(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3643844号
(P3643844)
(45)発行日　平成17年4月27日(2005.4.27)　(24)登録日　平成17年2月10日(2005.2.10)

(51)Int.Cl.[7]　F I
A61K 7/06　A61K 7/06

請求項の数 2　(全 13 頁)

(21)出願番号　特願平7-354296
(22)出願日　平成7年12月27日(1995.12.27)
(65)公開番号　特開平9-175956
(43)公開日　平成9年7月8日(1997.7.8)
審査請求日　平成12年12月22日(2000.12.22)

(73)特許権者　000006769
ライオン株式会社
東京都墨田区本所１丁目３番７号
(74)代理人　100082005
弁理士　熊倉　禎男
(74)代理人　100084009
弁理士　小川　信夫
(74)代理人　100084663
弁理士　箱田　篤
(74)代理人　100093300
弁理士　浅井　賢治
(74)代理人　100114007
弁理士　平山　孝二
(74)代理人　100074505
弁理士　池浦　敏明

最終頁に続く

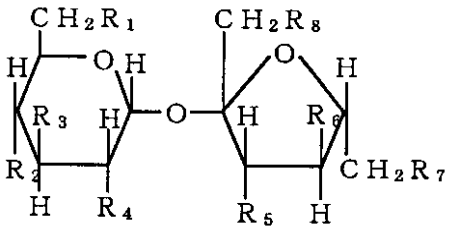
(54)【発明の名称】結晶性化合物を含む頭髪用液状組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

炭素数８～３０のアルキル基を有する脂肪酸のグリセリンエステル及びソルビットエステルのうちから選ばれる少なくとも１種の結晶性化合物を水分量が５％以下の非水溶媒に溶解したものに、下記（Ｉ）、（ＩＩ）及び（ＩＩＩ）で表わされ糖質系界面活性剤の少なくとも１種を配合してなることを特徴とする結晶性化合物を含む頭髪用液状組成物。

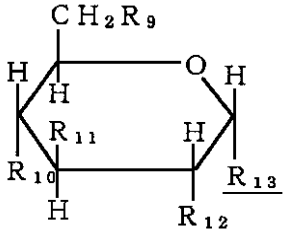
【化１】



（Ｉ）

（但し、式中R_1～R_8はそれぞれ水酸基又は炭素数８～２２のアルキル基を有するカルボキシル基である。）

【化２】



（ＩＩ）

（但し、式中R_9～R_{12}は水酸基又は炭素数８～２２のアルキル基を有するカルボキシル基、

【化３】

$-(OCH_2CH_2)_mOH$基、　　$-(OCHCH_2)_nOH$基、（CH_3）

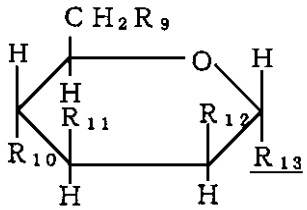
$-(OCH_2CH)_xOH$基、（CH_3）　　$-(OCH_2CH)OCC_{17}H_{35}$基、（CH_3、O）

$-OCC_{17}H_{33}$基、　$-OCC_{17}H_{35}$基、　$-OC-iso-C_{17}H_{35}$基、（O）

$-O(CH_2CH_2O)_y-CH_2CHCH_2-N^{\oplus}(CH_3)_2-C_{12}H_{25}Cl^{\ominus}$基（OH）

でｍ、ｎ、ｘ、ｙはそれぞれ１～１２０である。R_{13}はアグリコン残基である。）

【化４】



（ＩＩＩ）

（但し、式中R_9～R_{13}は前記式（ＩＩ）と同じ。）

【請求項２】

ＨＬＢ値が１０以下の非イオン界面活性剤をさらに配合した請求項１記載の頭髪用液状組成物。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

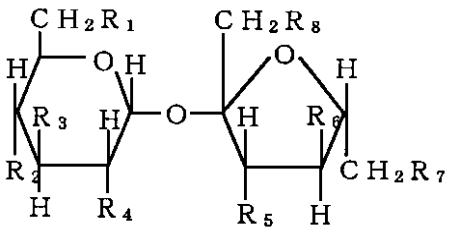
【発明の属する技術分野】

本発明は、ある種の結晶性化合物を水や有機溶媒に溶解し、これに糖質系界面活性剤を配合した頭髪用液状組成物に関し、更に詳述すると、低温安定性に優れ、低温下における前記の結晶性化合物の晶出を可及的に防止した頭髪用液状組成物に関する。

該液状組成物は、該結晶性化合物に応じた用途を有する。

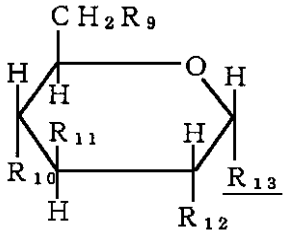
【０００２】

【従来の技術】
従来、偶数の炭素鎖長のアルキル基を有する脂肪酸及び奇数の炭素鎖長の脂肪族アルコール並びにこれらの塩及び誘導体には養毛・育毛効果があることが知られており、これらを有効成分として含有する養毛剤が特開昭５９－２７８０９号公報等で提案されている。
しかしながら、上述した脂肪酸などの有効成分は、一般に炭素数が大きくなればなるほど溶解度が低くなる。このため、上記有効成分を含有する養毛・育毛料は、低温で白濁又は結晶が析出するといった不都合が生じる場合があり、それ故、養毛・育毛効果の低下も懸念される。従って、養毛・育毛効果に優れ、かつ、低温安定性の良好な養毛・育毛料の開発が望まれている。
【０００３】
そこで、前記の結晶性化合物と共に低温安定剤としてＨＬＢ値が１０以下の非イオン界面活性剤を使用すること（特開昭６１－１５８１５号公報記載）、更にはこの非イオン性界面活性剤に加えて両性ポリマーを添加すること（特開平２－７６８０５号）で上述の液状組成物の低温安定性を改善することが提案されているが、まだ不十分なため更にその改善効果を高めることが要望されている。
【０００４】
【発明が解決しようとする課題】
本発明はそうした事情に鑑みてなされたもので、低温安定性に優れ、低温保存しても結晶性化合物の析出がほとんどない結晶性化合物を含む頭髪用液状組成物を提供することを目的とする。
【０００５】
【課題を解決するための手段】
本発明者らは、上記の目的を達成するために鋭意検討を重ねた結果、少なくとも１種の糖質系界面活性剤を、炭素数８～３０のアルキル基を有する脂肪酸のグリセリンエステル及びソルビットエステルの中から選ばれる結晶性化合物を溶解したものに配合した場合、糖質系界面活性剤は結晶性化合物の低温下での結晶化を抑制して優れた溶解度向上及び低温安定性向上効果を発揮し、即ち、－５℃程度の低温下で長期間に亘って保存しても溶液の白濁や結晶の析出がほとんどなく低温安定に優れた結晶性化合物を含む液状組成物が得られること、また糖質系界面活性剤に加えてＨＬＢ値が１０以下の非イオン界面活性剤を添加することにより上記効果が更に有効に発揮することを知見し、本発明をなすに至ったものである。
【０００６】
従って、本発明によれば、（１）炭素数８～３０のアルキル基を有する脂肪酸のグリセリンエステル及びソルビットエステルの塩のうちから選ばれる少なくとも１種の結晶性化合物を水分量が５％以下の非水溶媒に溶解したものに、下記（Ｉ）、（ＩＩ）及び（ＩＩＩ）
【化１】



（Ｉ）

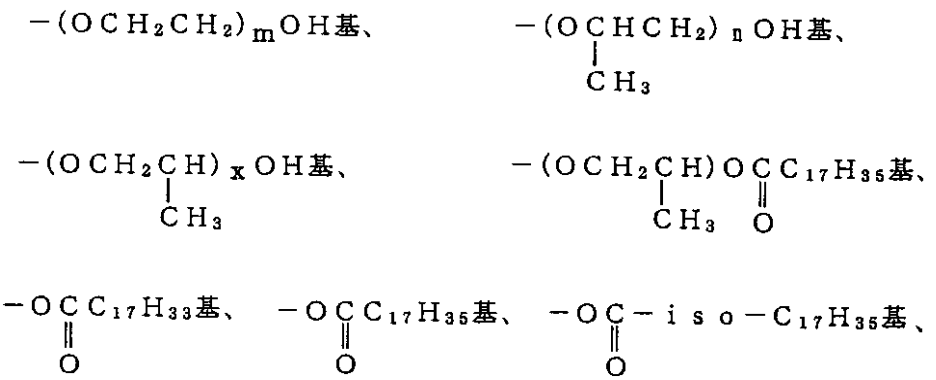
（但し、式中R_1～R_8はそれぞれ水酸基又は炭素数８～２２のアルキル基を有するカルボキシル基である。）
【化２】



（ＩＩ）

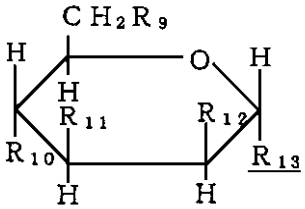
（但し、式中R_9～R_{12}は水酸基又は炭素数８～２２のアルキル基を有するカルボキシル基、

【化３】



でｍ、ｎ、ｘ、ｙはそれぞれ１～１２０である。R_{13}はアグリコン残基である。）

【化４】



（ＩＩＩ）

（但し、式中R_9～R_{13}は前記式（ＩＩ）と同じ。）

で表わされる糖質系界面活性剤の少なくとも１種を配合してなることを特徴とする結晶性化合物を含む頭髪用液状組成物が提供される。

また本発明によれば、前記（１）に更に、ＨＬＢ値が１０以下の非イオン界面活性剤を配合した頭髪用液状組成物が提供される。

【０００７】

【発明の実施の形態】

以下、本発明につき更に詳述する。

本発明の結晶性化合物を含む頭髪用液状組成物（以下、単に液状組成物とも言う）は、上述したように炭素数８～３０のアルキル基を有する脂肪酸のグリセリンエステルやソルビットエステルからなる結晶性化合物（以下、単に結晶性化合物とも言う）の結晶化抑制剤として糖質系界面活性剤を含有させたものである。

ここで本発明に用いる糖質系界面活性剤は、親水部に糖又はその誘導体を持つものであ

り、上記の一般式（Ｉ）、（ＩＩ）、（ＩＩＩ）で表されるものを挙げることができる。
このような糖質系界面活性剤として具体的には、ショ糖ステアリン酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ミリスチン酸エステル、ショ糖オレイン酸エステル、ショ糖ラウリン酸エステル、ショ糖ベヘニン酸エステル、ショ糖エルカ酸エステル、ショ糖ヤシ油脂肪酸エステル、ショ糖硬化牛脂脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド、ジステアリン酸ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ジステアリン酸ポリオキシプロピレンメチルグルコシド、ポリオキシエチレンジオレイン酸メチルグルコシド、セスキステアリン酸ポリオキシエチレンメチルグルコシド、セスキステアリン酸メチルグルコシド、カプリル酸メチルグルコシド、カプリン酸メチルグルコシド、ラウリン酸メチルグルコシド、ミリスチン酸メチルグルコシド、ステアリン酸メチルグルコシド、オレイン酸メチルグルコシド、カプリル酸エチルグルコシド、カプリン酸エチルグルコシド、ラウリン酸エチルグルコシド、ミリスチン酸エチルグルコシド、ステアリン酸エチルグルコシド、オレイン酸エチルグルコシド、カプリル酸メチルマンノシド、ラウリン酸メチルマンノシド、ミリスチン酸メチルマンノシド、ステアリン酸メチルマンノシド、オレイン酸メチルマンノシド、カプリル酸エチルマンノシド、カプリン酸エチルマンノシド、ラウリン酸エチルマンノシド、ミリスチン酸エチルマンノシド、ステアリン酸エチルマンノシド、オレイン酸エチルマンノシドなどを例示することができる。

【０００８】

結晶性化合物を水分量５％以下の非水溶媒に溶解したものには、上記の糖質系界面活性剤は１種又は２種以上、好ましくは炭素数１２～１８のアルキル基を有する糖質系界面活性剤を配合することができ、また糖質系界面活性剤の配合量は、結晶性化合物の配合量などに応じて適宜調整し得るが、液状組成物全体の０．００１～１０％（重量％、以下同様）、特に０．０１～５％とすることが好ましい。

【０００９】

本発明における液状組成物には、さらにＨＬＢ値が１０以下の非イオン界面活性剤を配合しておくことが好ましい。
ここで、非イオン性界面活性剤としては、具体的にソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、Ｎ－長鎖アシル－Ｌ－グルタミン酸高級アルコールジエステル、Ｎ－長鎖アシル－Ｌ－グルタミン酸ポリオキシエチレン高級アルコールエーテルジエステルなどを挙げることができる。これらの非イオン性界面活性剤は、通常酸化エチレン、酸化プロピレンの付加モル数や親油基の炭素鎖長によってＨＬＢ値を調整できるが、ＨＬＢ値が１０を越える非イオン性界面活性剤を使用すると、液体組成物の低温安定性を向上させることができない場合があるので、非イオン性界面活性剤のＨＬＢ値が１０以下であることが望ましい。
なお、非イオン性界面活性剤の配合量は、通常０．１～１０％程度であるが、特に０．５～５％が好適である。

【００１０】

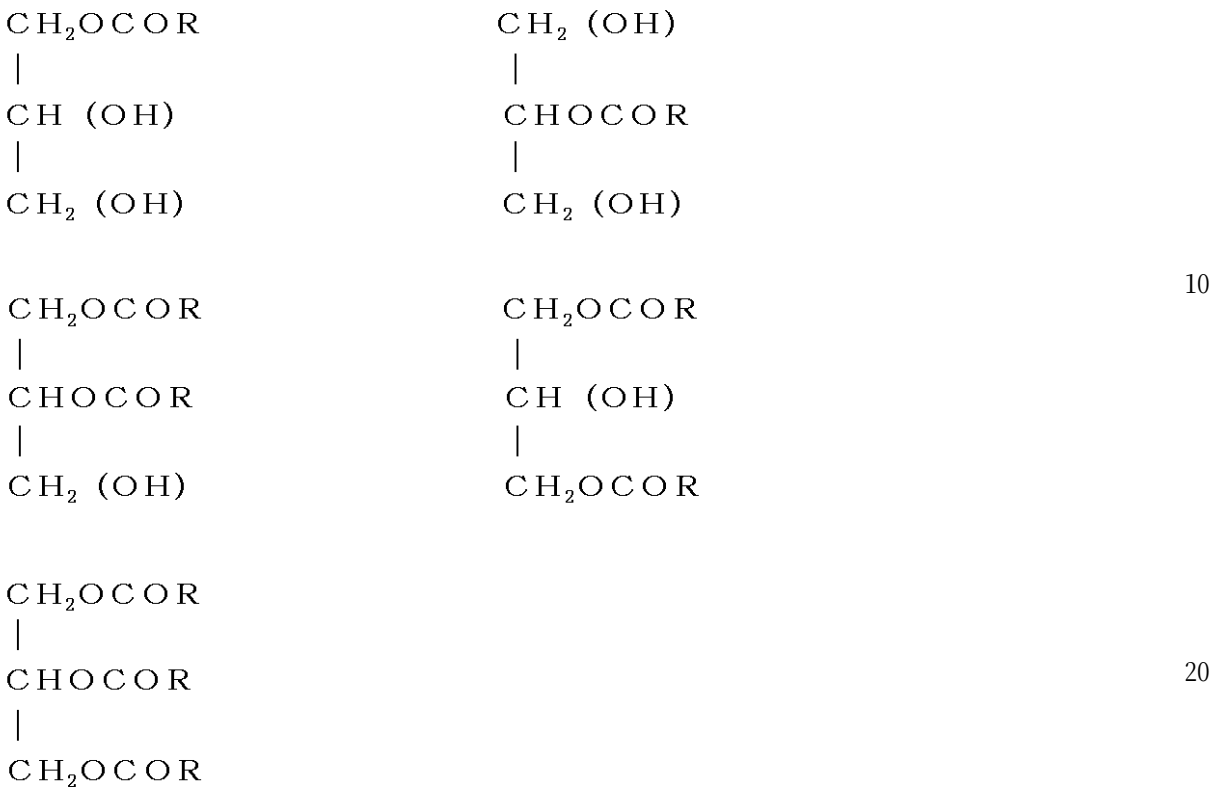
本発明の液状組成物は、結晶性化合物を水分量５％以下の非水溶媒に溶解したものに前記の糖質系界面活性剤、更に好適にはこれにＨＬＢ値が１０以下の非イオン性界面活性剤を配合したものであり、これにより上述したように結晶性化合物、低温下での晶出を可及的に防止し得るものとなる。

【００１１】

ここで、上記のエステルを構成する脂肪酸としては、例えばオクタン酸、ノナン酸、デカン酸、ウンデカン酸、ドデカン酸、テトラデカン酸、ペンタデカン酸、ヘキサデカン酸、ヘプタデカン酸、オクタデカン酸、ノナデカン酸、エイコサン酸、ヘンエイコサン酸、ドコサン酸、トリコサン酸、テトラコサン酸、ペンタコサン酸等が挙げられる。

【００１２】

脂肪酸のグリセリンエステルとしては、下記式で表わされるグリセリンエステルが挙げられる。



（但し、Ｒは炭素数８～３０のアルキル基を有する脂肪酸残基である。以下同様。）

【００１３】

なお、結晶性化合物としては、上記化合物のうち１種又は２種以上を用いることができる。

更に、結晶性化合物の配合量は、別に制限されないが、液状組成物全体の０．０１～５０％、特に１～５％が好ましい。

【００１４】

本発明の液状組成物に使用される溶媒は、水分量が５％以下の非水溶媒が好適に使用し得る。このような非水溶媒としては、メチルアルコール、プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、ｎ－パラフィン、ベンゼン、ヘキサン、クロロホルム等が例示されるが、本発明の液状組成物を化粧品等として用いる場合は、これらのうちで安全性の高いエチルアルコールを使用することが好適である。

【００１５】

本発明の液状組成物は、その使用目的等に応じ、上記成分以外に任意成分を配合することができる。例えば、多価アルコール、その他の界面活性剤、油脂類やビタミン類、ホルモン類、血管拡張剤、アミノ酸類、抗炎症剤、皮膚機能亢進剤、角質向上剤等の薬効成分などを配合して、育毛剤、ヘアトニック、ヘアリキッド、ヘアローション、ヘアスプレー等の頭髪用剤としても広く応用可能である。

【００１６】

【発明の効果】

本発明の液状組成物は、糖質系界面活性剤が結晶性化合物の低温下での結晶化を抑制して優れた溶解度向上及び低温安定性向上効果を発揮するので、－５℃程度の低温下で長期に亘って保存しても溶液の白濁や結晶の析出がほとんどなく低温安定に優れている。それ故、本発明の液状組成物は、それに含まれている結晶性化合物に応じて各種の頭髪用剤として幅広く利用することができる。

【００１７】

【実施例】

次に、実施例により本発明をさらに具体的に説明する。

【００１８】

〔実験例〕

表１～５にあげた成分組成の試料を調製し、以下の方法で安定化日数と低温安定性を評価し、結晶化抑制効果を調べた。その結果を表１～５に示す。

＜安定化日数及び低温安定性の評価方法＞

被試験試料約５０ｇを透明ガラスびんに取り、－５℃の恒温室に保存して、結晶が析出した日から１日引いた日数を安定化日数とした。なお、結果は３回の測定結果の平均日数を四捨五入した日数で表わした。

また、低温安定性は、安定化日数が４０日以上の場合を◎、２８日～４０日の場合を○、１４日～２７日の場合を△、１３日以下の場合を×として評価した。

【００１９】

【表１】

				No.							
				1	2	3	4	5	6	7	8
成分組成（重量%）	結晶成分 パルミチン酸モノグリセリト (モノグリセリン含有率：95%)			2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
	ショ糖脂肪酸エステル	アルキル基の平均炭素数	8	3.0							
			10		3.0						
			12			3.0					
			14				3.0				
			16					3.0			
			18						3.0		
			20							3.0	
			22								3.0
	エチルアルコール			←―― 94.5 ――→							
	計			←―― 100.0 ――→							
評価	安定化日数（日）			23	29	35	40	37	28	24	21
	低温安定性			△	○	○	◎	○	○	△	△
				本発明品							

【００２０】

【表２】

				No.							
				9	10	11	12	13	14	15	16
成分組成（重量%）	結晶成分 パルミチン酸モノグリセリド （モノグリセリン含有率：95%）			3	3	3	3	3	3	3	3
	ショ糖脂肪酸エステル	アルキル基の平均炭素数	8	0.1							
			10		0.1						
			12			0.1					
			14				0.1				
			16					0.1			
			18						0.1		
			20							0.1	
			22								0.1
	エチルアルコール			←——— 91.9 ———→							
	ソルビタンモノラウレート			5	5	5	5	5	5	5	5
	計			←——— 100.0 ———→							
評価	安定化日数（日）			42	45	48	62	54	52	52	47
	低温安定性			◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
				本発明品							

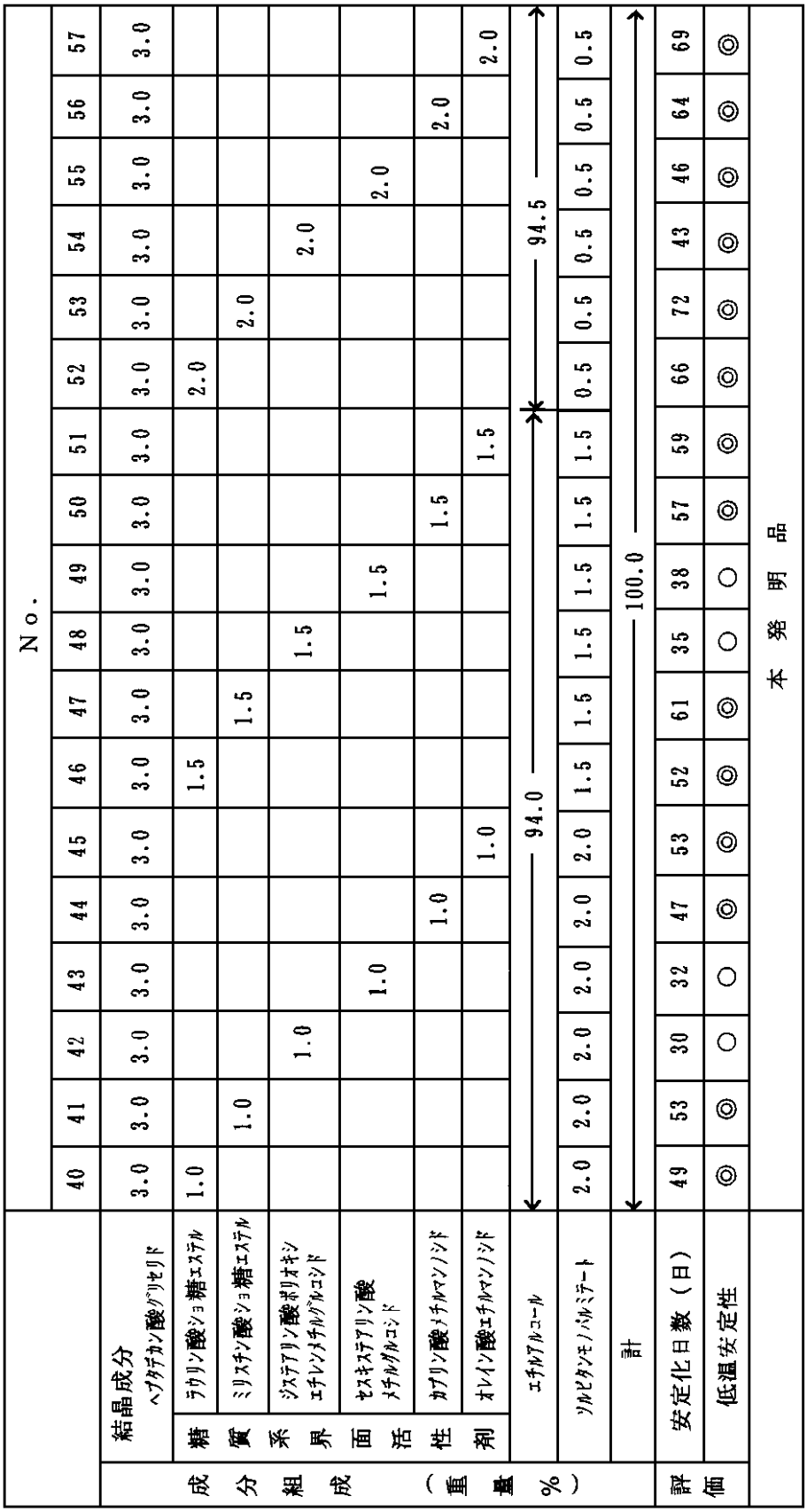
【００２１】
【表３】

	No.	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
成分組成（重量%）	ミリスチン酸メチルグルコシド	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	—	—	—	—	—	—	0.5	0.5	0.5
	結晶成分 ノナン酸グリセリド	1						1						1		
	結晶成分 ウンデカン酸グリセリド		1						1							
	結晶成分 ペンタデカン酸グリセリド			1						1					1	
	結晶成分 ヘプタデカン酸グリセリド				1						1					1
	結晶成分 ペンタコサン酸グリセリド					1						1				
	結晶成分 ヘプタコサン酸グリセリド						1						1			
	エチルアルコール	←91.5→								←92.0→				←98.5→		
	POE（5）硬化ヒマシ油	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	—	—	—
	計	←100.0→														
評価	安定化日数（日）	47	47	53	50	40	41	7	8	7	6	4	3	34	38	37
	低温安定性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	×	×	×	×	×	×	○	○	○
		本発明品						比較品						本発明品		

【００２２】
【表４】

	No.	32	33	34	35	36	37	38	39
成分組成(重量%)	ラウリン酸メチルマンノシド	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	非イオン性界面活性剤(HLB) ジグリセリンジイソステアレート (1.5)	5							
	モノラウリン酸プロピレングリコール (4)		5						
	ラウロイルグルタミン酸ジオクチルドデシル(<5)			5					
	ソルビタンモノオレート (4.3)				5				
	ポリグリセリンモノイソステアレート (7)					5			
	POE (5)コレステリルエーテル (9.5)						5		
	POE (6)アルキルエーテル酢酸ナトリウム(6)							5	
	POE (4)ラウリルエーテル燐酸ナトリウム(1.3)								5
	エチルアルコール	←90.8→							
	結晶成分 ペンタデカン酸グリセリド(モノグリセリド含有率95%)	4	4	4	4	4	4	4	4
	計	←100.0→							
評価	安定化日数(日)	41	39	40	48	42	37	47	51
	低温安定性	◎	○	◎	◎	◎	○	◎	◎
		本発明品							

【００２３】
【表５】



	No.	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57
成分組成（重量%）	結晶成分 ヘプタデカン酸グリセリド	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
	糖質系界面活性剤 テトラリン酸ショ糖エステル	1.0						1.5						2.0					
	ミリスチン酸ショ糖エステル		1.0						1.5						2.0				
	ジステアリン酸ポリオキシエチレンメチルグルコシド			1.0						1.5						2.0			
	セスキステアリン酸メチルグルコシド				1.0						1.5						2.0		
	カプリン酸メチルマンノシド					1.0						1.5						2.0	
	オレイン酸エチルマンノシド						1.0						1.5						2.0
	エチルアルコール	94.0											94.5						
	ソルビタンモノパルミテート	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	計	100.0																	
評価	安定化日数（日）	49	53	30	32	47	53	52	61	35	38	57	59	66	72	43	46	64	69
	低温安定性	◎	◎	○	○	◎	◎	◎	◎	○	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
		本発明品																	

【００２４】

表１～５の結果より、本発明に係る糖質系界面活性剤と結晶性化合物とを含有する試料は、低温安定性に優れていること、更に糖質系界面活性剤と結晶性化合物と共に、ＨＬＢ値が１０以下の非イオン性界面活性剤を配合した試料は、その低温安定性を良好に保持し得ることが確認された。

続いて、実施例を示すが、本発明はこれらの実施例に制限されるものではない。

【００２５】

実施例１　（育毛剤）

ペンタデカン酸グリセリド（結晶性化合物）	３％
酢酸ｄｌ－α－トコフェロール	０．１％
ソルビタンモノラウレート	４％
ジカプリル酸ピリドキシン	０．１％
サフラワー油	０．２％
コハク酸	０．２％
センブリ抽出ペースト	０．１％
ビオチン	０．００１％
ショ糖ミリスチン酸エステル	０．１％
ヒノキチオール	０．０５％
香　料	０．３％
９９．５％エタノール	残部

フロントページの続き

(74)代理人　100092369
　　弁理士　深谷　光敏
(72)発明者　横幕　敦司
　　東京都墨田区本所一丁目３番７号　ライオン株式会社内
(72)発明者　宮崎　　雅嗣
　　東京都墨田区本所一丁目３番７号　ライオン株式会社内
(72)発明者　三木　和之
　　東京都墨田区本所一丁目３番７号　ライオン株式会社内
(72)発明者　佐藤　政弘
　　東京都墨田区本所一丁目３番７号　ライオン株式会社内

審査官　森井　裕美

(56)参考文献　特開昭６１－０１５８１５（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０７－２５２１３４（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０７－０２６２４４（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０６－２９３６１４（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０６－１８３９４３（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０６－１１６１３４（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０４－１６９５１２（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０４－３３７３９７（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０４－３３２７９４（ＪＰ，Ａ）
　　特開昭６１－２７１２０５（ＪＰ，Ａ）
　　特開昭５９－０６７２１５（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０８－１８３７２４（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.^{7}，ＤＢ名)
　　A61K　7/00-7/50