

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6328767号  
(P6328767)

(45) 発行日 平成30年5月23日 (2018.5.23)

(24) 登録日 平成30年4月27日 (2018.4.27)

(51) Int. Cl.		F I	
<b>A 6 1 K</b>	<b>8/73</b>	<b>(2006.01)</b>	A 6 1 K 8/73
<b>A 6 1 Q</b>	<b>5/06</b>	<b>(2006.01)</b>	A 6 1 Q 5/06
<b>A 6 1 K</b>	<b>8/34</b>	<b>(2006.01)</b>	A 6 1 K 8/34

請求項の数 14 (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2016-539141 (P2016-539141)	(73) 特許権者	509131443
(86) (22) 出願日	平成26年12月17日 (2014.12.17)		アクゾ ノーベル ケミカルズ インター ナショナル ベスローテン フェンノート シャップ
(65) 公表番号	特表2017-503774 (P2017-503774A)		Akzo Nobel Chemical s International B. V
(43) 公表日	平成29年2月2日 (2017.2.2)		.
(86) 国際出願番号	PCT/EP2014/078228		オランダ国 エヌエル-6824 ベーエ ム アーネム, ヴェルパーヴェグ 76
(87) 国際公開番号	W02015/091651	(74) 代理人	100092783
(87) 国際公開日	平成27年6月25日 (2015.6.25)		弁理士 小林 浩
審査請求日	平成28年7月7日 (2016.7.7)	(74) 代理人	100095360
(31) 優先権主張番号	61/919,087		弁理士 片山 英二
(32) 優先日	平成25年12月20日 (2013.12.20)	(74) 代理人	100120134
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 大森 規雄
(31) 優先権主張番号	14155146.5		
(32) 優先日	平成26年2月14日 (2014.2.14)		
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セルロースエステル系ポリグルコースポリマーを含む毛髪固定剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも1つの非芳香族無水物から誘導された少なくとも20重量%の少なくとも1つの非芳香族カルボキシレートで置換されたセルロースエステルであって、該カルボキシレート置換は中和されているセルロースエステルを含む少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマー；

少なくとも1つの、C<sub>1</sub> - C<sub>6</sub> 直鎖アルコール、C<sub>3</sub> - C<sub>6</sub> 分枝鎖アルコールまたはそれらの混合物を含む、アルコールベースの溶媒系；および

少なくとも1つの化粧品的に許容可能な添加物

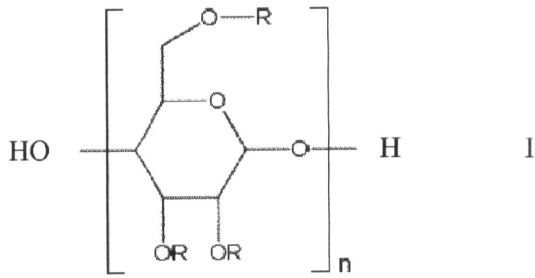
を含む毛髪固定組成物であって、

ここで、前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステルポリグルコースポリマーは、前記アルコールベースの溶媒系に可溶性である、毛髪固定組成物。

【請求項 2】

前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーが、以下の構造(I)：

## 【化 1】



10

を有し、ここで、 $R = H$ 、 $R_H$  もしくは  $R_A$  またはそれらの組み合わせであり、少なくとも1つの  $R$  は  $R_A$  であり、かつ少なくとも1つの  $R$  は  $R_H$  であり； $R_H$  は  $-CO-R^1$  であり、ここで  $R^1$  は  $C_1 - C_{21}$  アルキル基であり； $R_A$  は、(a)  $R^2 = H$  または  $C_1 - C_{18}$  アルキルもしくはアルケニル基である、 $-CO-CH_2-CH(R^2)-COOH$ 、または (b)  $-CO-CH=CH-COOH$ 、または (c)  $-CO-CH_2-C(=CH_2)-COOH$  であり； $n = 10 \sim 500$  である、請求項 1 に記載の毛髪固定組成物。

## 【請求項 3】

前記少なくとも1つのセルロースエステルが、酢酸セルロース、プロピオン酸セルロース、酪酸セルロース、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネートおよびそれらの組み合わせからなる群より選択される、請求項 1 または 2 に記載の毛髪固定組成物。

20

## 【請求項 4】

前記少なくとも1つの無水物が、置換無水物または非置換無水物である、請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

## 【請求項 5】

前記少なくとも1つの無水物が、無水コハク酸、アルケニルコハク酸無水物、無水マレイン酸、イタコン酸無水物およびそれらの組み合わせからなる群より選択される、請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

30

## 【請求項 6】

前記アルコールベースの溶媒系が、少なくとも1つの  $C_2$  もしくは  $C_3$  直鎖もしくは分枝鎖アルコールまたはそれらの混合物を含む、請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

## 【請求項 7】

前記アルコールベースの溶媒系が、水、1つもしくはそれ以上の噴射剤、または1つもしくはそれ以上の非アルコール非水溶媒、あるいはそれらの混合物をさらに含む、請求項 1 から 6 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

## 【請求項 8】

前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーが、前記毛髪固定組成物の重量に基づいて1重量パーセントから10重量パーセントの量で前記毛髪固定組成物中に存在する、請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

40

## 【請求項 9】

前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーが、少なくとも70%中和されている、請求項 1 から 8 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

## 【請求項 10】

前記毛髪固定組成物が、エアロゾルヘアスプレーまたは非エアロゾルヘアスプレーである、請求項 1 から 9 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

50

## 【請求項 1 1】

前記少なくとも 1 つの化粧品的に許容可能な添加物が、1 つまたはそれ以上の第 2 の毛髪固定ポリマー、可塑剤、紫外線吸収剤、色素、香料、保存剤、粘度調整剤、ビタミン、日焼け止め活性剤、保湿剤、かゆみ止め成分またはフケ防止成分およびそれらの混合物からなる群より選択される、請求項 1 から 1 0 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

## 【請求項 1 2】

請求項 1 から 1 1 のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物を調製する方法であって、前記少なくとも 1 つのセルロースエステルを前記少なくとも 1 つの非芳香族無水物と反応させて、前記少なくとも 1 つのセルロースエステル系ポリグルコースポリマーを形成する工程；

前記少なくとも 1 つのセルロースエステル系ポリグルコースポリマーを中和する工程；および

得られた少なくとも 1 つのセルロースエステル系ポリグルコースポリマーを前記アルコールベースの溶媒系に溶解するかまたは懸濁する工程

を含む、方法。

## 【請求項 1 3】

前記少なくとも 1 つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーが、少なくとも 7 0 % 中和される、請求項 1 2 に記載の方法。

## 【請求項 1 4】

少なくとも 1 つの、 $C_1 - C_6$  直鎖アルコール、 $C_3 - C_6$  分枝鎖アルコールまたはそれらの混合物および少なくとも 1 つの化粧品的に許容可能な添加物を含むアルコールベースの溶媒系をさらに含む毛髪固定組成物における毛髪固定ポリマーとしての請求項 1 から 5 のいずれか一項において定義されたようなセルロースエステル系ポリグルコースポリマーの使用。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、カルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーを含むパーソナルケア組成物に関する。より詳細には、本発明は、アルコールベースの溶媒系に可溶性であるカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーを含む毛髪固定組成物に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

パーソナルケアの用途、例えば、毛髪のスタイリングおよび固定において使用されるポリマーは、従来、合成材料を用いて生成されてきた。それらのポリマーがそのようなパーソナルケアの用途に好適であるためには、それらは、アルコールベースの系に可溶性でなければならない。また、エアロゾルベースのヘアスプレーの場合、噴射剤とも適合性でなければならない。従来の合成ポリマーは、通常安価であり、許容できる性能を提供するが；しかしながら、それらは、再生可能資源を原料としないので、持続可能ではない。それに加えて、合成ポリマーのコストおよび性能を再現することは容易ではない。

## 【0003】

例えば、国際公開第 9 9 / 5 9 5 3 2 号には、ヒドロキシプロピルメチルセルロースアセテートフタレート、セルロースアセテートフタレートおよびセルロースアセテートトリメリレートが開示されている。しかしながら、少なくとも、セルロースアセテートフタレートポリマーは、同じ系の商品名 AMPHOMER (登録商標) という合成ポリマーと比較したとき、それに及ばないことが見出された。さらに、国際公開第 9 9 / 5 9 5 3 2 号には、比較実施例として商品名 CAB SU 1 6 0 - 6 というセルロースアセテートブチレートスクシネートが開示されているが、このポリマーは、アルコールベースの配合に適合性でなかったため、国際公開第 9 9 / 5 9 5 3 2 号で主張されている発明の範囲外であるとみなされた。

10

20

30

40

50

## 【0004】

したがって、匹敵するコストにおいて、それらの合成代替物と等しい性能またはそれらの合成代替物よりも優れた性能を提供し、アルコールベースの系、例えば、エタノールベースの系に可溶性であり、必要に応じて、噴射剤、例えば、ジメチルエーテルとも適合性である、再生可能資源を原料とするパーソナルケアポリマーが必要とされている。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0005】

【特許文献1】国際公開第99/59532号

## 【発明の概要】

10

## 【0006】

ある態様において、本発明は、少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマー；アルコールベースの溶媒系；および化粧品的に許容可能な添加剤を含む毛髪固定組成物に関する。そのポリグルコースポリマーは、少なくとも1つのセルロースエステルを無水物、好ましくは、非芳香族環状無水物と反応させることによって得られ、そのポリグルコースポリマーは、アルコールベースの溶媒系に可溶性である。

## 【0007】

別の態様において、本発明は、毛髪固定組成物を調製する方法に関し、その方法は、少なくとも1つのセルロースエステルを無水物、好ましくは、非芳香族環状無水物と反応させて、セルロースエステル系ポリグルコースポリマーを形成する工程を含む。さらなる工程において、その方法は、そのセルロースエステル系ポリグルコースポリマーをアルコールベースの溶媒に溶解するかまたは懸濁する工程を含む。

20

## 【0008】

なおも別の態様において、本発明は、毛髪固定組成物における毛髪固定ポリマーとしての、本明細書中で定義されるようなカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーの使用、ならびに毛髪をスタイリングする方法に関し、その方法は、本明細書中で定義されるようなカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーを毛髪に適用する工程を含む。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0009】

30

本明細書中で使用されるとき、端点による数値の範囲の列挙は、その範囲内に包含されるすべての数値を含む（例えば、1から5は、1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、5などを含む）。さらに、本明細書中に記載されるような範囲を含む実施形態に対して、記載されるそれぞれのより低い端点およびそれぞれのより高い端点は、様々なより低い端点とより高い端点との組み合わせを含むことが理解されるべきである。例えば、1から20および5から10の範囲に対して、それらの範囲は、それぞれ、1から10および5から20を含むがこれらに限定されない。

## 【0010】

本発明の毛髪固定組成物は、少なくとも1つのエステル基および少なくとも1つのカルボキシル官能基が結合したカルボキシル化セルロースエステル骨格を有するという特徴を併せ持つカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーを含む。

40

## 【0011】

カルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーは、再生可能資源を原料とするだけでなく、例えば、噴霧速度、粘度、堅さおよび高湿度カール保持力に関して、特にヘアスプレーポリマーとして、匹敵するコストにおいてそれらの合成代替物と等しいかまたはそれらの合成代替物よりも優れたヘアスタイリング性能も提供し得る毛髪固定ポリマーを提供し得ることが見出された。本発明のポリマーは、アルコールベースの溶媒系に可溶性であり、必要に応じて、それらは、ヘアスタイリング噴射剤とも適合性である。ある実施形態において、カルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーは、芳香族エステルを含まないことがある。ある実施形態において、カルボキシル化セルロー

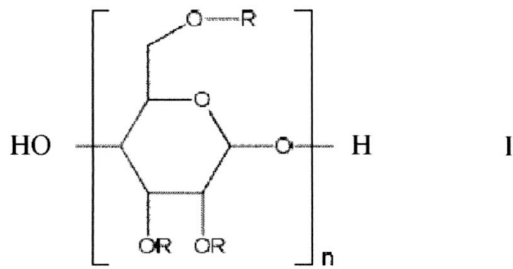
50

スエステル系ポリグルコースポリマーは、フタレートも含まないことがある。

【0012】

本発明は、概して、以下の構造（I）：

【化1】



10

を有する少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーを含む毛髪固定組成物に関し、ここで、 $R = H$ 、 $R_H$ もしくは $R_A$ またはそれらの組み合わせであり、少なくとも1つの $R$ は、 $R_A$ であり、 $R_H$ は、 $-CO-R^1$ であり、ここで、 $R^1$ は、 $C_1 - C_{21}$ アルキル基、好ましくは、 $C_1 - C_{10}$ アルキル基であり、より好ましくは、 $C_1 - C_4$ であり； $R_A$ は、(a)  $R^2 = H$ または $C_1 - C_{18}$ アルキルもしくはアルケニル基、好ましくは、 $C_6 - C_{18}$ アルケニル基、より好ましくは、 $C_8$ 、 $C_{12}$ または $C_{18}$ アルケニル基である、 $-CO-CH_2-CH(R^2)-COOH$ ；

20

【0013】

上記の式（I）において、 $R_H$ は、疎水性基を表し、 $R_A$ は、酸の官能性、および必要に応じて、疎水性の官能性を有する基を表す。一般に、カルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーは、多糖のエステル、例えば、酢酸セルロース、プロピオン酸セルロース、酪酸セルロース、セルロースアセテートブチレートおよびセルロースアセテートプロピオネートを無水物、好ましくは、非芳香族環状無水物と反応させることによって形成される。ある実施形態において、その無水物は、置換無水物または非置換無水物であり得る。さらなる実施形態において、その無水物は、より好ましくは、置換無水物である。好適な非芳香族環状無水物としては、スクシネート誘導体、マレエート誘導体もしくはイタコネート誘導体またはそれらの組み合わせを得るために、無水コハク酸またはアルケニルコハク酸無水物または無水マレイン酸またはイタコン酸無水物が挙げられるが、これらに限定されない。

30

【0014】

本発明に係るカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーの非限定的な例としては、式Iのポリマーが挙げられ、式中、 $R_H$ は、 $-CO-R^1$ であり、ここで、 $R^1$ は、 $C_1 - C_{21}$ アルキル基、好ましくは、 $C_1 - C_{10}$ アルキル基、より好ましくは、 $C_1 - C_3$ アルキル基であり、 $R_A$ は、(a)  $-CO-CH_2-CH(R^2)-COOH$ であり、ここで、 $R^2 = H$ または $C_1 - C_{18}$ アルキルもしくはアルケニル基、好ましくは、 $C_6 - C_{18}$ アルケニル基、より好ましくは、 $C_8$ 、 $C_{12}$ または $C_{18}$ アルケニル基であり、 $n = 10 \sim 500$ 、より好ましくは、 $20 \sim 300$ 、なおもより好ましくは、 $30 \sim 100$ であるか；または $R_H$ は、 $-CO-R^1$ であり、ここで、 $R^1$ は、 $C_1 - C_{21}$ アルキル基、好ましくは、 $C_1 - C_{10}$ アルキル基、より好ましくは、 $C_1 - C_3$ アルキル基であり、 $R_A$ は、b)  $-CO-CH=CH-COOH$ であり、 $n = 10 \sim 500$ 、より好ましくは、 $20 \sim 300$ 、なおもより好ましくは、 $30 \sim 100$ であるか、 $R_H$ は、 $-CO-R^1$ であり、 $R^1$ は、 $C_1 - C_{21}$ アルキル基、好ましくは、 $C_1 - C_{10}$ アルキル基、より好ましくは、 $C_1 - C_3$ であり、 $R_A$ は、c)  $-CO-CH-C$

40

50

( = C H <sub>2</sub> ) - C O O Hであり、 n = 1 0 ~ 5 0 0、より好ましくは、 2 0 ~ 3 0 0、なおもより好ましくは、 3 0 ~ 1 0 0である。ある実施形態において、上記の組み合わせもまた含まれる。ある実施形態において、本発明において使用するのに適したポリグルコースポリマーとしては、セルロースアセテートブチレート ( C A B ) スクシネート、 C A B オクテニルスクシネート、セルロースアセテートプロピオネート ( C A P ) スクシネートまたはそれらの組み合わせが挙げられるが、これらに限定されない。

【 0 0 1 5 】

ある実施形態において、本発明のカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーは、毛髪固定組成物の重量に基づいて約 1 重量パーセント ~ 約 1 0 重量パーセントの量で、毛髪固定組成物中に存在し得る。別の実施形態において、ポリグルコースポリマーは、約 2 重量パーセント ~ 約 8 重量パーセントの量で存在する。なおも別の実施形態において、ポリグルコースポリマーは、約 3 重量パーセント ~ 約 6 重量パーセントの量で存在する。

10

【 0 0 1 6 】

本発明のポリグルコースポリマーは、セルロースまたはセルロース誘導体に基づく。セルロースは、グリコシド結合を介して連結された個々の無水グルコース単位から構成される多糖である。典型的には、セルロース誘導体の生成は、そのセルロースのヒドロキシル水素基のいくつかを置換基で置換することを含む。無水グルコース単位 1 つあたりの置換ヒドロキシル基の数は、置換度 ( D . S . ) として表される。その全体が参照により本明細書中に援用される米国特許第 6 , 8 4 1 , 2 3 2 号に詳細に報告されているように、 D . S . は、 0 ~ 3 で変動し得る。 1 つの実施形態において、本発明のポリグルコースポリマーは、少なくとも 2 という総 D . S . を有する。

20

【 0 0 1 7 】

本発明において使用するのに適したセルロースエステルに基づくポリグルコースポリマーの例としては、酢酸セルロース、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネート、プロピオン酸セルロース、酪酸セルロースなどが挙げられるが、これらに限定されない。それらのセルロースエステルは、硬材パルプ、軟材パルプ、コットンリナー、バクテリアセルロースおよび再生セルロースを含むがこれらに限定されない任意のセルロース源から調製され得る。

【 0 0 1 8 】

別の態様において、毛髪固定組成物は、少なくとも 1 つのポリグルコースポリマーおよびアルコールベースの溶媒系を含む。本明細書中で使用されるとき、アルコールベースの溶媒系は、少なくとも 1 つのアルコールを含み、随意的構成要素、例えば、水、噴射剤または他の非アルコール非水溶媒をさらに含み得る。ポリグルコースポリマーは、アルコールベースの溶媒系に可溶性でなければならない。ある実施形態において、その溶媒系中に存在するアルコールの量は、約 1 重量パーセントまたはそれ以上、別の実施形態において、好ましくは、約 1 5 重量パーセントまたはそれ以上、なおも別の実施形態において、より好ましくは、約 2 5 重量パーセントまたはそれ以上であり得る。ある実施形態において、その溶媒系中に存在するアルコールの量は、その溶媒系の総重量に基づいて、約 9 9 重量パーセントまたはそれ以下、別の実施形態において、好ましくは、約 5 0 重量パーセントまたはそれ以下、なおも別の実施形態において、より好ましくは、約 4 0 重量パーセントまたはそれ以下であり得る。別の実施形態において、そのアルコール溶媒系は、無水であり得る。

30

40

【 0 0 1 9 】

本発明のある実施形態において、毛髪固定組成物は、約 8 5 % 以下の揮発性有機化合物 ( V O C )、例えば、アルコールおよび/または噴射剤を含み得、その溶媒の残りは、水であり得る。別の実施形態において、毛髪固定組成物は、約 5 5 % 以下の揮発性有機化合物を含み得る。

【 0 0 2 0 】

本発明の目的で、用語「可溶性」は、約 1 ~ 約 1 0 重量パーセント、別の実施形態にお

50

いて、好ましくは、約3～約6重量パーセントのポリグルコースポリマーが、中和有りまたは無しで、アルコールベースの溶媒系に可溶性であることを意味する。ある実施形態において、本発明において使用するのに適したアルコールベースの溶媒系は、少なくとも1つのC<sub>1</sub> - C<sub>6</sub>直鎖もしくは分枝鎖アルコールまたはそれらの混合物、ならびに必要に応じて水、必要に応じて1つまたはそれ以上の噴射剤および必要に応じて1つまたはそれ以上の他の非アルコール非水溶媒を含む。ある実施形態において、アルコールベースの溶媒系には、好ましくは、少なくとも1つのC<sub>2</sub>もしくはC<sub>3</sub>アルコールまたはそれらの混合物が含まれる。

#### 【0021】

本発明のある実施形態において、毛髪固定組成物は、必要に応じて、少なくとも1つの中和剤をさらに含む。本発明のある実施形態において、ポリグルコースポリマーは、通常、少なくとも約70%中和される。別の実施形態において、ポリグルコースポリマーは、少なくとも約80%中和され、いっそうさらなる実施形態において、固定ポリマーは、100%中和される。上記組成物と適合性である好適な塩基性中和剤を使用することができ、無機材料、例えば、水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムさえも使用することができる。通常、有機アミンまたはアルカノールアミンが、中和のために容易に使用される。ある実施形態において、中和剤としては、アンモニア；第一級、第二級および第三級アミン；アルカノールアミン；ならびに、ヒドロキシアミン、例えば、2-アミノ-2-メチル-プロパノールおよび2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール、C<sub>4</sub>-C<sub>24</sub>炭化水素鎖を含むモノ-、ジ-およびトリ-長鎖脂肪アミン、エトキシレートおよびプロポキシレート長鎖(C<sub>4</sub>-C<sub>24</sub>)脂肪アミンならびにそれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。別の実施形態において、中和剤としては、アミノメチルプロパノールおよびジメチルステアラミン、無機材料、例えば、水酸化ナトリウムおよび水酸化カリウム、ならびにトリエタノールアミンが挙げられる。本発明のある実施形態において、中和剤は、有機アミンまたはアルカノールアミンである。ある実施形態において、中和剤の組み合わせも使用され得る。

#### 【0022】

ある実施形態において、毛髪固定組成物は、80%VOC系、3.5%固体および40%DMEにおいて、約0.3～約1.5グラム/秒の範囲内の噴霧速度を有し、別の実施形態において、好ましくは、約0.5グラム/秒～約1.2グラム/秒、別の実施形態において、より好ましくは、約0.75～0.9グラム/秒の範囲内の噴霧速度を有する。

#### 【0023】

上に記載された溶媒系に加えて、本発明は、必要に応じて、1つまたはそれ以上の噴射剤をさらに含み得る。毛髪固定組成物が噴霧適用である本発明のある実施形態において、ポリグルコースポリマーは、噴射剤と適合性である。適合性とは、その溶液が噴射剤と混合されたとき、その溶媒系におけるポリグルコースポリマーが相分離しないことを意味する。ある実施形態において、ポリグルコースポリマーは、好ましくは、噴射剤としてのジメチルエーテルと適合性である。本発明の目的で、用語「適合性」は、最大約10重量パーセントのポリグルコースポリマーが、噴射剤を含む毛髪固定組成物に可溶性であることを意味する。別の実施形態において、ポリグルコースポリマーは、噴射剤を含む毛髪固定組成物において、好ましくは、約1～約10重量パーセントが可溶性であり、なおも別の実施形態において、約2～約8重量パーセント、なおもさらに別の実施形態において、約3～約6重量パーセントが可溶性である。

#### 【0024】

本発明の噴霧適用は、噴霧を発生させるために、機械装置または加圧エアロゾル容器を必要とする。その装置は、手動、例えば、ポンプまたはスクイズボトルまたは典型的なエアロゾル装置、例えば、バッグオンノズル(bag-on-nozzle)または加圧缶であり得る。加圧缶が使用される場合、本発明のヘアスタイリング製剤は、噴射剤をさらに含み得る。そのような噴射剤としては、エーテル、例えば、ジメチルエーテル；1つまたはそれ以上の低沸点(lower boiling)炭化水素、例えば、C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>直鎖および分枝鎖炭化水素

10

20

30

40

50

、例えば、プロパン、ブタンおよびイソブタン；液化ガスとして存在する、ハロゲン化炭化水素、例えば、ヒドロフルオロカーボン、例えば、トリクロロフルオロメタン、ジクロロジフルオロメタン、1,1-ジフルオロエタンおよび1,1,1,2-テトラフルオロエタン；ならびに圧縮ガス、例えば、窒素、空気および二酸化炭素、ならびにこれらの噴射剤の混合物が挙げられるがこれらに限定されない。本発明のある実施形態において、噴射剤は、溶媒系を含む毛髪固定組成物の約25重量%～約80重量%の量で存在する。さらなる実施形態において、噴射剤は、約30重量%～約60重量%の量で存在する。あるいは、ある特定の噴霧適用、例えば、バッグオンノズル噴霧適用またはポンプ噴霧適用では、上記のような随意的噴射剤は、必要とされない。本発明の毛髪固定組成物には、エアロゾルヘアスプレーおよび非エアロゾルヘアスプレーが含まれるが、これらに限定されない。

10

## 【0025】

通常、本発明の別の態様において、本発明のヘアスプレー製剤を調製するための方法は、選択された溶媒にポリグルコースポリマーを溶解するか、懸濁するかまたは希釈する工程、所望の特性に応じて任意の変性剤を加える工程、およびそのうえで、得られた溶液を、選択されたエアロゾル噴射剤と混和する工程を含む。

## 【0026】

様々な構成要素の量に関して、ある実施形態において、本発明の毛髪固定組成物は、ポリグルコースポリマーを約1～10重量%の範囲の濃度で；溶媒を約30～90重量%の範囲の濃度で；および噴射剤を20～75重量%の範囲の濃度で含み得る。別の実施形態において、本発明の毛髪固定組成物は、ポリグルコースポリマーを約2～8重量%の範囲の濃度で；溶媒を約25～55重量%の範囲の濃度で；および噴射剤を25～55重量%の範囲の濃度で含み得る。

20

## 【0027】

なおも別の態様において、本発明は、毛髪固定組成物における毛髪固定ポリマーとしての、本明細書中で定義されるようなカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーの使用、ならびに毛髪をスタイリングする方法に関し、その方法は、本明細書中で定義されるようなカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーを毛髪に適用する工程を含む。1つの実施形態において、毛髪固定組成物は、スプレーの形態であり、1つの実施形態において、そのスプレーは、エアロゾルスプレーであり、1つの実施形態において、そのスプレーは、非エアロゾルスプレーである。1つの実施形態において、毛髪固定組成物は、ムースの形態である。1つの実施形態において、毛髪固定組成物は、ゲルの形態である。

30

## 【0028】

本発明のヘアスタイリング製剤は、所望のヘアスタイルを達成する前、達成している間、または達成した後に適用され得る。

## 【0029】

必要に応じて、本発明の毛髪固定組成物のある特定の特性を改変するために、化粧品的に許容可能な添加物が、本発明の毛髪固定組成物に組み込まれてもよい。そのような随意的添加物の1つは、ポリグルコースポリマーに加えて、第2のポリマー、例えば、毛髪固定ポリマーであり得る。これらの追加の毛髪固定ポリマーの非限定的な例としては、Akzo Nobel Surface Chemistry LLC製の、AMPHOMER（登録商標）4961、AMPHOMER（登録商標）およびAMPHOMER（登録商標）LV-71ポリマー（オクチルアクリルアミド/アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレートコポリマー）、AMPHOMER（登録商標）HCポリマー（アクリレート/オクチルアクリルアミドコポリマー）およびBALANCE（登録商標）CRポリマー（アクリレートコポリマー）、BALANCE（登録商標）47ポリマー（オクチルアクリルアミド/アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレートコポリマー）、RESYN（登録商標）28-2930ポリマー（VA/クロトネート/ビニルネオデカノートコポリマー）、RESYN（登録商標）28-1310ポリマー（VA/クロトネー

40

50

トコポリマー)、FLEXAN(登録商標)ポリマー(ナトリウムポリスチレンスルホネート)、DynamXポリマー(ポリウレタン-14(および)AMP-アクリレートコポリマー)、RESYN(登録商標)XPポリマー(アクリレート/オクチルアクリルアミドコポリマー)、STRUCTURE(登録商標)2001(アクリレート/ステアレス-20イタコネートコポリマー)およびSTRUCTURE(登録商標)3001(アクリレート/セテス-20イタコネートコポリマー);Ashland Inc.製の、OMNIREZ-2000(登録商標)(PVM/MAハーフエチルエステルコポリマー)、GANEX P-904(登録商標)(ブチル化PVP)、GANEX V-216(登録商標)(PVP/ヘキサデセンコポリマー)GANEX(登録商標)V-220(PVP/エイコセンコポリマー)、GANEX(登録商標)WP-660(トリコンタニルPVP)、GANTREZ(登録商標)A425(PVM/MA重合体のブチルエステル)、GANTREZ(登録商標)AN-119PVM/MAコポリマー、GANTREZ(登録商標)ES225(PVM/MAコポリマーのエチルエステル)、GANTREZ(登録商標)ES425(PVM/MAコポリマーのブチルエステル)、GAFFIX(登録商標)VC-713(ビニルカプロラクタム/PVP/ジメチルアミノエチルメタクリレートコポリマー)、GAFQUAT(登録商標)755(ポリクオタニウム-11)、GAFQUAT(登録商標)HS-100(ポリクオタニウム-28)AQUAFLEX(登録商標)XL-30(ポリイミド-1)、AQUAFLEX(登録商標)SF-40(PVP/ビニルカプロラクタム/DMPAAアクリレートコポリマー)、AQUAFLEX(登録商標)FX-64(イソブチレン/エチルマレイミド/ヒドロキシエチルマレイミドコポリマー)、ALLIANZ(登録商標)LT-120(アクリレート/C1-2スクシネート/ヒドロキシアクリレートコポリマー)、STYLEZE(登録商標)CC-10(PVP/DMPAAアクリレートコポリマー)、STYLEZE(登録商標)2000(VP/アクリレート/ラウリルメタクリレートコポリマー)、STYLEZE(登録商標)W-20(ポリクオタニウム-55)、コポリマーシリーズ(PVP/ジメチルアミノエチルメタクリレートコポリマー)、ADVANTAGE(登録商標)SおよびADVANTAGE(登録商標)LCA(ビニルカプロラクタムNP/ジメチルアミノエチルメタクリレートコポリマー)、ADVANTAGE(登録商標)PLUS(VA/ブチルマレエート/イソボルニルアクリレートコポリマー);BASF、The Chemical Company製の、ULTRAHOLD STRONG(アクリル酸/アクリル酸エチル/t-ブチルアクリルアミド)、LUVIMER(登録商標)100P(アクリル酸t-ブチル/アクリル酸エチル/メタクリル酸)、LUVIMER(登録商標)36D(アクリル酸エチル/アクリル酸t-ブチル/メタクリル酸)、LUVIQUAT(登録商標)HM-552(ポリクオタニウム-16)、LUVIQUAT(登録商標)HOLD(ポリクオタニウム-16)、LUVISKOL(登録商標)K30(PVP)LUVISKOL(登録商標)K90(PVP)、LUVISKOL(登録商標)VA64(PVP/VAコポリマー)LUVISKOL(登録商標)VA73W(PVP/VAコポリマー)、LUVISKOL(登録商標)VA、LUVISET(登録商標)PUR(ポリウレタン-1)、LUVISET(登録商標)Clear(VP/メタクリルアミドニル(MethacrylamideNinyl)イミダゾールコポリマー)、LUVIFLEX(登録商標)SOFT(アクリレートコポリマー)、ULTRAHOLD(登録商標)8(アクリレート/アクリルアミドコポリマー)、LUVISKOL(登録商標)Plus(ポリビニルカプロラクタム)、LUVIFLEX(登録商標)Silk(PEG/PPG-25/25ジメチコン/アクリレートコポリマー);The Dow Chemical Company製の、ACUDYNE(登録商標)180、ACUDYNE(登録商標)1000およびACUDYNE(登録商標)DHR(アクリレート/ヒドロキシエステルアクリレートコポリマー)、ACUDYNE(登録商標)SCP(エチレンカルボキシアミド/AMPSA/メタクリレートコポリマー)およびACULYN(登録商標)流体学的調整剤(rheological modifiers);Mitsubishi製であり、Clariant Corporationが供給する、DIAFORMER(登録商標)Z-

10

20

30

40

50

301、DIAFORMER（登録商標）Z-SMおよびDIAFORMER（登録商標）Z-400（メタクリロイルエチルベタイン/アクリレートコポリマー）、Nalco Company製の、FIXOMER（登録商標）A-30およびFIXOMER（登録商標）N-28（INCI名：メタクリル酸/ナトリウムアクリルアミドメチルプロパンスルホネートコポリマー）；The Lubrizol Corporation製の、FIXATE（登録商標）G-100（AMP-アクリレート/メタクリル酸アシルコポリマー）、FIXATE PLUS（登録商標）（ポリアクリレート-14）、FIXATE（登録商標）SUPERHOLD（ポリアクリレート-2クロスポリマー）およびFIXATE（登録商標）FREESTYLE（アクリレートクロスポリマー-3）CARBOPOL（登録商標）Ultrez 10（カルボマー）、CARBOPOL（登録商標）Ultrez 20（アクリレート/C10-30アクリル酸アルキルコポリマー）、AVALURE（登録商標）ACシリーズ（アクリレートコポリマー）、AVALURE（登録商標）URシリーズ（ポリウレタン-2、ポリウレタン-4、PPG-17/IPDI/DMPAコポリマー）；ポリエチレングリコール；水溶性アクリル樹脂；水溶性ポリエステル；ポリアクリルアミド；ポリアミン；ポリ第四級アミン；スチレン無水マレイン酸（SMA）樹脂；ポリエチレンアミン；および極性溶媒に可溶性であるか、または適切な塩基での中和によって可溶性にされ得る他の従来ポリマーが挙げられる。1つまたはそれ以上の上記の毛髪固定ポリマーの組み合わせもまた、本発明の範囲内であると企図される。本発明のある実施形態において、毛髪固定ポリマーは、好ましくは、オクチルアクリルアミド/アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレートコポリマー、アクリレート/オクチルアクリルアミドコポリマー、アクリレートコポリマー、オクチルアクリルアミド/アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレートコポリマー、VA/クロトネート/ビニルネオデカノエートコポリマー、VA/クロトネートコポリマー、ナトリウムポリスチレンスルホネート、ポリウレタン-14（および）AMP-アクリレートコポリマー、アクリレート/オクチルアクリルアミドコポリマー、アクリレート/ステアレス-20イタコネートコポリマー、アクリレート/セテス-20イタコネートコポリマーおよびそれらの組み合わせから選択される。

#### 【0030】

本発明のある実施形態において、随意の毛髪固定ポリマーは、組成物の総重量に基づいて約0.1～10重量%の量で毛髪固定組成物中に存在し得る。さらなる実施形態において、固定ポリマーは、約1～10重量%の量で存在し、さらなる実施形態において、約1～7重量%の量で存在する。

#### 【0031】

さらなる随意の化粧品的に許容可能な添加物としては、可塑剤、例えば、グリコール、フタレートエステルおよびグリセリン；シリコーン；軟化剤、潤滑剤および浸透剤、例えば、ラノリン化合物、タンパク質水解物および他のタンパク質誘導体、エチレンオキシド付加物およびポリオキシエチレンコレステロール；紫外線吸収剤；色素および他の着色料；ならびに香料も挙げられ得る。これらの随意の添加物の混合物も含められてもよい。先に述べたように、本発明のポリマー結合剤は、そのような添加物と化学的に悪く相互作用する傾向をほとんどまたはまったく示さない。

#### 【0032】

さらなる随意の成分としては、保存剤、着色料、芳香剤、粘度調整剤（viscosity modifiers）、ビタミン、ハーブエキス、例えば、ステロール、トリテルペン、フラボノイド、クマリン、非グリコシドジテルペン（ステレピン（sterebins））スパツレノール（spathulenol）、デカン酸、8,11,14-エコサトリエン酸（ecosatrienoic acid）、2-メチルオクタデカン、ペンタコサン、オクタコサン、スチグマステロール、bシトステロール（bsitosterol）、a-およびb-アミリン（amyrine）、ルペオール、b-アミリンアセテートおよび五員環トリテルペンが挙げられ得るが、これらに限定されず、日焼け止め活性剤（sunscreens）、例えば、p-メトキシシナメートまたはアミノベンゾエート（UVB吸収剤）またはベンゾン（benzone）またはアントラニレート（UV

10

20

30

40

50

A吸収剤)、医薬、保湿剤、かゆみ止め成分またはフケ防止成分なども挙げられる。

【0033】

得られる毛髪固定製剤は、そのような製品に必要とされる特徴を示す。それらは、良好な帯電防止特性を有し、毛髪に十分付着し、石鹼水またはシャンプーによって容易に除去され、毛髪を容易に繰返しコーミング (recombed) でき、エイジングしても黄変せず、高湿度に曝されても粘着性にならず、高湿度条件下でも優れたカール保持力を有する。

【0034】

本発明の毛髪固定組成物を調製する方法は、いくつかの異なる方法で実施され得、使用されるポリグルコースポリマーに依存する。しかしながら、本発明のさらなる態様において、本発明は、毛髪固定組成物を調製するための非限定的な方法を提供する。その方法は、ポリグルコースポリマーを、アルコールベースの溶媒系、例えば、1つまたはそれ以上のC<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>アルコールを含むアルコールベースの溶媒系に懸濁するかまたは溶解する工程を含む。ある実施形態において、その方法は、その溶液を中和剤、例えば、アミノメチルプロパノールで中和する工程をさらに含み得る。ある実施形態において、1つまたはそれ以上のアルコールは、必要に応じて約80:20~約20:80のエタノール対イソプロパノールの重量比で、エタノールをイソプロパノールまたはn-プロパノールとともに含み得る。なおも別の実施形態において、必要に応じて、上記方法は、噴射剤を組成物に加える工程をさらに含む。さらなる随意の工程において、上記方法は、ポリグルコースポリマーをアルコールに懸濁する前、懸濁している間、もしくは懸濁した後か、または中和工程の後に、水を組成物に加える工程も含み得る。

【0035】

ある実施形態において、本発明のポリグルコースポリマーは、毛髪固定組成物、例えば、ヘアスプレー、ムースまたはゲルにおいて使用するのに適している。

【0036】

以下の実施例は、本発明を例証することを意図しているのであって、決して本発明の範囲を限定することを意図していない。本発明の広さおよび範囲は、本明細書に添付の請求項によってのみ限定されるべきである。

【実施例】

【0037】

ポリグルコースポリマーに対する一般的な合成方法

窒素雰囲気下で維持された攪拌器および冷却器を備え、加熱のために油浴に沈めた反応容器に、適切な量のセルロースアセテートブチレート (CAB) またはセルロースアセテートプロピオネート (CAP)、酢酸、酢酸ナトリウムおよび無水コハク酸またはオクテニルコハク酸無水物 (OSA) を投入した。IRによって無水物のピークの消失についてモニターしたとき、その反応が完了したと示されるまで、その混合物を攪拌しながら90~95 に加熱した。次いで、その反応混合物を約60 に冷却し、激しく攪拌しながらこの反応混合物に冷水 (使用したCABまたはCAPの重量のおよそ5倍) をゆっくり加えた。30分間攪拌した後、分離した固体を濾過し、すべての残留酢酸が洗い流されるまで水で洗浄し、45 のオープン内で一晩乾燥することにより、固体生成物を得た。

【0038】

ポリマーの特性に対する影響を測定するために、セルロースアセテートブチレート (CAB) スクシネート、オクテニルスクシネートおよびセルロースアセテートプロピオネート (CAP) スクシネートのサンプルを、表1に示されているように、様々なレベルの無水コハク酸またはオクテニルコハク酸無水物 (CABまたはCAPの重量パーセントに基づいて約15~約50wt%の範囲) を使用して調製した。表2は、行われた反応、ならびに酸性度値および溶解度パラメータを含むポリマーの特性を要約している。表2には、比較実施例としてCAB-SU160 (Eastman Chemical Companyが販売するCABスクシネート) に対するデータも含まれる。

【0039】

噴霧速度の測定

材料 / 装置 :  
 排気ドラフト  
 保護眼鏡  
 上皿天秤 ( 0 . 0 1 グラムの精度 )  
 秒計測タイマー

## 【 0 0 4 0 】

手順 : 2 つ組で実行

## エアロゾルヘアスプレー

- 1 ヘアスプレーの缶の重量を計測し、重量を記録する。
- 2 缶をドラフト内に置く。定圧を用いて、10 秒間、アクチュエータを減圧する。
- 3 再度、缶の重量を計測し、重量を記録する。

計算 : 最初の重量 - 噴霧後の重量 = グラム / 秒

注 : 二つ組が、0 . 0 3 g / 秒以内で一致しない場合、手順を繰り返す。

10

## 非エアロゾルヘアスプレー

- 1 ヘアスプレーのポンプボトルの重量を計測し、重量を記録する。
- 2 ボトルをドラフト内に置く。均一かつ完全に、アクチュエータを10回 ( 「噴出」 ) 減圧する。
- 3 再度、ポンプボトルの重量を計測し、重量を記録する。

計算 : 最初の重量 - 噴霧後の重量 = グラム / 「噴出」

注 : 二つ組が、0 . 0 3 g / 「噴出」以内で一致しない場合、手順を繰り返す。

20

## 【 0 0 4 1 】

バルブの規格 ( A p t a r と呼ばれる会社から得た )

製品 V X - 8 1

本体 : V X B a r b e d . 0 1 3 N O V T A R I A N

ステム : V X 8 0 . 3 4 3 F C 1 x . 0 1 3 オリフィス

ガスケット : V X . 0 4 5 B U T Y L C O D E 5 0 1

バネ : V S ステンレス鋼 . 0 1 8 O P E N C

カップ : H I P R O B N A P G F R G S K A L E P T / B D

チューブ : . 1 2 2 内径

チューブの長さ : 0 9 0 0 / 1 6 "

30

## 【 0 0 4 2 】

アクチュエータの規格 ( A p t a r から )

REF NO : X L 0 0 2 8 3 8

製品 : X L 2 0 0 S H I P O U T

LABNUM : X L 2 0 0 V X M I S T Y T A P . 0 2 3 M I S T Y

ボタン : V X X L 2 0 0 M I S T Y T A P W H I T E

インサート : . 0 2 3 M I S T Y B L A C K

## 【 0 0 4 3 】

40

【表 1】

表 1

実施例番号	CAB	CAP	酢酸	酢酸ナトリウム	無水コハク酸	OSA
1	30	----	45	24	4.5	----
2	60	----	75	24	12	----
3	60	----	75	24	15	----
4	165	----	247.5	66	49.5	---
5	60	---	90	24	24	----
6	60	---	90	24	27	---
7	60	---	60	24	---	24.7
8	60	---	60	24	---	37.1
9	---	40	40	8.2	9.9	---
10	---	40	40	10.4	12.7	---
11	---	40	40	13	15.5	---

\* 示されている重量の単位はグラムである。

【 0 0 4 4 】

【表 2】

表 2

実施例 番号	使用された CAB + SA 又は OSA の wt%	酸性度 mg KOH/g (meq/g)	エタノール中 での溶解度 (3.5wt% ポリマー)	AMP で中和後 エタノール中 での溶解度 (3.5wt% ポリマー)	80% VOC エタノール系 + 40% DME における相溶性	噴霧 速度 g/秒
比較実施例 (CAB- SU160)*		60 (1.07)	不溶性	不明	不明	-
1	CAB- 15%SA	46 (0.82)	不溶性	不溶性	未試験	-
2	CAB- 20%SA	65 (1.16)	不溶性	可溶性	可溶性	0.83
3	CAB- 25%SA	86 (1.53)	可溶性	可溶性	可溶性	0.77
4	CAB- 30%SA	106 (1.89)	可溶性	可溶性	可溶性	0.81
5	CAB- 40%SA	109 (1.94)	可溶性	可溶性	可溶性	0.80
6	CAB- 45%SA	121 (2.16)	不溶性	可溶性	可溶性	0.79
7	CAB- 41%OSA	57 (1.02)	不溶性	不溶性	未試験	-
8	CAB- 62%OSA	91 (1.63)	不溶性	可溶性 (2.6%において)	可溶性 (2.6%において)	0.84
9	CAP- 25%SA	83 (1.48)	不溶性	可溶性	可溶性	0.79
10	CAP- 32%SA	95 (1.70)	不溶性	可溶性	可溶性	0.82
11	CAP- 39%SA	104 (1.86)	不溶性	可溶性	可溶性	0.86

\* Kevin Edgar, Polymers Paint Colour Journal, 1993, Vol. 183, page-564;

\* 数平均分子量は 20,000 と報告され、重合度 (DP) は 60 (すなわち、60 グルコース単位) と報告されている。

## 【 0 0 4 5 】

表 2 において特定されたスクシネート誘導体を生成するために使用された CAB および CAP は、それぞれ、Eastman Chemical Company から商品名 CAB - 5 5 3 - 0 . 4 および CAP - 5 0 4 - 0 . 2 として入手可能である。これらの両方の原料に対して Eastman から報告されたデータを下記に示す：

## 【 0 0 4 6 】

CAB - 5 5 3 . 0 4 : DS 値 - アセテート 0 . 1 およびブチレート 2 . 0 。  $MW_n = 20,000$  (ポリスチレン等価物を使用して GPC によって測定したときの数平均分子量)。

CAP - 5 0 4 - 0 . 2 : DS 値 - アセテート 0 . 1 およびプロピオネート 2 . 1 。  $MW_n = 15,000$  (ポリスチレン等価物を使用して GPC によって測定したときの数平均分子量)。

## 【 0 0 4 7 】

Dupuis に対する PCT 特許公開番号国際公開第 9 9 / 5 9 5 3 2 号に記載されているように、Eastman Chemical Company が販売する、試験され

10

20

30

40

50

たC A B - S U 1 6 0 エステルセルロースアセートブチレートスクシネートは、不溶性であると報告されており、ゆえに、本発明において使用するのに適していない。

【 0 0 4 8 】

A . 主観的試験の手順

各々、3 . 5 w t % のポリマー、8 0 w t % V O C エタノール - 水および4 0 w t % D M E を使用して、A M P H O M E R ( 登録商標 ) ポリマーと比較する実施例に提供されるような主観的評価、または9 5 % 信頼水準の統計的設計法を使用して特定される主観的評価を行った。実施された主観的評価の結果を以下の表に報告する。

【 0 0 4 9 】

以下の手順を用いて、本発明のポリグルコースポリマーの主観的性能の評価を行った。

つや :

被膜を破壊しないように、材料見本を慎重に取り扱う。その材料見本を目視検査して、どれくらいの光沢 / つやがあるか判定する。

堅さ :

材料見本を慎重に取り扱って、堅さの違いを感じる。2 本の指を用いて、材料見本の中央を水平位で保持する。他方よりも大きく曲がるか ? より堅いものを選択する。

弾力 :

材料見本を片手で保持しながら、もう一方の手で3 回だけ端を優しく引っ張る。跳ね返りを見て、弾ませる。弾性が大きいほど、より良好な弾力。

ウェッピング性 ( Webbing ) :

両手で材料見本を保持しながら、端からおよそ4 " を外側に優しく引っ張る ( 結合への損傷を避けるためにこれを3 回だけ行う。その結合が破壊された場合、ドライコーミング ( dry combing ) は、よりコーミングしやすいとみられ得る ) 。より網状であるほど、ウェッピング性は良好である。

ドライコーミング性 :

各材料見本を ( 5 ) 回コーミングし、コーミングの容易さを評価する。より容易にコーミングできたものを選択する。

剥片 :

コーミング後の両方の材料見本を視覚的に検査する。剥片の蓄積についてコームの歯を調べる。材料見本の結末端を持ち、その一房の長さにならって指の爪を通して、調べる。より剥片が多かったものを選択する。

帯電防止性 :

材料見本の結末端を持ち、激しく1 0 回コーミングして、風になびいた程度について評価する。より多く風になびいたものを選択する。

感触 :

材料見本を手で触れて、好みを決定する。より滑らか / 清潔に感じたものを選択する。

【 0 0 5 0 】

表 3 および 4 -

3 . 5 % ポリマー、8 0 % V O C エタノール - 水および4 0 % D M E を使用した、9 5 % 信頼水準での、C A B / C A P スクシネートポリマー対 A m p h o m e r の主観的評価【表 3】

表 3

実施例	つや	堅さ	弾力	ウェッピング性	ドライコーミング性	剥片	帯電防止性	感触
2	=	-	-	=	=	=	=	=
3	=	=	=	=	=	-	=	=
4	=	=	=	=	+	-	=	=
5	=	=	=	=	=	=	=	=
6	=	=	=	=	=	=	=	=

10

20

30

40

50

【表 4】

表 4

実施例	つや	堅さ	弾力	ウェビング性	ドライコーミング性	剥片	帯電防止性	感触
9	-	-	-	=	+	-	+	=
10	=	-	-	=	=	=	=	=
11	=	=	=	=	=	=	=	=

95%信頼水準において、

=統計的に異なる； +上質； -低質

10

## 【0051】

表3および4に示された結果に基づいて、すべてのサンプルが、適切な主観的性能を提供するとみなされた。実施例9は、8つのカテゴリーのうち4つにおいてAMP HOMER（登録商標）ポリマーと同様には機能しなかったため、主観的性能に関して最も低い成績だったが、8つのカテゴリーのうち2つにおいてAMP HOMER（登録商標）ポリマーよりも優れていた。

## 【0052】

B. 高湿度カール保持力（HHCR）を測定するための手順

以下の手順を用いて、高湿度カール保持力によって測定される本発明のポリグルコースポリマーの客観的性能の評価を行った。本発明のポリグルコースポリマーを含むヘアスタイリング組成物の高湿度カール保持特性を測定した。これらの各試験は、72°F（22°C）および90%相対湿度において、24時間にわたって行われた。これらの試験は、欧州人のバージンの茶色毛髪の長さ10"×2グラムの材料見本に対して行われた（1サンプルあたり同じ9つの材料見本）。カール保持力試験は、70°F/90%相対湿度に設定された湿度チャンバー内で、合計24時間にわたって行われる。%カール保持力に対する読み取りは、15、30、60、90分、2、3、4、5および24時間という時間間隔において読み取り、記録する。以下の手順に従って、ヘアスタイリング組成物を試験した。

20

## 【0053】

1. 毛髪材料見本を湿らせ、コーミングしてもつれを取り除き、過剰な水を切る（材料見本を親指と人差し指との間に走らせる）。
2. 材料見本にサンプルを適用し、材料見本に優しく「なじませ」、コームを通す。
3. 材料見本を直径1/2"のTeflon心棒に巻きつける。巻きつけた材料見本を心棒から慎重に取り外し、2つのヘアクリップで留める。
4. カールをトレイの上に置き、オープン内で一晚乾燥させる。
5. 乾燥させたカールをオープンから取り出し、室温に冷却させる。
6. 目盛り付きの透き通った透明なカール保持ボードの上で、材料見本の結末端からカールを吊り下げる。
7. カールからクリップを取り外し、優しくガラスロッドから外し、そのカールが「壊れた」のを確かめる。
8. 最初のカールの長さを計った後、ボードおよびカールを環境チャンバー（70°F、90%相対湿度）の中に入れる。
9. 15、30、60、90、2、3、4、5時間の時間間隔でカールの長さを記録する。

30

10. 試験の終わりに、ボードおよびカールをチャンバーから取り出す。

11. 使用した毛髪材料見本を清浄にする。

12. %カール保持力を算出し、サンプルの比較を行う。

40

## 【0054】

サンプルは、以下のように調製した：

一定の温度および湿度のチャンバー内でHHCRを測定した。カールを心棒に巻きつけ

50

、一晩乾燥させた。次いで、そのカールにポリマー溶液（80%VOCエタノール - 水および40%DMEを使用する3.5wt%ポリマー）を噴霧し、乾燥させた。次いで、そのカールを、オープン内に置かれたボードに吊るし、カール減少のパーセントを24時間にわたって追跡した。

【0055】

以下の表5および6に示されているような実施例に係る本発明のポリグルコースポリマーを含むヘアスタイリング組成物の高湿度カール保持特性を測定し、同じヘアスタイリング組成物におけるAMPHOMER（登録商標）ポリマーの使用と比較した。

【0056】

【表5】

10

表5  
AMPHOMER(登録商標)ポリマーと比較した  
実施例2~8の高湿度カール保持力(HHCR)

実施例	5時間後	24時間後
2	53%	49%
3	66%	62%
4	73%	71%
5	69%	66%
6	64%	60%
8	1%	0%
Amphomer	67%	63%

20

\*実施例8を除く表5の中のすべての実施例が3.5wt%の濃度のポリマーを使用して行われた。実施例8は2.6wt%のポリマーを含んだ。

【0057】

表5に示されているように、実施例2および8を除くすべての実施例が、AMPHOMER（登録商標）ポリマーに匹敵するかまたはそれより良好なHHCRを提供した。実施例2は、わずかに劣っていたが、なおもAMPHOMER（登録商標）ポリマーに統計的に匹敵していたが、実施例8は、十分なHHCRを提供しなかった。

【0058】

30

【表6】

表6  
AMPHOMER(登録商標)ポリマーと比較した  
実施例9~11の高湿度カール保持力(HHCR)

実施例	5時間後	24時間後
9	71%	67%
10	データなし	データなし
11	67%	65%
Amphomer	73%	70%

40

【0059】

表6に示されているように、データが得られなかった実施例10を除くすべての実施例が、AMPHOMER（登録商標）ポリマーに匹敵するHHCRを提供した。

【0060】

実施例12 - 80%VOCおよび40%DMEにおいて、2.5% CAB - 30% SA 対 3.5% Amphomer を使用したときの主観的試験の結果

この実施例では、2.5% CAB - 30% SAのサンプル（2.5wt%ポリマーの濃度における実施例4）を調製し、各々80%VOCおよび40%DMEの3.5% AMPHOMER（登録商標）ポリマーと比較し、主観的試験の結果を表7に示す。

50

【 0 0 6 1 】

【表 7】

表 7

サンプル	つや	堅さ	弾力	ウェッジング 性	ドライ コーミング性	剥片	帯電 防止性	感触
2.5% 実施例 4 CAB-30%SA	=	=	=	=	=	=	=	=

95%信頼水準において、

=統計的に異なるない； +上質； -低質

10

【 0 0 6 2 】

表 7 に示されているように、C A B - 3 0 % S A (より低い濃度の実施例 4) は、主観的試験のすべてのカテゴリーにおいて、3 . 5 w t % A M P H O M E R (登録商標) ポリマーとほぼ等しい性能を示した。

【 0 0 6 3 】

実施例 1 3 - 9 0 % R H、7 0 d e g ° F において 8 0 % V O C および 4 0 % D M E を使用したときの 2 . 5 % C A B - 3 0 % S A (実施例 4) 対 3 . 5 % A m p h o m e r の高湿度カール保持力

2 . 5 % C A B - 3 0 % S A (より低い濃度、すなわち、2 . 5 w t % に改変した実施例 4) を含むサンプルを含むヘアスタイリング組成物の H H C R 特性を、9 0 % R H、7 0 d e g ° F において 8 0 % V O C および 4 0 % D M E を使用して、同じヘアスタイリング組成物における 3 . 5 % A M P H O M E R (登録商標) ポリマーの H H C R 特性と比較した。

20

【 0 0 6 4 】

【表 8】

表 8

サンプル	5 時間後	24 時間後
2.5% CAB-30% SA (実施例 4)	69	66
3.5 % Amphomer	68	66

30

【 0 0 6 5 】

表 7 および 8 に示された結果は、C A B - 3 0 % S A (2 . 5 w t % ポリマーを含む実施例 4) が、エタノールに可溶性でない C A B - S U 1 6 0 を含む比較実施例よりも優れていたこと、および同様に、この試験における A M P H O M E R (登録商標) ポリマーよりも優れていたことも示している。すなわち、より低いポリマー濃度の実施例 4 は、( A M P H O M E R (登録商標) ポリマーのように) 中和なしでエタノールに可溶性であり ( C A B S U 1 6 0 を使用した比較実施例とは異なって)、A M P H O M E R (登録商標) ポリマーと統計的に等しい性能を示すが、より少ない量のポリマーで済む。

【 0 0 6 6 】

実施例 1 4 - 8 0 % V O C および 4 0 % D M E において 3 . 5 % セルロースアセテートフタレート対 3 . 5 % A m p h o m e r を使用した比較実施例の主観的試験の結果

この比較実施例では、E a s t m a n C h e m i c a l C o m p a n y から商業的に入手可能な 3 . 5 % セルロースアセテートフタレートのサンプル (アセテートに対して 2 . 1 7 およびフタレートに対して 0 . 9 2 という D S 値を有する商品名 E a s t m a n C - A - P として) を試験し、各々 8 0 % V O C および 4 0 % D M E において 3 . 5 % A M P H O M E R (登録商標) ポリマーと比較した。主観的試験の結果を表 9 に示す。

40

【 0 0 6 7 】

【表 9】

表 9

実験	つや	堅さ	弾力	ウェッピング性	ドライコーミング性	剥片	帯電防止性	感触
実施例 14	=	-	=	-	-	-	=	=

95%信頼水準において、  
=統計的に異なるない； +上質； -低質。

## 【0068】

10

表9に示されているように、試験したセルロースアセテートフタレートのサンプルは、堅さ、ウェッピング性、ドライコーミング性および剥片に関して、合成ポリマーであるAMPHOMER（登録商標）よりも劣っていた。このセルロースアセテートフタレートサンプルは、主観的試験の半数のカテゴリーの結果において劣っていると判定され、残りのカテゴリーにおいては統計的に等しいと判定された。示された主観的性能が低いこと、およびこのポリマーに伴うコストが比較的高いことを理由に、このサンプルは、さらなる試験に値しないとみなされた。

## 【0069】

発明の詳細な説明において引用されたすべての書類は、その関連する部分が参照により本明細書中に援用される；いずれの書類の引用も、それが本発明に関する従来技術であると自認するものとして解釈されるべきでない。

20

## 【0070】

本発明の特定の実施形態が、本明細書中で例証され、説明されてきたが、本発明は、示された詳細に限定されることを目的としていない。むしろ、請求項の等価物の範囲内で、かつ本発明の精神および範囲から逸脱することなく、その詳細に対して様々な改変が行われてもよい。本願発明には以下の態様が含まれる。

項1.

少なくとも1つのセルロースエステルを少なくとも1つの非芳香族環状無水物と反応させ、その反応産物を中和することによって得られる少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマー；

30

少なくとも1つのC<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>直鎖もしくは分枝鎖アルコールまたはそれらの混合物を含む、アルコールベースの溶媒系；および

少なくとも1つの化粧品的に許容可能な添加物を含む毛髪固定組成物であって、

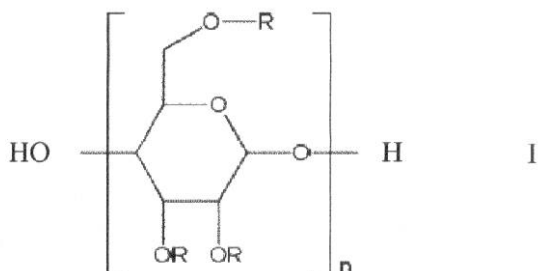
ここで、前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーは、前記アルコールベースの溶媒系に可溶性である、毛髪固定組成物。

項2.

前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーが、以下の構造(I)：

## 【化1】

40



を有し、ここで、R = H、R<sub>H</sub>もしくはR<sub>A</sub>またはそれらの組み合わせであり、少なく

50

とも1つのRは $R_A$ であり； $R_H$ は $-CO-R^1$ であり、ここで $R^1$ は $C_1-C_{21}$ アルキル基であり； $R_A$ は、(a) $R^2=H$ または $C_1-C_{18}$ アルキルもしくはアルケニル基である、 $-CO-CH_2-CH(R^2)-COOH$ 、または(b) $-CO-CH=CH-COOH$ 、または(c) $-CO-CH_2-C(=CH_2)-COOH$ であり； $n=10\sim 500$ である、項1に記載の毛髪固定組成物。

項3．

前記少なくとも1つのセルロースエステルが、酢酸セルロース、プロピオン酸セルロース、酪酸セルロース、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネートおよびそれらの組み合わせからなる群より選択される、項1または2に記載の毛髪固定組成物。

10

項4．

前記少なくとも1つの無水物が、非芳香族環状無水物もしくは非環状無水物またはそれらの混合物である、項1から3のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

項5．

前記少なくとも1つの無水物が、置換無水物または非置換無水物である、項1から4のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

項6．

前記少なくとも1つの無水物が、無水コハク酸、アルケニルコハク酸無水物、無水マレイン酸、イタコン酸無水物およびそれらの組み合わせからなる群より選択される、項1から5のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

20

項7．

前記アルコールベースの溶媒系が、少なくとも1つの $C_2$ もしくは $C_3$ 直鎖もしくは分枝鎖アルコールまたはそれらの混合物を含む、項1から6のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

項8．

前記アルコールベースの溶媒系が、水、1つもしくはそれ以上の噴射剤、または1つもしくはそれ以上の非アルコール非水溶媒、あるいはそれらの混合物をさらに含む、項1から7のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

項9．

前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーが、前記毛髪固定組成物の重量に基づいて1重量パーセントから10重量パーセントの量で前記毛髪固定組成物中に存在する、項1から8のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

30

項10．

前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーが、少なくとも70%中和されている、項1から9のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

項11．

前記毛髪固定組成物が、エアロゾルヘアスプレーまたは非エアロゾルヘアスプレーである、項1から10のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

項12．

前記少なくとも1つの化粧品的に許容可能な添加物が、1つまたはそれ以上の第2の毛髪固定ポリマー、可塑剤、紫外線吸収剤、色素、香料、保存剤、粘度調整剤、ビタミン、日焼け止め活性剤、保湿剤、かゆみ止め成分またはフケ防止成分およびそれらの混合物からなる群より選択される、項1から11のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物。

40

項13．

項1から12のいずれか一項に記載の毛髪固定組成物を調製する方法であって、

前記少なくとも1つのセルロースエステルを前記少なくとも1つの非芳香族環状無水物と反応させて、前記少なくとも1つのセルロースエステル系ポリグルコースポリマーを形成する工程；

前記少なくとも1つのセルロースエステル系ポリグルコースポリマーを中和する工程；

50

および

得られた少なくとも1つのセルロースエステル系ポリグルコースポリマーを前記アルコールベースの溶媒系に溶解するかまたは懸濁する工程を含む、方法。

項14.

前記少なくとも1つのカルボキシル化セルロースエステル系ポリグルコースポリマーが、少なくとも70%中和される、項13に記載の方法。

項15.

少なくとも1つのC1 - C6直鎖もしくは分枝鎖アルコールまたはそれらの混合物および少なくとも1つの化粧品的に許容可能な添加物を含むアルコールベースの溶媒系をさらに含む毛髪固定組成物における毛髪固定ポリマーとしての項1から6のいずれか一項において定義されたようなセルロースエステル系ポリグルコースポリマーの使用。

## フロントページの続き

(74)代理人 100128484

弁理士 井口 司

(74)代理人 100104282

弁理士 鈴木 康仁

(72)発明者 ベビーナカッティ, ハナマンシャ

アメリカ合衆国 ニュージャージー州 08873, サマセット, ゴーギャン ウェイ 14

審査官 高 美葉子

(56)参考文献 国際公開第1999/059532(WO, A1)

独国特許出願公開第10101382(DE, A1)

特開2002-265323(JP, A)

国際公開第2009/010842(WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A61K 8/00 - 8/99

A61Q 1/00 - 90/00

REGISTRY/CAplus(STN)