

(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2015-110538

(P2015-110538A)

(43) 公開日 平成27年6月18日(2015.6.18)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>A 6 1 K</b> 8/891 (2006.01)	A 6 1 K 8/891	4 C 0 8 3
<b>C 0 8 L</b> 83/04 (2006.01)	C 0 8 L 83/04	4 J 0 0 2
<b>C 0 8 L</b> 83/08 (2006.01)	C 0 8 L 83/08	
<b>C 0 8 L</b> 71/02 (2006.01)	C 0 8 L 71/02	
<b>C 0 8 K</b> 5/20 (2006.01)	C 0 8 K 5/20	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2013-253410 (P2013-253410)	(71) 出願人	500004955
(22) 出願日	平成25年12月6日 (2013.12.6)		旭化成ワッカーシリコン株式会社
			東京都千代田区神田錦町2-9
		(72) 発明者	仙石 文衣理
			茨城県筑西市向上野1500-3 旭化成
			ワッカーシリコン株式会社内
		(72) 発明者	五十嵐 憲二
			茨城県筑西市向上野1500-3 旭化成
			ワッカーシリコン株式会社内
		Fターム(参考)	4C083 AB051 AC072 AC182 AC302 AC431
			AC432 AC442 AC532 AC642 AC661
			AC662 AC692 AD071 AD072 AD151
			AD152 AD161 AD162 CC33 DD33
			DD35 EE01 EE06 EE28
			4J002 CH05Y CP03W CP09X DE027 EP016
			EP026 EP036 FD206 GC00 HA04

(54) 【発明の名称】 水中油型シリコンエマルジョン組成物

(57) 【要約】

【課題】

毛髪化粧料に用いた場合に、毛髪のダメージ部位に効率よく付着して感触効果を発揮でき、保存安定性に優れるシリコンエマルジョンを提供する。

【解決手段】

(A) N - アシルアミノ酸縮合物、(B) アミノ基を含有しないオルガノポリシロキサン及びアミノ変性オルガノポリシロキサン、(C) エチレンオキサイド付加モル数が60以上であるポリオキシエチレンヒマシ油及びまたはポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、(D) 水を含有する毛髪化粧料用水中油型エマルジョン組成物。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

(A) N - アシルアミノ酸縮合物、(B) 平均組成が一般式 (1) で表されるオルガノポリシロキサン及び平均組成が一般式 (2) で表されるアミノ変性オルガノポリシロキサン、(C) エチレンオキサイド付加モル数が 60 以上であるポリオキシエチレンヒマシ油及びまたはポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、(D) 水を含む毛髪化粧料用水中油型エマルジョン組成物。

式 (1)  $R^1_a SiO_{(4-a)/2}$

[ 式 (1) 中、 $R^1$  は炭素数 1 ~ 20 の 1 価の炭化水素基、もしくは水酸基、 $a$  は 1 . 8 ~ 2 . 2 ]

式 (2)  $R^1_a R^2_b SiO_{(4-a-b)/2}$

[ 式 (2) 中、 $R^1$  は炭素数 1 ~ 20 の 1 価の炭化水素基、もしくは水酸基、 $R^2$  は 1 または 2 個以上のアミノ基を含む炭素数 1 ~ 20 の 1 価の炭化水素基、 $a$  及び  $b$  は自然数で、 $a + b$  は 1 . 8 ~ 2 . 2、 $a / b$  は 15 ~ 600 である。 ]

## 【請求項 2】

(B) の一般式 (1) で表されるオルガノポリシロキサンは、(b1) 高重合オルガノポリシロキサンと (b2) 低重合オルガノポリシロキサンとからなることを特徴とする請求項 1 に記載のエマルジョン組成物。

## 【請求項 3】

(A) が 0 . 02 ~ 1 . 0 質量%、(B) が 10 ~ 60 質量%、(C) が 1 ~ 7 質量%で残部が水である請求項 1 または請求項 2 のいずれかに記載のエマルジョン組成物。

## 【請求項 4】

請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれかに記載のエマルジョン組成物を含む毛髪化粧料組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、油性成分としてオルガノポリシロキサンを含む、保存安定性に優れた毛髪化粧料用の水中油型エマルジョン組成物に関し、より詳しくは、毛髪に毛先まで均一に滑らかさを付与することが可能な毛髪化粧料用組成物に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来から、シリコーン類は、シャンプーやコンディショナー、ヘアトリートメント、ヘアリンス、ヘアパック、アウトバストリートメントなどの毛髪化粧料に対して、洗浄やすすぎの際のきしみ感をなくし、毛髪に滑らかな感触、及び乾燥後の櫛通り性、優れたまとまり性など、滑らかな感触を付与する目的で使用されている。このようなシリコーン類は、毛髪化粧料の配合成分の一つとして他の配合成分と共に混合して使用される場合もあるが、シリコーン類をあらかじめ水中油型のエマルジョンとしてから、他の配合成分と混合して使用する場合もある。エマルジョンとするのは、毛髪に対する効果が大きい高粘度のシリコーンを用いる場合に、他成分と直接混合することが難しい場合があることや、シリコーンをあらかじめ適当な粒子径としておくことで、シリコーン類の効果がより発揮されるためである。

## 【0003】

例えば、特許文献 1 では、高重合度シリコーンと低重合度のシリコーンとの混合物を乳化したシリコーンエマルジョンが提案されており、平均粒子径が 0 . 3  $\mu$  以上でありながら、保存安定性に優れたオルガノポリシロキサンのエマルジョンが提案されている。このエマルジョンは、毛髪化粧料に用いて、洗浄やすすぎの際のきしみ感をなくし、毛髪に滑らかな感触、及び乾燥後の櫛通り性、優れたまとまり性を付与することができるが、カラーリングや紫外線、ドライヤーの熱などでダメージを受けた毛髪に対しても、滑らかでしっとりした手触りを付与する効果については、さらなる改善の余地があった。

## 【 0 0 0 4 】

ダメージを受けた毛髪に対して、なめらかでしっとりした手触りを付与するために、使用するシリコーンとして、アミノ基を含有するシリコーンを併用することが知られている。例えば、特許文献 2 では、ノニオン系界面活性剤を用いて、低粘度のポリジメチルシロキサンと高粘度のポリジメチルシロキサンに更に N - ( 2 - アミノエチル ) - 3 - アミノプロピル基含有ポリジメチルシロキサンを加えたシリコーンの混合物を機械的に乳化し、毛髪化粧料に用いることが提案されている。しかしながら、このアミノ基を含有するシリコーンをノニオン系界面活性剤を用いて機械的に乳化する場合には、エマルジョンの粒子径が大きくなるためにエマルジョンの安定性に課題がある。安定なエマルジョンとするために得られるエマルジョンの粘度が高くなるような条件を選択する必要がある、取り扱い性が悪くなる点で改善の余地があった。

10

## 【 先行技術文献 】

## 【 特許文献 】

## 【 0 0 0 5 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 1 2 - 7 7 2 8 2 号 公 報

【 特許文献 2 】 特開 2 0 0 6 - 2 8 2 5 1 8 号 公 報

## 【 発明の概要 】

## 【 発明が解決しようとする課題 】

## 【 0 0 0 6 】

本発明は、毛髪化粧料として用いた場合、特に染毛剤やパーマ剤などの化学的な処理や、熱、紫外線及びコーミングなどにより、損傷を受けた部位（以下、「ダメージ部位」）に、効率よく付着し、毛先まで均一な柔らかさ及び指通りなどの感触効果を発揮でき、保存安定性に優れたシリコーンエマルジョンを提供することを目的とする。

20

## 【 課題を解決するための手段 】

## 【 0 0 0 7 】

本発明者らは、N - アシルアミノ酸縮合物の存在下に、シリコーン類を特定のヒマシ油あるいは硬化ヒマシ油のポリオキシエチレン付加物で乳化して水中油型エマルジョンとすることで課題を解決できることを見出し、本発明をなすに至った。すなわち、本発明は、

[ 1 ] ( A ) N - アシルアミノ酸縮合物、( B ) 平均組成が一般式 ( 1 ) で表されるオルガノポリシロキサン及び平均組成が一般式 ( 2 ) で表されるアミノ変性オルガノポリシロキサン、( C ) エチレンオキサイド付加モル数が 6 0 以上であるポリオキシエチレンヒマシ油及びまたはポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、( D ) 水を含有する毛髪化粧料用水中油型エマルジョン組成物。

30

式 ( 1 )  $R^1_a SiO_{(4-a)/2}$ 

[ 式 ( 1 ) 中、 $R^1$  は炭素数 1 ~ 2 0 の 1 価の炭化水素基、もしくは水酸基、 $a$  は 1 . 8 ~ 2 . 2 ]

式 ( 2 )  $R^1_a R^2_b SiO_{(4-a-b)/2}$ 

[ 式 ( 2 ) 中、 $R^1$  は炭素数 1 ~ 2 0 の 1 価の炭化水素基、もしくは水酸基、 $R^2$  は 1 または 2 個以上のアミノ基を含有する炭素数 1 ~ 2 0 の 1 価の炭化水素基、 $a$  及び  $b$  は自然数で、 $a + b$  は 1 . 8 ~ 2 . 2、 $a / b$  は 1 5 ~ 6 0 0 である。]

40

[ 2 ] ( B ) の一般式 ( 1 ) で表されるオルガノポリシロキサンは、( b 1 ) 高重合オルガノポリシロキサンと ( b 2 ) 低重合オルガノポリシロキサンとからなることを特徴とする [ 1 ] に記載のエマルジョン組成物。

[ 3 ] ( A ) が 0 . 0 2 ~ 1 . 0 質量 %、( B ) が 1 0 ~ 6 0 質量 %、( C ) が 1 ~ 7 質量 % で残部が水である [ 1 ] または [ 2 ] のいずれかに記載のエマルジョン組成物。

[ 4 ] [ 1 ] ~ [ 3 ] のいずれかに記載のエマルジョン組成物を含有する毛髪化粧料組成物。

## 【 発明の効果 】

## 【 0 0 0 8 】

本発明のシリコーンエマルジョンは、毛髪化粧料へ配合した際に、シリコーン及び N -

50

アシルアミノ酸縮合物のダメージ補修成分がより効率よく付着し、毛髪のダメージ部位に、毛先まで均一な柔らかさ及び指通りなどの感触効果を付与することができる。本発明のエマルジョンは、N - アシルアミノ酸縮合物の存在下で乳化されることによって、毛髪化粧料に用いて、シリコンとN - アシルアミノ酸縮合物の相乗効果を発揮する。すなわち、シリコンをポリオキシエチレン（硬化）ヒマシ油のみで乳化したエマルジョンとN - アシルアミノ酸縮合物とをそれぞれ毛髪化粧料組成物に配合した場合と、本発明の、N - アシルアミノ酸縮合物を含むシリコンエマルジョンを毛髪化粧料組成物に配合した場合とでは、本発明のシリコンエマルジョンを用いる組成物が毛髪のダメージ部位に対する感触付与効果に優れるという予想外の効果を奏するのである。

【0009】

10

また、本発明のエマルジョン組成物は、シリコン成分をポリオキシエチレン（硬化）ヒマシ油とN - アシルアミノ酸縮合物を用いて乳化することで、比較的小さな粒子径でシリコン成分が安定的に分散され、保存安定性に優れたエマルジョンとなる。N - アシルアミノ酸縮合物の使用量がわずかでありながら、ポリオキシエチレン（硬化）ヒマシ油の使用量を減らしてもエマルジョンの安定性を維持できるという効果もある。ポリオキシエチレン（硬化）ヒマシ油の使用量を減量できるということは、毛髪化粧料の配合成分として用いるのに、目的とする毛髪化粧料の配合の自由度を上げることとなる。

【発明を実施するための形態】

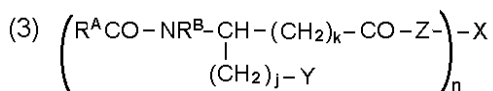
【0010】

以下、本発明につき、更に詳細に説明する。本発明の（A）成分のN - アシルアミノ酸縮合物は、下記一般式（3）で示される酸性アミノ酸のN - アシル化物を縮合したものである。

20

【0011】

【化1】



【0012】

一般式（3）において、 $R^A$  は炭素数1～23の炭化水素基であり、 $R^A CO$  は炭素原子数2～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導される長鎖アシル基を示す。 $R^A$  は、好ましくは、炭素数が7から17の炭化水素基である。直鎖、分岐鎖、環状鎖、芳香族炭化水素鎖のいずれでもよく、置換基を有していてもよい。 $R^A CO -$  は、炭素原子数8～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導されるものを用いることが好ましく、具体的には、ラウリル酸、ミリスチン酸、ステアリン酸などを挙げることができる。

30

【0013】

一般式（3）において、 $R^B$  は水素または、炭素数1～3の炭化水素基である。カルボキシル基かスルホン酸基を有してもよい。炭素数1～3の炭化水素基の具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ヒドロキシメチル基、ヒドロキシエチル基、ヒドロキシ（イソ）プロピル基、ジヒドロキシ（イソ）プロピル基、カルボキシメチル基、カルボキシエチル基、カルボキシプロピル基及びスルホエチル基などを挙げるこ

40

とができる。好ましくは、水素である。

【0014】

一般式（3）において、Yはカルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基またはそれらの塩である。好ましくは、カルボキシル基またはその塩である。

【0015】

Yの酸性基と塩を形成する塩基性物質として、アルカリ金属などの金属類、有機塩基性物質が挙げられる。アルカリ金属としては、ナトリウム、カリウム及びリチウムなどが挙げられる。アルカリ土類金属としては、カルシウム及びマグネシウムなどが挙げられる。上記した以外の金属としては、アルミニウム、亜鉛、鉄、コバルト、チタン及びジルコニ

50

ウム、銀などの塩が挙げられる。有機の塩基性物質としては、特に限定されないが、有機アミン、塩基性アミノ酸塩が挙げられる。有機アミン塩としては、アンモニア、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン及びトリイソプロパノールアミンなどの塩が挙げられる。塩基性アミノ酸塩としては、アルギニン及びリシンの塩が挙げられる。その他にも、アンモニウム塩や多価金属塩などが挙げられる。また、一般式(3)において、Yは上記した塩から任意に選ばれる1種または2種以上の塩を含んでいてもよい。

#### 【0016】

一般式(3)において、Zは、N-アシルアミノ酸誘導体を縮合する化合物によって異なる連結基であり、-NR'- (R'は水素または炭素数1~10の炭化水素基)、-O-、または-S-である。一般式(3)において、j、kは0、1、2のいずれかであり、かつj、kは同時に0ではない。N-アシルアミノ酸を構成するアミノ酸の具体例を挙げれば、グルタミン酸、アスパラギン酸であり、グルタミン酸が好ましい。

10

#### 【0017】

一般式(3)のXは、一般式(3)のカッコ内のN-アシルアミノ酸誘導体を縮合する基であり、N-アシルアミノ酸誘導体のカルボキシル基との縮合反応に寄与する官能基を2個以上有する分子量100万以下の化合物である。縮合に寄与する官能基は、好ましくはヒドロキシル基、アミノ基、チオール基から選ばれる1種または2種以上である。N-アシルアミノ酸誘導体を縮合するのに用いられる化合物の具体例を挙げれば、アルギニン、リシン、チロシン、トリプトファンなどの2個のアミノ基あるいはアミノ基と共にヒドロキシル基またはチオール基を有するアミノ酸類；アミノプロパノール、アミノフェノール、グルコサミンなどの分子内にアミノ基とヒドロキシル基を有する化合物類；メルカプトプロパンジオールなどの分子内にチオール基とヒドロキシル基を有する化合物類；アミノチオフェノールなどのチオール基とアミノ基を有する化合物類；タンパク質やペプチドなど、またはそれらを加水分解したもの；ポリヒドロキシル化合物である。これらの中で好ましいのは、アミノ酸で縮合したものであり、リシンが好ましい。N-アシルグルタミン酸誘導体のリシン縮合物の具体例を挙げれば、ジラウロイルグルタミン酸リシンナトリウムが、ペリセア(登録商標)として旭化成ケミカルズ株式会社から販売されている。

20

#### 【0018】

本発明における(A)成分は、水中油型エマルジョン中で0.01質量%以上であれば、(C)成分とあいまって、本発明のエマルジョンの安定化効果が優れたものとなる。(A)成分の含有量の上限に特に制限はないが、通常1質量%以下であり、使用量が多い場合には毛髪化粧料に使用したときにベタツキ感を感じる場合がある。より好ましい(A)成分の含有量は0.02~0.5質量%である。

30

#### 【0019】

本発明の(B)成分は、平均組成が一般式(1)で表されるアミノ基を有しないオルガノポリシロキサンと平均組成が一般式(2)で表されるアミノ変性オルガノポリシロキサンの混合物である。これらのオルガノポリシロキサンは、水性エマルジョンの中で、毛髪に対して滑らかな感触、櫛通り性などを付与する成分である。一般式(1)  $R^1_{a}SiO$

40

$(4-a)/2$ における $R^1$ は、分子中で同一でも異なってもよく、炭素数1~20の非置換の1価の炭化水素基、もしくは水素原子または水酸基から選択される。非置換の1価の炭化水素基の例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基などのアルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基；フェニル基などのアリール基；2-フェニルエチル、2-フェニルプロピルなどのアラルキル基を挙げることができる。これらの中ではメチル基及び/またはフェニル基が好ましく、50モル%以上がメチル基であることが特に好ましい。

#### 【0020】

一般式(1)における、aは、シロキサンのケイ素原子に結合する $R^1$ の平均数を示す

50

もので、1.8～2.2である。平均組成が一般式(1)で表されるオルガノポリシロキサン分子構造は直鎖のみならず、分岐する構造を有していても良いが、好ましくは、直鎖型の構造を有するものである。本発明のオルガノポリシロキサンは、当業者にとって公知の方法で製造することができる。好ましいオルガノポリシロキサン、すなわちシリコーンの具体例として、トリメチルシロキシ末端ジメチルシリコーン、ヒドロキシ末端ジメチルシリコーン、トリメチルシロキシ末端フェニルメチルシリコーン、メチルヒドロジェンシロキサン、アルキルアラルキル変性シリコーンを挙げることができる。本発明の(B)成分のアミノ基を有しないオルガノポリシロキサンとしては、トリメチルシロキシ末端ジメチルシリコーン、及びまたはヒドロキシ末端ジメチルシリコーンを用いることが好ましい。

10

#### 【0021】

一般式(1)で表されるオルガノポリシロキサンの25における粘度は、 $1 \times 10^3 \sim 5 \times 10^4$  mPa・sである。(A)成分の25における粘度が、 $1 \times 10^3$  mPa・s以下の場合、オルガノポリシロキサンの毛髪への付着性、感触が十分に得られず、 $5 \times 10^4$  mPa・s以上の場合、乳化が困難となり、安定なエマルジョンが得られない。好ましくは、25における粘度が $5 \times 10^3 \sim 5 \times 10^4$  mPa・sであり、より好ましくは、 $1 \times 10^4 \sim 3 \times 10^4$  mPa・sである。一般式(1)で表されるオルガノポリシロキサンは、粘度が前記の範囲にある限り、高粘度(b1)と低粘度(b2)のオルガノポリシロキサンとして、粘度が異なる2種以上のポリオルガノシロキサンの混合物であってもよい。むしろ、混合物とすることにより、単一の分子量分布を有するポリオルガノシロキサンを用いる場合よりも、高重合度で高粘度のポリオルガノシロキサン成分を多量に含むこととなるために、毛髪に対する付着性が向上し、好ましい。

20

#### 【0022】

一般式(1)で表されるオルガノポリシロキサンを混合物とする場合の、高粘度の(b1)成分の25における粘度は、 $1 \times 10^4 \sim 5 \times 10^6$  mPa・sである。(b1)成分の25における粘度が、 $1 \times 10^4$  mPa・s以下の場合、オルガノポリシロキサンの毛髪への付着性、感触が十分に得られず、 $5 \times 10^6$  mPa・s以上の場合、乳化が困難となり、安定なエマルジョンが得られない。好ましくは、25における粘度が $1 \times 10^4 \sim 1 \times 10^6$  mPa・sであり、より好ましくは、 $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^6$  mPa・sである。

30

#### 【0023】

一般式(1)で表されるオルガノポリシロキサンを混合物とする場合の、低粘度の(b2)成分の25における粘度は、0.5 mPa・s以上、 $1 \times 10^4$  mPa・s未満である。低粘度の(b1)成分の粘度は、(b2)成分と混合して、混合物の粘度が $1 \times 10^3 \sim 5 \times 10^4$  mPa・sとなるように設定されるが、好ましくは10～50 mPa・sである。

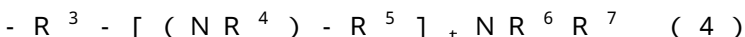
#### 【0024】

本発明の(B)成分のもう一方の成分である、アミノ変性オルガノポリシロキサンの平均組成を表す一般式(2)  $R^1_a R^2_b SiO_{(4-a-b)/2}$ において、 $R^1$ は、分子中で同一でも異なってもよく、炭素数1～20の非置換の炭化水素基もしくは水酸基であり、一般式(1)の $R^1$ で例示したものと同様なものを挙げることができる。 $R^1$ として、一部に、炭素数1～3のアルコキシ基を含むことを妨げない。

40

#### 【0025】

一般式(2)の $R^2$ は、2個以上のアミノ基を含有する炭化水素基であって、下記の一般式(4)で表されるようなものである。



式(4)中、 $R^3$ 、 $R^5$ は、2価のC1～C18炭化水素残基を表し、 $R^4$   $R^6$  及び  $R^7$  は、水素原子または未置換のC1～C10のアルキル基を表し、tは、0または1～6の整数を表す。

#### 【0026】

50

2 価の C 1 ~ C 1 8 炭化水素残基 R<sup>3</sup> 及び R<sup>5</sup> の例は、メチレン基、エチレン基、n - プロピレン基、イソ - プロピレン基、n - ブチレン基、イソ - ブチレン基、t - ブチレン基、n - ペンチレン基、イソ - ペンチレン基、ヘキシレン基、例えば n - ヘキシレン基、ヘプチレン基、例えば n - ヘプチレン基、オクチレン基、例えば n - オクチレン基及びイソ - オクチレン基、例えば 2, 2, 4 - トリメチルペンチレン基、ノニレン基、例えば n - ノニレン基、デシレン基、ドデシレン基、例えば n - ドデシレン基、オクタデシレン基である。R<sup>4</sup>、R<sup>6</sup> 及び R<sup>7</sup> のアルキル基の例は、R<sup>1</sup> で挙げた C 1 0 までのアルキル基である。

#### 【0027】

好ましい R<sup>2</sup> 基の例として、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH(CH<sub>3</sub>)、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH(CH<sub>3</sub>)、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH(CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-N(CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH(cyclo-C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>) を挙げることができる。化粧品用に好ましい、R<sup>2</sup> は、-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>、CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>、特に好ましくは、CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub> である。

10

#### 【0028】

一般式 (2) の a、b は自然数で、アミノ変性ポリオルガノシロキサンにケイ素に結合した置換基 R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup> の平均数を示すものであり、a + b は 1.8 ~ 2.2 である。該オルガノポリシロキサンの分子構造は直鎖のみならず、分岐する構造を有していても良いことを示すが、好ましくは、直鎖型の構造を有するものである。

20

#### 【0029】

アミノ基を有しない R<sup>1</sup> の平均数 a と 1 個または 2 項以上のアミノ基を含有する R<sup>2</sup> の平均数 b との比は、1.5 ~ 6.0 であって、アミノ基を有しないシロキサンユニットとアミノ基を含有するシロキサンユニットの比の目安となるものである。アミノ変性オルガノポリシロキサン中のアミノ基の全体量を示すものとして、該シロキサン 1 g を中和するに要する 1 規定塩酸の容量 (mL) で表わされるアミン数も用いられる。このアミン数は、アミノ変性ポリオルガノシロキサンの 1 分子中のアミノ基の数と分子量によって異なることとなる。本発明のアミノ変性オルガノポリシロキサンのアミン数は、0.1 ~ 3.0 であることを要し、好ましくは、0.15 ~ 2.0 のものである。アミン数が 0.1 以下であると、毛髪表面に吸着する能力が弱くなり、アミン数が 3.0 以上であると親水基であるアミノ基の数が多くなりすぎ、毛髪へ吸着しにくくなる。

30

#### 【0030】

本発明の (B) アミノ変性オルガノポリシロキサンの粘度は、25 で 100 ~ 10000 mPa・s であり、好ましくは、200 ~ 2000 mPa・s である。100 mPa・s 未満では、毛髪に対する十分なコンディショニング効果が得られず、10000 mPa・s を超えると毛髪に対し毛先まで均一な櫛通り性やまとまり性を与えることができない。なお、一般式 (1) で表されるアミノ基を含有しないオルガノポリシロキサンとアミノ変性オルガノポリシロキサンとの混合物である (B) 成分全体の粘度は、25 で 1 × 10<sup>3</sup> ~ 5 × 10<sup>4</sup> mPa・s であり、好ましくは 5 × 10<sup>3</sup> ~ 5 × 10<sup>4</sup> mPa・s である。(B) 成分全体としてこの粘度範囲になるように、アミノ変性オルガノポリシロキサンの粘度を選択する必要がある。

40

#### 【0031】

本発明の (B) 成分として用いられるアミノ変性オルガノポリシロキサンは、一般にアミノ変性シリコンオイルとして知られているもので、当業者に公知の方法により製造することができるが、代表的なアミノ変性シリコンオイルの合成法は以下の通りである。すなわち、アミノアルキル基のケイ素原子への導入は、通常はシランの段階で行われ、ア

50

ミノアルキルシランがまず製造される。アミノアルキルシランを加水分解し、アミノ基含有シロキサンオリゴマーまたはアミノ基含有ジシロキサンとし、更に、ジメチルシロキサンの線状オリゴマーまたは環状オリゴマーと、アルカリ触媒の存在下に、Si-O結合の再平衡化反応を行うことによりアミノ変性シリコンオイルとする。再平衡化反応の際、ヘキサメチルジシロキサンを使用すれば、末端トリメチルシリル型のアミノ変性シリコンオイルが得られる。製造に用いるオリゴマー類またはジシロキサンの量比を調整することにより、特定の動粘度及びアミン数を有するアミノ変性シリコンオイルを得ることができる。これらアミノ変性シリコンオイルは、動粘度とアミン数が本発明の範囲にあれば、単独でも2種類以上の混合物としても使用することができる。

#### 【0032】

本発明の(B)成分の含有量は、本発明のエマルジョン中で、10~60質量%である。10質量%未満では、毛髪に対して滑らかな感触、櫛通り性などを付与する効果が十分に得られず、60質量%を超えると、水性エマルジョンの粘度が高くなり取り扱い性が悪くなる。より好ましくは30~50質量%である。(B)成分中、一般式(1)で表されるオルガノポリシロキサンに対する一般式(2)で表されるアミノ変性オルガノポリシロキサンの重量比が1/20~2/1であることが好ましい。より好ましくは、1/15~1/2である。1/20未満では、毛髪に対して十分な櫛通り性及び乾燥後のまとまり感などを十分に与えることができず、2/1を超えてアミノ変性オルガノポリシロキサンの比率が高まるとエマルジョンの安定性が低下することや、毛髪に対して十分な感触効果が得られない。

#### 【0033】

本発明の(C)成分は、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油及び/またはポリオキシエチレンヒマシ油であって、(B)成分の乳化で、界面活性剤として機能する成分である。本発明において、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油またはポリオキシエチレンヒマシ油のエチレンオキサイド付加モル数は、60以上であることを要する。エチレンオキサイド付加モル数が60未満であると、同量添加の場合、エマルジョンの粒径が大きくなり、エマルジョンの保存安定性の点で好ましくなく、界面活性剤量の添加量を更に増やさなければならぬなどの問題がある。

#### 【0034】

本発明における(C)成分の含有量は、本発明のエマルジョン中で、1~7質量%である。1質量%未満では乳化が困難であり、7質量%を超えると、水性エマルジョン組成物の粘度が高くなり取り扱い性が悪くなる。より好ましくは3~5質量%である。

#### 【0035】

本発明における(D)水は、特に限定されないが、イオン交換水を用いることが好ましく、好ましくはpH2~12、特に好ましくはpH4~10である。鉱水を用いることは推奨されないが、用いる時は金属不活性化剤などと合わせて用いることが望ましい。乳化の際に用いられる水の添加量は、本発明のエマルジョン中で40~90質量%、好ましくは40~60質量%に相当する量である。本発明のエマルジョンは水による希釈に対して安定であって、エマルジョンの調整後に更に希釈が可能であり、希釈後のエマルジョン中の水の量には特に制限はない。

#### 【0036】

本発明のエマルジョン組成物は、本発明の目的を損なわない範囲で、毛髪用化粧料の配合成分として許容できる他の成分を含んでいて良い。このような他の成分としては、4級アンモニウム含有化合物、フェノキシエタノールのような防腐剤、各種界面活性剤、グアーガムやキサンタンガムなどの増粘剤、香料などを挙げることができる。

#### 【0037】

本発明のエマルジョン組成物の製造方法は特に限定されないが公知の方法で作製することができ、エマルジョンの製造のために適当な常用の混合機、例えばホモジナイザー、コロイドミル、ホモミキサー、高速ステーターローター攪拌装置などを用いて上記成分を混合、乳化することにより製造することが出来る。乳化は、(A)~(D)成分すべてを混

10

20

30

40

50



合、攪拌して水中油型エマルジョンを調製する方法、または、(B)成分オルガノポリシロキサンと少量の(D)水、及び(C)界面活性剤の全部または一部と(A)N-アシルアミノ酸縮合物を攪拌して、油中水型エマルジョンを調製し、更に残部の水や界面活性剤を添加して攪拌し、水中油型エマルジョンとする方法のいずれでも採用することができる。いったん、油中水型エマルジョンとしてから、水中油型エマルジョンとする方法が、エマルジョン粒子径の調整が容易である点、及びエマルジョンの安定性の点で好ましい。

#### 【実施例】

##### 【0038】

以下、本発明の実施例を詳細に説明するが、本発明は下記実施例に限定されるものではない。実施例中のエマルジョンに関する貯蔵安定性試験法、ならびに粒子径測定法と、エマルジョンを用いたコンディショナーに関しては、コンディショナーの作成法、毛髪サンプル作成法、毛髪感触評価試験法、ならびにBereck S f t n e s s試験法は、以下のとおりである。また、すべての粘度の数値は、25℃の温度のものである。

10

##### 【0039】

###### <貯蔵安定性試験法>

調製したエマルジョンを50mlガラス瓶に入れ、40℃にて静置し、1ヶ月後にクリームング、分離、液面へのオイル浮きの有無を目視にて確認した。評価基準は、以下のとおりである。

「○」；クリームング、分離、液面へのオイル浮きなし。

「△」；エマルジョンの濃度分布が目視で認められる。

20

「×」；クリームングが進んで、水相が分離しているが、振れば元のエマルジョンに戻る。

「×」液面へのオイル浮き；エマルジョンが破壊され、オイル分が浮いた状態。

##### 【0040】

###### <粘度測定法>

温度25℃の条件下、エマルジョンサンプル0.5mlをコーン・プレート型粘度計BROOKFIELD DV-11 Pro VISCOMETER CPE 52(ブルックフィールド社製)で測定した。測定時のせん断速度は5 sec<sup>-1</sup>とした。

###### <粒子径測定法>

エマルジョンの粒子径測定は、ゼータサイザーナノZS90(動的散乱光法、マルバーン社製)を用いて行った。得られる粒子径は、平均粒子径(Z-average)である。

30

##### 【0041】

###### <評価用サンプルの作成>

###### [前処理]

未処理のアジア人毛髪毛束(長さ200 mm、幅18 mm、重さ約3 g(KERLING社製))を用いた。この毛束を混合溶媒(アセトン/イソプロピルアルコール/エタノール/水)に一昼夜浸漬することにより脱脂した後、毛束を界面活性剤で洗浄し自然乾燥した。乾燥後の毛束を市販のブリーチ剤を用い、常法により脱色処理した。続いてこの毛束を界面活性剤(Alscope LS25B 5%水溶液)で洗浄した後、乾燥させた。上記処理により、ダメージ毛である毛束を作成した。

40

###### [コンディショナー処理]

前処理した毛束に(表1)のコンディショナー(0.5 g/g hair)を約2分間かけて毛髪に塗布後、1分間洗い流した。これを2回繰り返し、毛束を自然乾燥させた。

##### 【0042】

###### <官能評価>

上記コンディショナー処理後の毛束サンプルについて、その感触を指通りとして評価した。(表1)のコンディショナーを適用した毛束サンプルに毛束の上から下に向かい指を通すことで、指通りの良さについての官能評価を行った。評価は、1対1の比較で行い、より滑らかな質感が毛先まで均一である方を○、そうでないものを×とした。評価は8名

50

のパネラーにより、実施した。総得点が0以上2未満を×、2以上4未満を、4以上6未満を、6以上8未満をとして評価した。

【0043】

< Ber e c k S f t n e s s 試験 >

本試験法は下記の文献1に基づいて実施した。試験は、平行に並んだ複数の金属棒の間を交互に通された毛束サンプルを一定速度で引き上げた時に金属棒にかかる力  $J$  ( $J \cdot g^{-1}$ ) を引っ張り試験機、インストロン (登録商標) 3343 (インストロン社製) で測定した。測定はコンディショナー処理前後のドライヘアーで行い、処理前の毛髪を基準とし、処理前後の変化率を (式2) に従い、算出した。 $J$  (%) が大きいほど、コンディショナー前後の柔らかさが向上し、値が低いほど柔らかさの向上が少ないと評価される。

(式2)  $J(\%) = ((J_{untreated} - J_{treated}) / J_{untreated}) \times 100$  (ここで、 $J_{untreated}$  はコンディショナー処理後の平均値、 $J_{treated}$  はコンディショナー処理前の平均値。)

[文献1] “A novel device for measuring hair stiffness and lubricity”; K. ABRAHAM VAYNBERG and M. NALL, J. Cosmet. Sci., 60, 135-141 (March/April 2009)

【0044】

< 実施例 1 >

成分 (B) として、粘度が  $3.0 \times 10^5$  mPa・s であるトリメチルシリル末端ジメチルポリシロキサン 20.0 質量部、粘度が 10.0 mPa・s であるトリメチルシリル基末端ジメチルポリシロキサン 20.0 質量部 (2種のトリメチルシリル末端ジメチルポリシロキサン混合物の粘度は、 $1.7 \times 10^4$  mPa・s。)と、粘度が 1000 mPa・s で、アミン数が 0.6 である N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピル基含有ジメチルポリシロキサン (アモジメチコン) 5.0 質量部を混合し、粘度が  $1.4 \times 10^4$  mPa・s となったオルガノポリシロキサン混合物 45 質量部に、更に、成分 (C) としてエチレンオキサイド付加数が 100 モルであるポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 5 質量部、成分 (A) としてジラウロイルグルタミン酸リシン Na (旭化成ケミカルズ株式会社製 ペリセア (登録商標)) の 30% 水溶液を 0.1 質量部、フェノキシエタノール 1.0 質量部と、精製水 43.9 質量部を、IKA 製、ウルトラタラックス T50 ベーシック シャフトジェネレーター G45G 3000 rpm にて、室温で 20 分攪拌することにより、実施例 1 の水性エマルジョンを調製した。調製したエマルジョンの粘度と粒子径を上記の測定法に従い測定し、貯蔵安定性を上記の貯蔵安定性試験法に従い評価した。つづいて、表 1 の配合 A に示す組成でヘアコンディショナー組成物を調製し、上記の方法及び基準にしたがって特性評価した。評価結果を表 2 に示す。

【0045】

< 実施例 2 >

成分 (C) をエチレンオキサイド付加数が 200 モルであるポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 5 質量部とした以外は、実施例 1 と同様にして、実施例 2 の水性エマルジョン及びコンディショナー組成物を調製した。調製したエマルジョンの粘度と粒子径を上記の粒子径測定法に従い測定し、貯蔵安定性を上記の貯蔵安定性試験法に従い評価した。つづいて、表 1 の配合 A に示す組成でヘアコンディショナー組成物を調製し、上記の方法及び基準にしたがって特性評価した。評価結果を表 2 に示す。

【0046】

< 実施例 3 >

成分 (C) をエチレンオキサイド付加数が 200 モルであるポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 4 質量部とした以外は、実施例 1 と同様にして、実施例 3 の水性エマルジョン及びコンディショナー組成物を調製した。調製したエマルジョンの粘度と粒子径を上記の粒子径測定法に従い測定し、貯蔵安定性を上記の貯蔵安定性試験法に従い評価した。つづいて

、表 1 の配合 A に示す組成でヘアコンディショナー組成物を調製し、上記の方法及び基準にしたがって特性評価した。評価結果を表 2 に示す。

【 0 0 4 7 】

< 比較例 1 >

成分 ( A ) のジラウロイルグルタミン酸リシン N a 3 0 % 水溶液を含有しない以外は、実施例 1 と同様にして、比較例 1 の水性エマルジョン及びコンディショナーを調製した。調製したエマルジョンの粘度と粒子径を上記の測定法に従い測定し、貯蔵安定性を上記の貯蔵安定性試験法に従い評価した。つづいて、評価用のヘアコンディショナー組成物として、表 1 の配合 A に対して更に 0 . 0 0 4 4 % のジラウロイルグルタミン酸リシン N a 3 0 % 水溶液を加えた表 1 の配合組成 B ( 0 . 0 0 4 4 % は、配合 A 中でシリコーンエマルジョンに含まれるジラウロイルグルタミン酸リシン N a 3 0 % 水溶液の量に相当する。 ) を用い、上記の方法及び基準にしたがって特性評価した。評価結果を表 2 に示す。

10

【 0 0 4 8 】

< 比較例 2 >

成分 ( C ) をエチレンオキシド付加数が 4 0 モルであるポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 5 質量部とした以外は、実施例 1 と同様にして、比較例 2 の水性エマルジョン及びコンディショナー組成物を調製した。調製したエマルジョンの粘度と粒子径を上記の粒子径測定法に従い測定し、貯蔵安定性を上記の貯蔵安定性試験法に従い評価した。つづいて、表 1 の配合 A に示す組成でヘアコンディショナー組成物を調製し、上記の方法及び基準にしたがって特性評価した。評価結果を表 2 に示す。

20

【 0 0 4 9 】

< 比較例 3 >

成分 ( C ) に代えて、ポリオキシエチレントリデシルエーテル 5 質量部とした以外は、実施例 1 と同様にして、比較例 3 の水性エマルジョン及びコンディショナー組成物を調製した。調製したエマルジョンの粘度と粒子径を上記の粒子径測定法に従い測定し、貯蔵安定性を上記の貯蔵安定性試験法に従い評価した。つづいて、表 1 の配合 A に示す組成でヘアコンディショナー組成物を調製し、上記の方法及び基準にしたがって特性評価した。評価結果を表 2 に示す。

【 0 0 5 0 】

【表 1】

30

成分		配合 A (%)	配合 B (%)
イ	ヒドロキシエチルセルロース	1.2	1.2
	水	86.5	86.5
ロ	セチルアルコール	1	1
	ステアリルアルコール	3	3
	ベヘントリモニウムクロリド	1.8	1.8
	ステアラミドプロピルジメチルアミン	0.5	0.5
ハ	ポリソルベート 80	1	1
ニ	クエン酸	0.2	0.2
	エチレンジアミン四酢酸	0.2	0.2
ホ	シリコーンエマルジョン	4.4	4.4
ヘ	ペリセア 3 0 % 水溶液	—	0.0044
ト	防腐剤	0.1	0.1
計		100	100

40

【 0 0 5 1 】

【表 2】

	成分組成	実施例			比較例			
		1	2	3	1	2	3	
シリコーンエマルジョン	成分A	ベリセア30%水溶液	0.1	0.1	0.1	—	0.1	0.1
	成分B	ジメチルポリシロキサン(低)	20	20	20	20	20	20
		ジメチルポリシロキサン(高)	20	20	20	20	20	20
		アモジメチコン	5	5	5	5	5	5
	成分C	PEG—40硬化ヒマシ油	—	—	—	—	5	—
		PEG—100硬化ヒマシ油	5	—	—	—	—	—
		PEG—200硬化ヒマシ油	—	5	4	5	—	—
		ポリオキシエチレントリデシルエーテル	—	—	—	—	—	5
	成分D	精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部
	評価	貯蔵安定性	◎	◎	◎	◎	△	○
		粘度(25℃)(mPa・s)	65	37	37	206	402	579
		平均粒子径(nm)	446	473	460	445	1080	458
コンディショナー	コンディショナー配合へのベリセア30%水溶液追加		—	—	—	有	—	—
	評価	官能評価	◎	◎	◎	△	×	△
		ベレックソフトネス(%)	27	28	27	24	23	19

## 【産業上の利用可能性】

## 【0052】

本発明のエマルジョン組成物は、毛髪のダメージ部位に対して、滑らかな感触、櫛通り性などを付与することができ、適当なエマルジョン粒子径を有し、長期に保存しても安定であって、シャンプーやコンディショナー、ヘアトリートメント、ヘアリンス、ヘアパック、アウトバストリートメントなどの毛髪化粧品の原料として有用である。

## フロントページの続き

(51) Int. Cl.

F I

テーマコード ( 参考 )

A 6 1 Q 5/00 (2006.01)  
A 6 1 Q 5/12 (2006.01)  
A 6 1 K 8/898 (2006.01)  
A 6 1 K 8/86 (2006.01)  
A 6 1 K 8/06 (2006.01)  
A 6 1 K 8/44 (2006.01)  
A 6 1 K 8/88 (2006.01)

A 6 1 Q 5/00  
A 6 1 Q 5/12  
A 6 1 K 8/898  
A 6 1 K 8/86  
A 6 1 K 8/06  
A 6 1 K 8/44  
A 6 1 K 8/88