整した。

【0037】

【表 2】

配合成分	比較例					
	1	2	3	4	5	6
ベンジルアルコール	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
エタノール	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
紫色401号	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
カルボキシビニルポリマー	4.00	4.00	4.00	-	-	4.00
水酸化ナトリウム	0.25	-	-	0.25	-	0.25
AMP	-	0.25	-	-	-	-
モノエタノールアミン	-	-	0.24	-	-	-
乳酸	適量	適量	適量	適量	適量	適量
精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部
pH	2.5～3.0に調整					
評価(染着性)	×	×	×	×	○	×
条件	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm	No.6, 20rpm			No.6, 20rpm
粘度	6700	8750	6000	×	×	6000
評価(垂れ落ち)	○	◎	○	×	×	○

【0038】

試験例

染着力試験

ヤク毛の毛束（スタッフス社製10cm～1g）に実施例1～8及び比較例1～6の各々を5g塗布し、45℃で15分間放置し、その後シャンプーを用いて洗髪し乾燥させる。この時、操作性と染着性を専門パネラー10名で評価した。

（染着性）

◎：染着性非常に良好

○：染着性良好

△：やや染着性劣る

×：かなり悪い

（操作性、塗りやすさ等）

10

20

30

40

50

- ◎：垂れ落ちない（非常に塗りやすい）
○：ほとんど垂れ落ちない（塗りやすい）
△：あまり垂れ落ちない（やや塗りにくい）
×：垂れ落ちやすい（塗りにくい）

染着性及び操作性の結果は、表 1 ～ 2 及び図 1 ～ 4 に示す。

粘度

各組成物（最終産物）の粘度は、B型粘度計（BROOKFIELD社製、20℃、6号ロータ、5分間、20rpm）を用いて測定した。

【0039】

〔結果〕

従来法、すなわち精製水にカルボキシビニルポリマーを分散し、アルカリ剤（水酸化ナトリウム）で中和した比較例 1－3 では、染着性の結果が悪かった。しかしながら、従来法においてアルカリ剤を添加しない場合は、染着性は改善されるものの操作性（垂れ落ち）が悪くなった（比較例 5）。また、カルボキシビニルポリマーを添加していない比較例 4 及び 5 においては、十分な粘度が得られず、操作性が非常に悪かった。

【0040】

さらに、実施例 8 では、本発明による方法手順に加えて最後に水酸化ナトリウムを添加しているが、実施例 1－7 と実施例 8 の結果を比較すると、本発明の方法においては、アルカリ剤を入れるとむしろ染着性が劣るため好ましくないことがわかった。

【0041】

粘度については、いずれの実施例においても操作性において問題のない粘度であり、また表中には示していないが、粘度変化率（実施例の酸性染毛料組成物を 45℃恒温槽中で 3ヶ月保存し、B型粘度計（20℃、6号ロータ、20rpm、5分後）を用いて、式：粘度変化率＝（保存前の粘度－保存後の粘度）／保存前の粘度×100で算出した）もいずれの実施例においても 13～21 の間で安定であることがわかった。

【0042】

以上より、本発明の方法により、長期間にわたり粘度が安定で、操作性かつ染着性が共に非常に優れた酸性染毛料組成物を得られることが示された。

【図面の簡単な説明】

【0043】

【図 1】図 1 は実施例 1－4 の染着性を示す写真である。

【図 2】図 2 は実施例 5－8 の染着性を示す写真である。

【図 3】図 3 は比較例 1－4 の染着性を示す写真である。

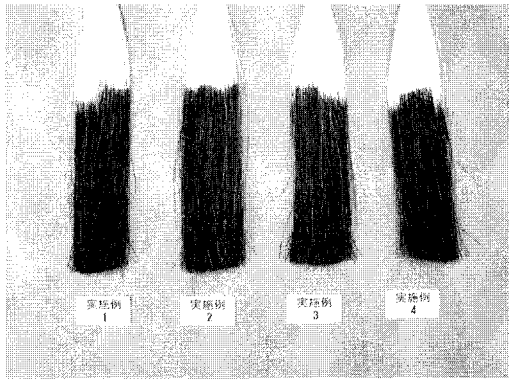
【図 4】図 4 は比較例 5－6 の染着性を示す写真である。

10

20

30

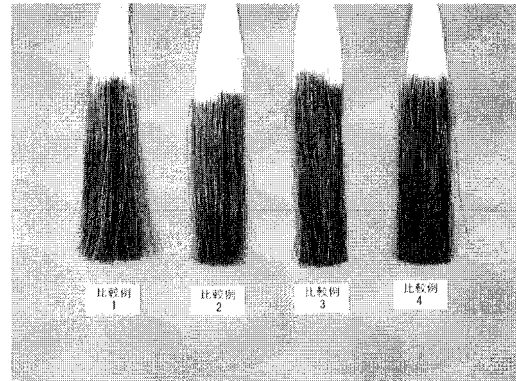
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【図 4】

