

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6204670号  
(P6204670)

(45) 発行日 平成29年9月27日(2017.9.27)

(24) 登録日 平成29年9月8日(2017.9.8)

(51) Int.Cl.	F 1
A 6 1 K 8/73	(2006.01)
A 6 1 K 8/89	(2006.01)
A 6 1 Q 5/02	(2006.01)
A 6 1 Q 5/12	(2006.01)
A 6 1 Q 19/10	(2006.01)
	A 6 1 K 8/73
	A 6 1 K 8/89
	A 6 1 Q 5/02
	A 6 1 Q 5/12
	A 6 1 Q 19/10

請求項の数 12 (全 53 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2013-49353 (P2013-49353)	(73) 特許権者	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1 O号
(22) 出願日	平成25年3月12日(2013.3.12)	(74) 代理人	100078732 弁理士 大谷 保
(65) 公開番号	特開2014-40569 (P2014-40569A)	(74) 代理人	100089185 弁理士 片岡 誠
(43) 公開日	平成26年3月6日(2014.3.6)	(72) 発明者	松原 正樹 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株 式会社研究所内
審査請求日	平成28年1月5日(2016.1.5)	(72) 発明者	三好 英輔 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株 式会社研究所内
(31) 優先権主張番号	特願2012-56452 (P2012-56452)		
(32) 優先日	平成24年3月13日(2012.3.13)		
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		
(31) 優先権主張番号	特願2012-56453 (P2012-56453)		
(32) 優先日	平成24年3月13日(2012.3.13)		
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		
(31) 優先権主張番号	特願2012-163416 (P2012-163416)		
(32) 優先日	平成24年7月24日(2012.7.24)		
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		

最終頁に続く

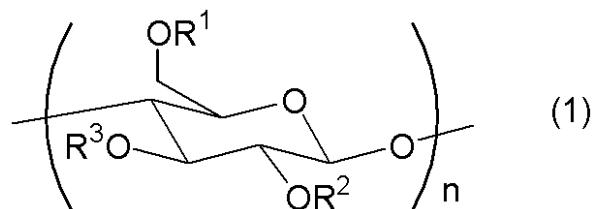
(54) 【発明の名称】カチオン化グリセロール化セルロース

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

下記一般式(1)で表されるアンヒドログルコース由来の主鎖を有し、かつ該アンヒドログルコース単位あたりのカチオン化アルキレンオキシ基の置換度が0.01~0.18であり、グリセロール基の置換度が0.5~5.0であり、25における1質量%水溶液の粘度が10~10000mPa·sであるカチオン化グリセロール化セルロース、界面活性剤、水、及び油剤を含有し、油剤の含有量が0.01~30質量%であり、油剤がシリコーン油を含む、界面活性剤組成物。

## 【化1】

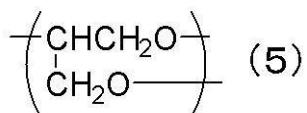
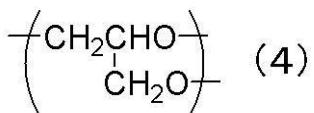
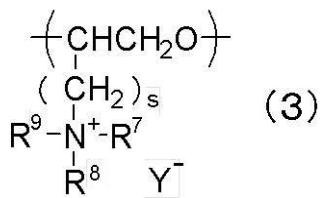
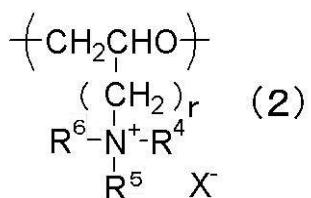


10

(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>は、それぞれ独立に、下記式(2)~(5)から選ばれる1種以上の繰り返し単位からなる置換基、又は水素原子を示し、分子中の全てのR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>が同時に水素原子となることはない。nはアンヒドログルコース由来の主鎖の平均重合度を示し、100~12000の数である。)

20

## 【化2】



10

(式中、式(2)又は(3)で表される繰り返し単位構造はカチオン化アルキレンオキシ基を示し、式(4)又は(5)で表される繰り返し単位構造はグリセロール基を示す。R<sup>4</sup>～R<sup>9</sup>は、それぞれ独立に炭素数1～3の直鎖又は分岐のアルキル基を示し、X<sup>-</sup>及びY<sup>-</sup>はアニオンを示し、r及びsは0～3のいずれかの整数である。式(2)～(5)で表される繰り返し単位構造において、酸素原子は、水素原子又は他の繰り返し単位の炭素原子と結合している。)

## 【請求項2】

20

カチオン化グリセロール化セルロースにおける炭素数7以上の炭化水素基の置換度が0.01未満である、請求項1に記載の界面活性剤組成物。

## 【請求項3】

カチオン化グリセロール化セルロースの25%における1質量%水溶液の粘度が20～6000mPa・sである、請求項1又は2に記載の界面活性剤組成物。

## 【請求項4】

カチオン化グリセロール化セルロースの含有量が0.01～10質量%である、請求項1～3のいずれかに記載の界面活性剤組成物。

## 【請求項5】

界面活性剤に対するカチオン化グリセロール化セルロースの質量比(カチオン化グリセロール化セルロース/界面活性剤)が0.0002～1.0である、請求項1～4のいずれかに記載の界面活性剤組成物。

30

## 【請求項6】

界面活性剤の含有量が0.1～80質量%である、請求項1～5のいずれかに記載の界面活性剤組成物。

## 【請求項7】

界面活性剤が、アルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル酢酸塩、スルホコハク酸アルキルエステル塩、アシルグルタミン酸塩、アシルイセチオネート、及びアシルメチルタウレートから選ばれる陰イオン性界面活性剤、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、脂肪酸アルカノールアミド、及びアルキルグリコシドから選ばれる非イオン性界面活性剤、及びアルキルジメチルアミノ酢酸ベタイン、脂肪酸アミドプロピルベタイン、及びアルキルヒドロキシスルホベタインから選ばれる両性界面活性剤から選ばれる1種以上である、請求項1～6のいずれかに記載の界面活性剤組成物。

40

## 【請求項8】

カチオン化グリセロール化セルロースのカチオン電荷密度が0.05mmol/g以上、0.64mmol/g以下である、請求項1～7のいずれかに記載の界面活性剤組成物

○

## 【請求項9】

請求項1～8のいずれかに記載の界面活性剤組成物の毛髪化粧料組成物としての利用。

50

**【請求項 10】**

請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の界面活性剤組成物の皮膚洗浄剤組成物としての利用。

**【請求項 11】**

毛髪すぎ時のすべり感とその持続感、乾燥後の毛髪にしっとり感と柔らかさを付与するための、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の界面活性剤組成物の毛髪化粧料としての使用。

**【請求項 12】**

乾燥後の皮膚に保湿感を付与するための、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の界面活性剤組成物の皮膚洗浄剤としての使用。

**【発明の詳細な説明】**

10

**【技術分野】****【0001】**

本発明は、カチオン化グリセロール化セルロース、それを含有する界面活性剤組成物、毛髪化粧料組成物及び皮膚洗浄剤組成物に関する。

**【背景技術】****【0002】**

毛髪は、生活環境（太陽光による紫外線や熱、乾燥）、日常のヘアケア行動（洗髪やブラッシング、ドライヤーによる熱）、化学的処理（カラーリング、パーマ等）によりダメージを受けており、毛髪が濡れた状態で擦れ合うと表面に大きな摩擦力を生じ、洗髪中にきしみやもつれを感じる。毛髪化粧料では、頭髪の汚れを落とすという基本機能に加え、すぎ時の指通り性、すべり性、すべりの持続感を向上させるために、コンディショニング剤として、一般にカチオン化ヒドロキシエチルセルロースに代表される、カチオン性ポリマーが配合される。

20

例えば、特許文献 1 には、第 4 級窒素含有基を導入したカチオン化ヒドロキシエチルセルロース、界面活性剤、植物油由来の水溶性エステル、及び疑似カチオン性ポリアミンからなる洗浄剤組成物が開示され、シャンプー等のヘアケア製品において洗浄後の毛髪を、きしみが少なく柔らかくする効果を発揮することが記載されている。

また、特許文献 2 には、カチオン性基の平均付加モル数が 0.2 ~ 0.5 であり、グリセロール基の平均付加モル数が 1 ~ 2.5 である、カチオン化グリセロール化セルロースを含む毛髪化粧料組成物が開示され、洗浄時の毛髪のくし通り性に優れることが挙げられている。

30

しかしながら、特許文献 1 及び 2 の技術は、すぎ時のすべり性とその持続感において、十分に満足できるレベルではなかった。

また、例えば、特許文献 3 には、アニオン性界面活性剤を 5 ~ 40 重量%、カチオン性高分子を 0.5 ~ 20 重量%、及び 2.5 の粘度が 1 ~ 10000 mPa · s である油剤を 0.1 ~ 20 重量% の割合で含有する皮膚洗浄剤組成物が、洗浄後の保湿効果や良好な感触を付与することが開示されている。

**【先行技術文献】****【特許文献】****【0003】**

40

【特許文献 1】特開 2006 - 347972 号公報

【特許文献 2】ドイツ特許第 3301667 号明細書

【特許文献 3】特開 2004 - 262838 号公報

**【発明の概要】****【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

本発明は、毛髪化粧料に配合すると、すぎ時に優れたすべり性とその持続感、乾燥後の毛髪にしっとり感と柔らかさを付与することができ、皮膚洗浄剤に配合すると、乾燥後に優れた保湿感を付与することができるカチオン化グリセロール化セルロース、それを含有する界面活性剤組成物、毛髪化粧料組成物及び皮膚洗浄剤組成物を提供することを課題

50

とする。

【課題を解決するための手段】

【0005】

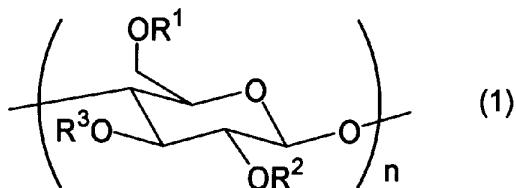
本発明者らは、特定のカチオン化グリセロール化セルロース、及びそれを含有する界面活性剤組成物により、前記課題を解決しうることを見出した。

すなわち、本発明は、次の[1]～[4]を提供する。

[1] 下記一般式(1)で表されるアンヒドログルコース由来の主鎖を有し、かつ該アンヒドログルコース単位あたりのカチオン化アルキレンオキシ基の置換度が0.01～0.18であり、グリセロール基の置換度が0.5～5.0である、カチオン化グリセロール化セルロース。10

【0006】

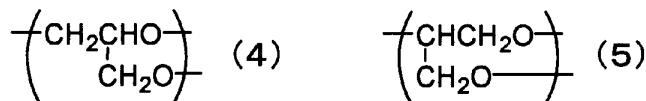
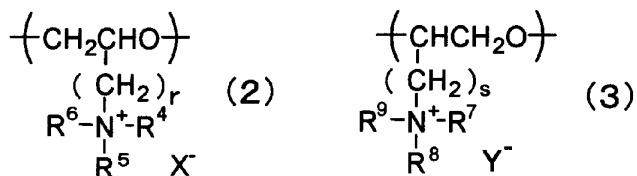
【化1】



(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>は、それぞれ独立に、下記式(2)～(5)から選ばれる1種以上繰り返し単位からなる置換基、又は水素原子を示し、分子中の全てのR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>が同時に水素原子となることはない。nはアンヒドログルコース由来の主鎖の平均重合度を示し、100～12000の数である。)20

【0007】

【化2】



【0008】

(式中、式(2)又は(3)で表される繰り返し単位構造はカチオン化アルキレンオキシ基を示し、式(4)又は(5)で表される繰り返し単位構造はグリセロール基を示す。R<sup>4</sup>～R<sup>9</sup>は、それぞれ独立に炭素数1～3の直鎖又は分岐のアルキル基を示し、X<sup>-</sup>及びY<sup>-</sup>はアニオンを示し、r及びsは0～3のいずれかの整数である。式(2)～(5)で表される繰り返し単位構造において、酸素原子は、水素原子又は他の繰り返し単位の炭素原子と結合している。)40

[2] 前記[1]のカチオン化グリセロール化セルロース、界面活性剤、及び水を含有する界面活性剤組成物。

[3] 前記[2]の界面活性剤組成物の毛髪化粧料組成物としての利用。

[4] 前記[2]の界面活性剤組成物の皮膚洗浄剤組成物としての利用。

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、毛髪化粧料に配合すると、すすぎ時に優れたすべり性とその持続感、乾燥後の毛髪にしっとり感と柔らかさを付与することができ、皮膚洗浄剤に配合すると、50

乾燥後に優れた保湿感を付与することができるカチオン化グリセロール化セルロース、それを含有する界面活性剤組成物、毛髪化粧料組成物及び皮膚洗浄剤組成物を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

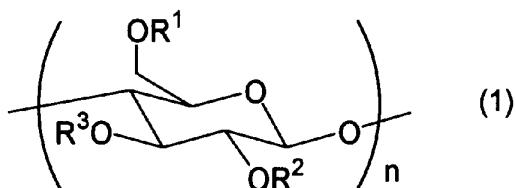
【0010】

【カチオン化グリセロール化セルロース】

本発明のカチオン化グリセロール化セルロース（以下、「CGC」ともいう）は、下記一般式（1）で表されるアンヒドログルコース由来の主鎖を有し、かつ該アンヒドログルコース単位あたりのカチオン化アルキレンオキシ基の置換度が0.01～0.18であり、グリセロール基の置換度が0.5～5.0である。 10

【0011】

【化3】

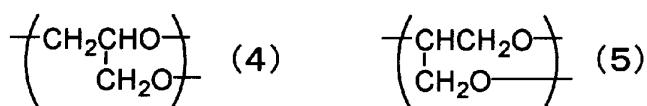
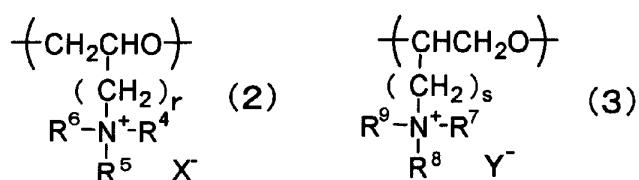


【0012】

一般式（1）中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>は、それぞれ独立に、下記式（2）～（5）から選ばれる1種以上の繰り返し単位からなる置換基、又は水素原子を示し、分子中の全てのR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>が同時に水素原子となることはない。nはアンヒドログルコース由来の主鎖の平均重合度を示し、100～12000の数である。 20

【0013】

【化4】



【0014】

式（2）～（5）において、式（2）又は（3）で表される繰り返し単位構造はカチオン化アルキレンオキシ基を示し、式（4）又は（5）で表される繰り返し単位構造はグリセロール基を示す。R<sup>4</sup>～R<sup>9</sup>は、それぞれ独立に炭素数1～3の直鎖又は分岐のアルキル基を示し、X<sup>-</sup>及びY<sup>-</sup>はアニオンを示し、r及びsは0～3のいずれかの整数である。式（2）～（5）で表される繰り返し単位構造において、酸素原子は、水素原子又は他の繰り返し単位の炭素原子と結合している。 40

【0015】

（置換基R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>）

前記一般式（1）において、置換基R<sup>1</sup>が、式（2）～（5）から選ばれる1種以上の繰り返し単位からなる置換基である場合、置換基R<sup>1</sup>は、式（2）～（5）から選ばれる複数の繰り返し単位からなる置換基であってもよいし、式（2）～（5）から選ばれるただ一つの繰り返し単位の酸素原子に、水素原子が結合した置換基であってもよい。

また、置換基R<sup>1</sup>が、式（2）～（5）から選ばれる複数の繰り返し単位からなる置換基である場合、繰り返し単位同士は、一方の繰り返し単位の酸素原子と他方の繰り返し單 50

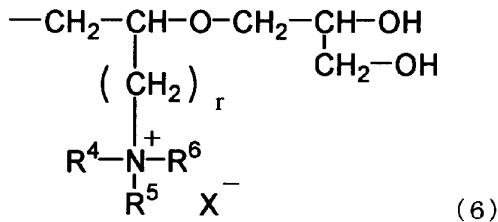
位の炭素原子とで結合しており、他の繰り返し単位の炭素原子と結合していない酸素原子、例えば置換基の末端に位置する酸素原子は、水素原子と結合している。

また、繰り返し単位の組合せに特に限定はなく、式(2)～(5)から選ばれる1種の繰り返し単位が複数結合していてもよいし、式(2)～(5)から選ばれる2～4種の繰り返し単位が結合していてもよい。一般式(1)中、R<sup>1</sup>がカチオン化アルキレンオキシ基及びグリセロール基を有する置換基である場合、カチオン化アルキレンオキシ基とグリセロール基の結合様式は、ブロック結合、ランダム結合、又は交互結合のいずれであってもよいが、製造の容易さの観点から、ブロック結合であることが好ましい。

式(2)～(5)から選ばれる複数の繰り返し単位からなる置換基の具体例としては、例えば、下記式(6)～(8)で表される構造を挙げることができる。

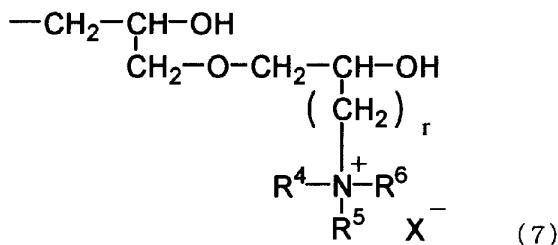
【 0 0 1 6 】

【化 5 】

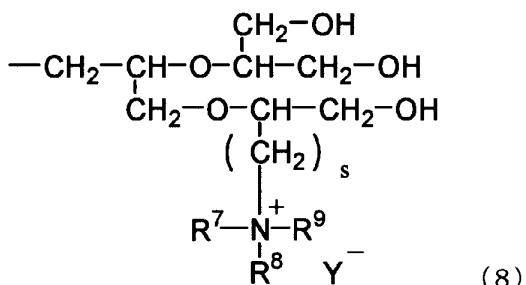


(6)

10



(7)



30

【 0 0 1 7 】

置換基 R<sup>1</sup>が式(2)～(5)から選ばれる1種以上の繰り返し単位からなる置換基である場合、その末端の炭素原子は、アンヒドログルコース由来の主鎖の水酸基の酸素原子に結合している。

なお、置換基 R<sup>1</sup>が式（2）～（5）から選ばれる1種以上の繰り返し単位からなる置換基である場合、該置換基は本発明の効果を損なわない範囲であれば、式（2）～（5）の繰り返し単位以外の構造の繰り返し単位を含んでいてもよい。

置換基  $R^2$  が式(2)～(5)から選ばれる 1 種以上の繰り返し単位からなる置換基である場合の該置換基の態様は、前述の置換基  $R^1$  が式(2)～(5)から選ばれる 1 種以上の繰り返し単位からなる置換基である場合の態様と同様である。

置換基  $R^3$  が式(2)～(5)から選ばれる 1 種以上の繰り返し単位からなる置換基である場合の該置換基の態様は、前述の置換基  $R^1$  が式(2)～(5)から選ばれる 1 種以上の繰り返し単位からなる置換基である場合の態様と同様である。

置換基 R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、及び R<sup>3</sup>はそれぞれ独立であり、互いに同一でもよく異なっていてもよいが、分子中のすべての置換基 R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、及び R<sup>3</sup>が同時に水素原子であることはない。

40

50

い。

### 【0018】

(式(2)又は(3)で表されるカチオン化アルキレンオキシ基)

前記式(2)及び(3)において、 $R^4 \sim R^9$ は、それぞれ独立に炭素数1～3の直鎖又は分岐のアルキル基であり、その具体例としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基及びイソプロピル基が挙げられる。これらの中では、CGCの水溶性の観点から、メチル基又はエチル基が好ましく、メチル基がより好ましい。

式(2)及び(3)において、 $X^-$ 及び $Y^-$ は、4級アンモニウムイオンの対イオンであるアニオンを示す。 $X^-$ 及び $Y^-$ はアニオンであれば特に限定されず、具体例としてはアルキル(炭素数1以上3以下)硫酸イオン、硫酸イオン、リン酸イオン、脂肪酸イオン(炭素数1以上3以下)、及びハロゲン化物イオン等が挙げられる。

これらの中では、製造の容易さの観点から、アルキル(炭素数1以上3以下)硫酸イオン、硫酸イオン及びハロゲン化物イオンから選ばれる1種以上が好ましく、ハロゲン化物イオンがより好ましい。ハロゲン化物イオンとしては、フッ化物イオン、塩化物イオン、臭化物イオン及びヨウ化物イオンが挙げられるが、CGCの水溶性及び化学的安定性の観点から、塩化物イオン、臭化物イオンが好ましく、塩化物イオンがより好ましい。

r及びsは0～3のいずれかの整数を示す。原料の入手の容易さの観点から、r及びsは1であることが好ましい。

### 【0019】

(カチオン化アルキレンオキシ基の置換度)

本発明において、カチオン化アルキレンオキシ基の置換度(以下、「MS(N+)」ともいう)とは、CGCの分子中に存在するカチオン化アルキレンオキシ基の数の、主鎖を構成するアンヒドログルコース単位1つあたりに対する平均値をいう。MS(N+)は、後述の実施例に記載の方法により測定され、算出される。

本発明のカチオン化グリセロール化セルロースにおけるMS(N+)は0.01～0.18である。MS(N+)がこの範囲であれば、本発明のCGCを含む界面活性剤組成物で対象物、特に毛髪を処理した後のすすぎ時において良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを十分に得ることができ、また皮膚を洗浄した後の保湿感を得ることができる。この観点から、MS(N+)は好ましくは0.03以上、より好ましくは0.06以上、更に好ましくは0.08以上、より更に好ましくは0.1以上であり、好ましくは0.17以下、より好ましくは0.16以下、更に好ましくは0.15以下である。

また、上記の良好なすべり性、持続感、及び保湿感を得る観点から、MS(N+)は好ましくは0.03～0.17、より好ましくは0.06～0.16、更に好ましくは0.08～0.15、より更に好ましくは0.1～0.15である。

### 【0020】

(カチオン化アルキレンオキシ基の直接置換度:DS(N+))

本発明のCGCにおいて、アンヒドログルコース由来の主鎖の水酸基に直接置換したカチオン化アルキレンオキシ基の数の該アンヒドログルコース1つ当たりの平均値を、カチオン化アルキレンオキシ基の直接置換度(DS(N+))という。

DS(N+)は、本発明のCGCを含む界面活性剤組成物で対象物、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、その値は0.001以上が好ましく、0.020以上がより好ましい。DS(N+)の値は、その定義上、前記MS(N+)の上限を超えることはない。なお、本発明において、DS(N+)は、具体的には、実施例に記載の方法により算出される。

### 【0021】

(グリセロール基の置換度)

本発明においてグリセロール基の置換度(以下、「MS(Gly)」ともいう)とは、CGC分子中に存在するグリセロール基の数の、主鎖を構成するアンヒドログルコース単

10

20

30

40

50

位1つあたりに対する平均値をいう。MS(G1y)は、後述の実施例に記載の方法により測定され、算出される。

本発明のカチオン化グリセロール化セルロースのMS(G1y)は0.5~5.0である。MS(G1y)がこの範囲であれば、本発明のCGCを含む界面活性剤組成物で対象物、特に毛髪を処理した後のすすぎ時において良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得ることができる。また、MS(G1y)がこの範囲であれば、CGCの界面活性剤組成物への溶解性が高いため、配合が容易である。これらの観点から、MS(G1y)は0.6以上が好ましく、0.8以上がより好ましく、1.0以上が更に好ましい。上記観点及び本発明のCGCのコストの観点から、MS(G1y)は4.0以下が好ましく、3.0以下がより好ましく、2.5以下が更に好ましく、2.0以下がより更に好ましい。  
10

また、上記の良好なすべり性、持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさ及び保湿感を得る観点、並びにCGCの界面活性剤組成物への溶解性の観点から、MS(G1y)は0.6~4.0が好ましく、0.8~3.0がより好ましく、0.8~2.5が更に好ましく、1.0~2.0がより更に好ましい。

#### 【0022】

(グリセロール基の直接置換度：DS(G1y))

本発明のCGCにおいてアンヒドログルコース由来の主鎖の水酸基に直接置換したグリセロール基の数の該アンヒドログルコース1つ当たりの平均値を、グリセロール基の直接置換度(DS(G1y))という。  
20

DS(G1y)は、CGCの界面活性剤組成物への溶解性、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、0.1以上が好ましく、0.6以上がより好ましく、0.7以上が更に好ましい。DS(G1y)の値は、その定義上、前記MS(G1y)の上限を超えることはない。なお、本発明において、DS(G1y)は、具体的には、実施例に記載の方法により算出される。

#### 【0023】

(その他の置換基)

本発明のCGCにおいて、カチオン化アルキレンオキシ基、及びグリセロール基以外に置換していくてもよい置換基としては、疎水基が挙げられる。ここで疎水基とは、炭素数7以上の炭化水素基を指す。炭化水素基としては、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、アルカリール基等が挙げられる。  
30

本発明のCGCにおいて、疎水基の置換度は、製造の容易さの観点から0.01未満であることが好ましく、0.005以下であることがより好ましく、0.001以下であることが更に好ましく、0であることがより更に好ましい。

疎水基の置換度とは、CGCの分子中に存在する前記疎水基の数の、主鎖を構成するアンヒドログルコース単位1つあたりに対する平均値をいう。

疎水基の置換度は、Analytical Chemistry, Vol.51, No.13, 2172(1979)、「第十五改正日本薬局方(ヒドロキシプロピルセルロースの分析方法の項)」等に記載の、セルロースエーテルのアルコキシ基の平均付加モル数を分析する手法として知られるZiesel法に準じた方法で得られるCGC中に含有される、疎水基の含有量%(質量%)から算出することができる。  
40

本発明のCGCは、製造の容易さの観点からカチオン化アルキレンオキシ基及びグリセロール基以外の置換基を本質的に含まないことが好ましい。

#### 【0024】

(カチオン電荷密度)

本発明のCGCは、本発明のCGCを含む界面活性剤組成物で対象物、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、カチオン電荷密度は好ましくは0.05mmol/g以上、より好ましくは0.1mmol/g以上、更に好まし  
50

くは0.2mmol/g以上、より更に好ましくは0.25mmol/g以上、特に好ましくは0.3mmol/g以上であり、好ましくは0.8mmol/g以下、より好ましくは0.7mmol/g以下、更に好ましくは0.6mmol/g以下、特に好ましくは0.5mmol/g以下である。

また、上記の良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさ、保湿感を得る観点から、カチオン電荷密度は好ましくは0.05~0.8mmol/g、より好ましくは0.1~0.7mmol/gであり、更に好ましくは0.2~0.6mmol/gであり、特に好ましくは0.3~0.5mmol/gである。

本発明において、カチオン電荷密度とは、CGC 1gあたりに含まれる、カチオン電荷のモル数をいい、下記計算式より、算出される。 10

$$\text{カチオン電荷密度 (mmol/g)} = \text{MS(N+)} / (74.1 \times \text{MS(Gly)} + a \times \text{MS(N+)} + 162.1) \times 1000$$

(式中、74.1、及び162.1は、それぞれグリセロール基の分子量、アンヒドログルコース単位の分子量であり、aはカチオン化アルキレンオキシ基の分子量を示す。)

#### 【0025】

##### (CGCの平均重合度)

本発明のCGCにおいて、アンヒドログルコース由来の主鎖の平均重合度nとは、実施例に記載の銅-アンモニア法により測定される粘度平均重合度をいう。平均重合度nはCGCの原料となるセルロースの平均重合度や、CGCの製造方法によって異なるが、100以上12000以下であれば、特に本発明のCGCで毛髪を処理した後のすぎ時に、良好なすべり性及びその持続感が得られる。 20

前記平均重合度nは、特に毛髪を処理した後のすぎ時における良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、好ましくは200以上、より好ましくは500以上、更に好ましくは1000以上である。また、本発明のCGC、及びCGCを配合した界面活性剤組成物のハンドリング性の観点から、前記平均重合度nは好ましくは10000以下、より好ましくは5000以下、更に好ましくは2500以下である。

また、上記の良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさ、保湿感を得る観点、並びに上記のハンドリング性の観点から、前記平均重合度nは好ましくは200~10000、より好ましくは500~5000、更に好ましくは1000~2500である。 30

#### 【0026】

##### (カチオン化グリセロール化セルロースの水溶液粘度)

本発明において、水溶液粘度とは、B型粘度計を用い、25において測定した1質量%水溶液の粘度をいい、具体的には、実施例に記載の方法により測定される。

一般にセルロース誘導体の平均重合度nと、そのセルロース誘導体の水溶液粘度は相関があり、平均重合度nが高いほど水溶液粘度が高いことが知られている。水溶液粘度は平均重合度のみならず、溶質の電荷密度、不溶性分・半可溶成分の存在、架橋等によって変化するが、CGCの水溶液粘度は、特に毛髪を処理した後のすぎ時における良好なすべり性及びその持続感を得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、好ましくは1mPa·s以上、より好ましくは10mPa·s以上、更に好ましくは20mPa·s以上である。また、配合した界面活性剤組成物のハンドリング性の観点から、CGCの水溶液粘度は好ましくは100000mPa·s以下、より好ましくは10000mPa·s以下、更に好ましくは6000mPa·s以下である。 40

また、上記の良好なすべり性及びその持続感、保湿感を得る観点、並びに上記のハンドリング性の観点から、CGCの水溶液粘度は、好ましくは1~100000mPa·s、より好ましくは10~10000mPa·s、更に好ましくは20~6000mPa·sである。

#### 【0027】

50

## [ C G C の製造 ]

本発明の C G C は、セルロースを、本発明の C G C のカチオン化アルキレンオキシ基に対応するカチオン化剤（以下、単に「カチオン化剤」ともいう）、及びグリセロール化剤と反応させることにより製造できる。ここで、グリセロール化反応及びカチオン化反応の順序は特に限定されず、どちらを先に行ってもよく、同時に使ってもよく、交互に繰り返し行ってもよい。

以下、本発明の C G C の製造原料に用いられるセルロース、カチオン化剤、及びグリセロール化剤について詳細を述べる。

## 【 0 0 2 8 】

## &lt; 原料セルロース &gt;

10

本発明の C G C の原料に用いられるセルロース（以下、「原料セルロース」ともいう）の種類に特に制限はないが、セルロース純度、重合度、及び入手の容易さの観点から、各種木材チップ；木材から製造されるウッドパルプ、綿の種子の周囲の纖維から得られるコットンリンターパルプ等のパルプ類が好ましい。

原料セルロースの平均重合度は、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、好ましくは 100 以上、より好ましくは 200 以上、更に好ましくは 500 以上、より更に好ましくは 1000 以上であり、同様の観点から、好ましくは 12000 以下、より好ましくは 10000 以下、更に好ましくは 5000 以下、より更に好ましくは 2500 以下である。また、上記の良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさ、保湿感を得る観点から、原料セルロースの平均重合度は、好ましくは 100 ~ 12000 、より好ましくは 200 ~ 10000 、更に好ましくは 500 ~ 5000 、より更に好ましくは 1000 ~ 2500 である。

20

なお、原料セルロースの平均重合度とは実施例に記載の銅 - アンモニア法等により測定される粘度平均重合度をいう。

原料セルロースの形状は、製造装置内への導入に支障がない限り特に限定されないが、操作上の観点から、シート状、ペレット状又はチップ状や、粉末状であることが好ましく、チップ状又は粉末状がより好ましく、粉末状が更に好ましい。

## 【 0 0 2 9 】

## &lt; グリセロール化剤 &gt;

30

本発明の C G C の製造に用いられるグリセロール化剤としては、グリシドール；3 - クロロ - 1 , 2 - プロパンジオール、3 - プロモ - 1 , 2 - プロパンジオール等の 3 - ハロ - 1 , 2 - プロパンジオール；グリセリン；グリセリンカーボネート等が挙げられる。これらの中では、塩が副生しないこと、及び反応性の観点から、グリシドールが好ましい。

これらのグリセロール化剤は、単独で又は 2 種以上を組み合わせて用いることができる。

使用するグリセロール化剤の量は、所望する M S ( G l y ) を考慮して適宜選択すればよいが、C G C の水溶性、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、原料セルロースのアンヒドログルコース単位（以下、「A G U」ともいう）1 モルに対し、0 . 2 モル以上が好ましく、0 . 4 モル以上がより好ましく、1 モル以上が更に好ましく、60 モル以下が好ましく、20 モル以下がより好ましく、10 モル以下が更に好ましい。また、上記の良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさ、保湿感を得る観点から、使用するグリセロール化剤の量は、A G U 1 モルに対し、0 . 2 ~ 60 モルが好ましく、0 . 4 ~ 20 モルがより好ましく、1 ~ 10 モルが更に好ましい。

40

グリセロール化剤の添加方法は、一括、間欠、連続のいずれでもよいが、原料セルロースへのグリセロール化剤の反応収率を高める観点から、連続添加が好ましい。

## 【 0 0 3 0 】

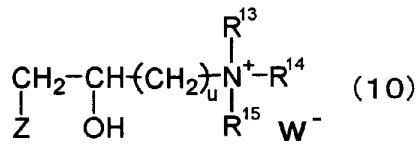
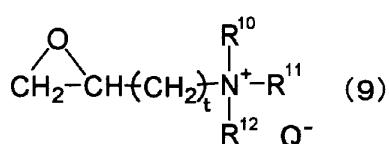
## &lt; カチオン化剤 &gt;

50

本発明の C G C の製造に用いられるカチオン化剤としては、下記一般式(9)及び(10)で表される化合物等が挙げられる。

## 【0031】

## 【化6】



## 【0032】

10

一般式(9)及び(10)中、 $\text{R}^{10} \sim \text{R}^{15}$ 及びその好ましい態様は、前記一般式(2)及び(3)の $\text{R}^4 \sim \text{R}^9$ と同様である。 $t$ 、 $u$ 及びその好ましい態様は、前記式(2)の $r$ と同様である。 $\text{Q}^-$ 、 $\text{W}^-$ 及びその好ましい態様は、前記式(2)の $X^-$ と同様である。 $Z$ はハロゲン原子を示す。 $\text{R}^{10} \sim \text{R}^{15}$ は互いに同一であっても異なっていてもよい。

## 【0033】

20

前記一般式(9)及び(10)で表される化合物の具体例としては、グリシジルトリメチルアンモニウム、グリシジルトリエチルアンモニウム、グリシジルトリプロピルアンモニウムのそれぞれ塩化物、臭化物又はヨウ化物や、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウム、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリエチルアンモニウム、又は3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリプロピルアンモニウムのそれぞれ塩化物、3-ブロモ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウム、3-ブロモ-2-ヒドロキシプロピルトリエチルアンモニウム、又は3-ブロモ-2-ヒドロキシプロピルトリプロピルアンモニウムのそれぞれ臭化物や、3-ヨード-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウム、3-ヨード-2-ヒドロキシプロピルトリエチルアンモニウム、又は3-ヨード-2-ヒドロキシプロピルトリプロピルアンモニウムのそれぞれヨウ化物が挙げられる。

これらの中では、原料の入手性及び化学的安定性の観点から、グリシジルトリメチルアンモニウム又はグリシジルトリエチルアンモニウムの塩化物又は臭化物；3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウム又は3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリエチルアンモニウムの塩化物；3-ブロモ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウム又は3-ブロモ-2-ヒドロキシプロピルトリエチルアンモニウムの臭化物が好ましく、グリシジルトリメチルアンモニウム塩化物又は3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウム塩化物がより好ましい。

30

これらのカチオン化剤は、単独で又は2種以上を組み合わせて用いることができる。

## 【0034】

使用するカチオン化剤の量は、所望するMS( $\text{N}^+$ )と反応収率とを考慮して適宜選択すればよいが、CGCの水溶性、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、原料セルロースのAGU1モルに対し0.01モル以上が好ましく、0.03モル以上がより好ましく、0.05モル以上が更に好ましく、10モル以下が好ましく、8モル以下がより好ましく、5モル以下が更に好ましい。また、上記の良好なすべり性及びその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさ、保湿感を得る観点から、使用するカチオン化剤の量は、原料セルロースのAGU1モルに対し0.01~10モルが好ましく、0.03~8モルがより好ましく、0.05~5モルが更に好ましい。

40

カチオン化剤の添加方法は一括、間欠、連続のいずれでもよいが、原料セルロースへのカチオン化の反応収率を高める観点から、連続添加が好ましい。

## 【0035】

<カチオン化グリセロール化セルロース(CGC)の製造方法>

原料セルロースを、カチオン化剤及びグリセロール化剤と反応させることにより、本発明のCGCを製造できる。その製造方法は特に限定されないが、一般にセルロースは高い

50

結晶性を持つため、反応性に乏しい。よって、その結晶性を低下させ、反応性を改善させる処理を行うことが好ましい。そのような CGC の製造方法としては、例えば、以下の方法 (i) ~ (iii) を挙げることができる。

方法 (i) : 一般にアルセル化又はマーセル化と呼ばれる活性化方法、即ち、原料セルロースと大量の水、及び大過剰のアルカリ金属水酸化物を混合して、アルカリセルロースを得た後、カチオン化剤及びグリセロール化剤と反応させる方法。

方法 (ii) : セルロースを例えば、テトラブチルアンモニウムフルオリドを含むジメチルスルホキシド、パラホルムアルデヒドを含むジメチルスルホキシド、塩化リチウムを含むジメチルアセトアミド等、「セルロースの事典、編者：セルロース学会、発行所：株式会社朝倉書店」、Macromol. Chem. Phys. 201, 627 - 631 (2000) 等に記載されるセルロースの溶解が可能な溶媒を用い、原料セルロースを均一に溶解させ、その後原料セルロースとカチオン化剤、及びグリセロール化剤を反応させる方法。10

方法 (iii) : 前記 (i) や (ii) の方法のように、過剰の水や溶媒を用いず、粉末、ペレット状又はチップ状の原料セルロースとカチオン化剤、及びグリセロール化剤をアルカリ共存下に反応させる方法。

上記方法 (i) ~ (iii) の中では、操作性・生産性の観点、毛髪処理後のすすぎ時におけるすべり性とその持続感を得る観点、及び皮膚洗浄後の保湿感を得る観点から、上記方法 (iii) が好ましい。以下、上記方法 (iii) についてより具体的に説明する。20

#### 【0036】

上記方法 (iii) は、下記工程 (1) 及び (2) を行って、セルロースの反応活性化を行った後、グリセロール化反応及びカチオン化反応を行い、CGC を製造する方法である。20

工程 (1) : 原料セルロースの AGU 1 モルに対し、0.6 モル当量以上 1.5 モル当量以下のアルカリ化合物の存在下、原料セルロースに対し 10 質量 % 以下の水の存在下で、原料セルロースを粉碎し、セルロース粉末混合物を得る工程

工程 (2) : 工程 (1) で得られたセルロース粉末混合物に水を添加し、該セルロース粉末混合物中の水分量を、工程 (1) で用いた原料セルロースに対して 30 質量 % 以上 10 質量 % 以下に調整して、粉末状のアルカリセルロースを得る工程30

#### 【0037】

##### (工程 (1))

工程 (1) における粉碎時の水分量は、少ない方が好ましく、粉碎時の水分量の下限は原料セルロースに対して 0 質量 % であるが、水分を 0 質量 % にすることは困難である。よって該水分量は原料セルロースに対して 0.01 質量 % 以上が好ましく、0.1 質量 % 以上がより好ましく、1 質量 % 以上が更に好ましい。また、粉碎時の水分量は、原料セルロースに対して 10 質量 % 以下であることが好ましく、7 質量 % 以下であることがより好ましく、6 質量 % 以下であることが更に好ましい。また、工程 (1) における粉碎時の水分量は、原料セルロースに対して 0.01 ~ 1.0 質量 % であることが好ましく、0.1 ~ 7 質量 % であることがより好ましく、1 ~ 6 質量 % であることが更に好ましい。

工程 (1) で用いられるアルカリ化合物としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム等のアルカリ金属水酸化物、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム等のアルカリ土類金属水酸化物、トリメチルアミン、トリエチルアミン等の 3 級アミン類等が挙げられる。これらの中ではアルカリ金属水酸化物、又はアルカリ土類金属水酸化物が好ましく、アルカリ金属水酸化物がより好ましく、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムが更に好ましい。これらのアルカリ化合物は、単独で又は 2 種以上を組み合わせて用いることができる。40

粉碎時のアルカリ化合物の量は、セルロースの反応活性の向上、及び後述するグリセロール化反応又はカチオン化反応時のグリセロール化剤、又はカチオン化剤基準の反応選択性の観点から、原料セルロースの AGU 1 モルに対して、0.6 モル当量以上が好ましく、0.7 モル当量以上がより好ましく、0.8 モル当量以上が更に好ましい。また、粉碎50

時のアルカリ化合物の量は、セルロースの反応活性の向上、及び後述するグリセロール化反応又はカチオン化反応時のグリセロール化剤、又はカチオン化剤基準の反応選択性の観点から、原料セルロースの A G U 1 モルに対して、1 . 5 モル当量以下が好ましく、1 . 3 モル当量以下がより好ましく、1 . 2 モル当量以下が更に好ましい。

上記のセルロースの反応活性の向上、及び上記の反応選択性の観点から、粉碎時のアルカリ化合物の量は、原料セルロースの A G U 1 モルに対して、0 . 6 ~ 1 . 5 モル当量が好ましく、0 . 7 ~ 1 . 3 モル当量がより好ましく、0 . 8 ~ 1 . 2 モル当量が更に好ましい。

アルカリ化合物の添加方法に特に限定はなく、一括添加でも、分割添加でもよい。

アルカリ化合物を添加する際の形態に特に制限はないが、粉碎効率の観点から、固体であることが好ましい。アルカリ化合物を固体の状態で添加する場合、製造時の取り扱い性の観点、及びアルカリ化合物を原料セルロース中に均一に分散させる観点から、アルカリ化合物はペレット状、粒状又は粉末状であることが好ましく、ペレット状又は粒状であることがより好ましい。なお、アルカリ化合物が固体であることは、水分を含まないことを意味しない。空気中の水分の吸湿等により、水分を含有していてもよい。

#### 【 0 0 3 8 】

工程(1)で用いられる粉碎機に特に制限はなく、原料セルロースを粉末化でき、アルカリ化合物を原料セルロース中に可及的に分散可能な装置であればよい。

粉碎機の具体例としては、高圧圧縮ロールミルや、ロール回転ミル等のロールミル、リングローラーミル、ローラーレースミル又はボールレースミル等の豊型ローラーミル、転動ボールミル、振動ボールミル、振動ロッドミル、振動チューブミル、遊星ボールミル又は遠心流動化ミル等の容器駆動媒体ミル、塔式粉碎機、攪拌槽式ミル、流通槽式ミル又はアニュラー式ミル等の媒体攪拌式ミル、高速遠心ローラーミルやオングミル等の圧密せん断ミル、乳鉢、石臼、マスコロイダー、フレットミル、エッジランナーミル、ナイフミル、ピンミル、カッターミル等が挙げられる。

これらの中では、セルロースの粉碎効率、及び生産性の観点から、容器駆動式媒体ミル又は媒体攪拌式ミルが好ましく、容器駆動式媒体ミルがより好ましく、振動ボールミル、振動ロッドミル又は振動チューブミル等の振動ミルが更に好ましく、振動ロッドミルがより更に好ましい。粉碎方法としては、バッチ式、連続式のどちらでもよい。

#### 【 0 0 3 9 】

粉碎に用いる装置及び/又は媒体の材質に特に制限はなく、例えば、鉄、ステンレス、アルミナ、ジルコニア、炭化珪素、チッ化珪素、ガラス等が挙げられるが、原料セルロースの粉碎効率の観点から、鉄、ステンレス、ジルコニア、炭化珪素、窒化珪素が好ましく、更に工業的な利用の観点から、特に鉄又はステンレスが好ましい。

原料セルロースの粉碎効率の観点から、用いる装置が振動ミルであって、媒体がロッドの場合には、ロッドの外径としては、粉碎効率の観点から好ましくは0 . 1 m m以上、より好ましくは0 . 5 m m以上であり、好ましくは1 0 0 m m以下、より好ましくは5 0 m m以下である。また、粉碎効率の観点から、ロッドの外径は好ましくは0 . 1 ~ 1 0 0 m m、より好ましくは0 . 5 ~ 5 0 m mである。

ロッドの充填率は、振動ミルの機種により好適な範囲が異なるが、好ましくは1 0 %以上、より好ましくは1 5 %以上であり、好ましくは9 7 %以下、より好ましくは9 5 %以下である。また、好ましくは1 0 ~ 9 7 %、より好ましくは1 5 ~ 9 5 %である。充填率がこの範囲内であれば、セルロースとロッドとの接触頻度が向上するとともに、媒体の動きを妨げずに、粉碎効率を向上させることができる。ここで充填率とは、振動ミルの攪拌部の容積に対するロッドの見かけの体積をいう。

#### 【 0 0 4 0 】

粉碎時の温度に特に限定はないが、セルロースの分解抑制の観点、及び操作コストの観点から、- 1 0 0 以上が好ましく、0 以上がより好ましく、3 0 以上が更に好ましく、2 0 0 以下が好ましく、1 0 0 以下がより好ましく、7 0 以下が更に好ましい。また、上記セルロースの分解抑制の観点、及び操作コストの観点から、粉碎時の温度は

10

20

30

40

50

- 100 ~ 200 が好ましく、0 ~ 100 がより好ましく、30 ~ 70 が更に好ましい。

粉碎の時間は、原料セルロースが粉末化されるよう、適宜調整すればよい。粉碎の時間は、用いる粉碎機や使用するエネルギー量等によって変わるが、通常1分以上、12時間以下であり、十分な粉碎を行う観点から、3分間以上が好ましく、4分間以上がより好ましく、5分間以上が更に好ましく、また生産性の観点から、3時間以下が好ましく、1時間以下がより好ましく、20分間以下が更に好ましい。また、粉碎の時間は、十分な粉碎を行う観点及び生産性の観点から、3分間～3時間が好ましく、4分間～1時間がより好ましく、5分間～20分間が更に好ましい。

#### 【0041】

10

#### (工程(2))

工程(2)は、工程(1)で得られたセルロース粉末混合物に水を添加し、該セルロース粉末混合物中の水分量を、工程(1)で用いた原料セルロースに対して30質量%以上100質量%以下に調整することで、粉末状のアルカリセルロースを得る工程である。水をセルロース粉末混合物中に均一に分散させる観点から、水をセルロース粉末混合物中に添加後、攪拌混合するか、又はセルロース粉末混合物を攪拌しながら、水を添加し混合することが好ましい。

水の添加方法に特に限定はなく、一括添加でも、分割添加でもよい。水を一括で添加する場合は、噴霧することが好ましい。

上記のアルカリ化合物の添加、水の添加、及び熟成は、生成するアルカリセルロースの着色を避ける観点から、必要に応じて窒素等の不活性ガス雰囲気で行うことが好ましい。

20

#### 【0042】

#### (グリセロール化反応及びカチオン化反応)

前記工程(1)及び(2)より製造されたアルカリセルロース(以下、単に「アルカリセルロース」ともいう)と、前記のグリセロール化剤及びカチオン化剤とを反応させて、グリセロール化反応及びカチオン化反応を行うことにより、CGCを得ることができる。

グリセロール化剤及びカチオン化剤をアルカリセルロースに添加する際の添加方法に特に制限はなく、一括、分割、連続的添加でも、又はこれらの組み合わせ添加でもよい。グリセロール化剤及びカチオン化剤をアルカリセルロースに効率的に分散させるという観点からは、アルカリセルロースを攪拌しながら、グリセロール化剤及びカチオン化剤を連続添加又は分割添加することが好ましい。

30

添加時のグリセロール化剤及びカチオン化剤の形態にも特に制限はない。グリセロール化剤及びカチオン化剤が液体状態である場合はそのまま用いてもよいし、水や非水溶剤等のグリセロール化剤やカチオン化剤の良溶剤で希釈した形で用いてもよい。

希釈に用いる非水溶剤としては、一般的に使用されるイソプロパノール、tert-ブタノール等の2級又は3級の炭素数3又は4の低級アルコール；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等の炭素数3以上6以下のケトン；テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、エチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル等のエーテル溶媒；ジメチルスルホキシド等の非プロトン性極性溶剤等が挙げられる。

40

グリセロール化反応及びカチオン化反応は、グリセロール化剤及びカチオン化剤の反応収率の観点から、非水溶剤の存在下に行うこともできる。その非水溶剤としては、上記と同じ非水溶剤を用いることができる。

これらの非水溶剤の使用量は、非水溶剤の添加効果の観点から、工程(1)の原料セルロースに対し、好ましくは0質量%以上、より好ましくは30質量%以上、更に好ましくは50質量%以上であり、生産性及びグリセロール化剤及びカチオン化剤の反応収率の観点から、好ましくは100質量%以下、より好ましくは300質量%以下、更に好ましくは200質量%以下である。また、非水溶剤の添加効果の観点、生産性及び上記の反応収率の観点から、非水溶剤の使用量は、工程(1)の原料セルロースに対し、好ましくは0～1000質量%、より好ましくは30～300質量%、更に好ましくは50～200

50

質量%である。

#### 【0043】

グリセロール化反応及びカチオン化反応の装置としては、攪拌が可能なレディゲミキサー等のミキサーや、粉体、高粘度物質、樹脂等の混練に用いられる、いわゆるニーダー等の混合機を挙げることができる。

グリセロール化反応及びカチオン化反応時の温度は、反応速度の観点から、0以上が好ましく、20以上がより好ましく、30以上が更に好ましく、グリセロール化剤、カチオン化剤、又はアルカリセルロースの分解抑制の観点から、200以下が好ましく、100以下がより好ましく、80以下が更に好ましい。また、反応速度及び上記のグリセロール化剤、カチオン化剤、又はアルカリセルロースの分解抑制の観点から、グリセロール化反応及びカチオン化反応時の温度は、0~200が好ましく、20~100がより好ましく、30~80が更に好ましい。  
10

反応時間は、グリセロール化剤及びカチオン化剤の反応速度、所望のエーテル基の導入量等により適宜調整すればよい。反応時間は通常0.1時間以上、72時間以下であり、グリセロール化剤及びカチオン化剤の反応収率の観点から、0.2時間以上が好ましく、0.5時間以上がより好ましく、1時間以上が更に好ましく、生産性の観点から、36時間以下が好ましく、18時間以下がより好ましく、12時間以下が更に好ましい。また、上記のグリセロール化剤、カチオン化剤、又はアルカリセルロースの分解抑制の観点、及び生産性の観点から、反応時間は通常0.1~72時間であり、0.2~36時間が好ましく、0.5~18時間がより好ましく、1~12時間が更に好ましい。  
20

なお、グリセロール化反応及びカチオン化反応は、着色、及びアンヒドログルコース由来の主鎖の分子量低下を抑制する観点から、必要に応じて窒素等の不活性ガス雰囲気で行うことが好ましい。

#### 【0044】

グリセロール化反応及びカチオン化反応の順序に特に限定はない。

反応終了後は、酸を用いてアルカリを中和することができる。酸としては、硫酸、塩酸、リン酸等の無機酸、酢酸、乳酸等の有機酸を用いることができる。

得られたCGCは、必要に応じて、濾過等により分別したり、熱水、含水イソプロピルアルコール、含水アセトン溶媒等で洗浄して未反応のカチオン化剤やグリセロール化剤、カチオン化剤やグリセロール化剤由来の副生物、中和等により副生した塩類を除去したりしてから使用することもできる。その他、精製方法としては、再沈殿精製、遠心分離、透析等一般的な精製方法を用いることができる。  
30

#### 【0045】

##### [界面活性剤組成物]

本発明の界面活性剤組成物は、本発明のCGCと界面活性剤と水を含有する。

##### <CGC>

本発明の界面活性剤組成物中におけるCGCの含有量は、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における優れたすべり性とその持続感を得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、0.01質量%以上が好ましく、0.05質量%以上がより好ましく、0.10質量%以上が更に好ましい。また、界面活性剤組成物のハンドリング性の観点から、10質量%以下が好ましく、5質量%以下がより好ましく、1質量%以下が更に好ましい。また、優れた滑り性、持続感、及び保湿感を得る観点から、界面活性剤組成物中のCGCの含有量は、0.01~10質量%が好ましく、0.05~5質量%がより好ましく、0.10~1質量%が更に好ましい。  
40

#### 【0046】

##### <界面活性剤>

本発明の界面活性剤組成物は、1種以上の界面活性剤を含有する。

界面活性剤としては、通常、医薬品、医薬部外品、化粧料、トイレタリー、雑貨等で用いられる界面活性剤であればいずれも用いることができる。具体的には、陰イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、陽イオン性界面活性剤、及び両性界面活性剤から選ばれる  
50

1種又は2種以上が挙げられる。

本発明の界面活性剤組成物を毛髪化粧料用として使用する場合には、毛髪を処理した後のすすぎ時において良好なすべり性、持続感、及び乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点から、陰イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、両性界面活性剤、陽イオン界面活性剤が好ましい。また、毛髪化粧料がシャンプーである場合には、洗浄性、起泡性及び泡質の観点から、陰イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、両性界面活性剤が好ましく、毛髪化粧料がヘアトリートメント、ヘアリンス、ヘアコンディショナー又はヘアクリーム等である場合は、非イオン性界面活性剤、陽イオン界面活性剤が好ましい。

本発明の界面活性剤組成物を皮膚洗浄剤用として使用する場合には、皮膚を洗浄、乾燥した後の保湿感を付与する観点から、陰イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、両性界面活性剤が好ましい。

#### 【0047】

##### (陰イオン性界面活性剤)

陰イオン性界面活性剤としては、疎水性部位を有する硫酸エステル塩、スルホン酸塩、カルボン酸塩、リン酸エステル塩及びアミノ酸塩が好ましい。

具体的には、アルキル硫酸塩、アルケニル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩等の疎水性部位を有する硫酸エステル塩；スルホコハク酸アルキルエステル塩、ポリオキシアルキレンスルホコハク酸アルキルエステル塩、アルカンスルホン酸塩、アシルイセチオネート、アシルメチルタウレート等の疎水性部位を有するスルホン酸塩；炭素数8以上16以下の高級脂肪酸塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル酢酸塩等の疎水性部位を有するカルボン酸塩；アルキルリン酸塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルリン酸塩等の疎水性部位を有するリン酸エステル塩；アシルグルタミン酸塩、アラニン誘導体、グリシン誘導体、アルギニン誘導体等の疎水性部位を有するアミノ酸塩等が挙げられる。

陰イオン性界面活性剤は、界面活性剤組成物の洗浄性、起泡性及び泡質の観点、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における優れたすべり性とその持続感を得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、疎水性部位として炭素数8以上のアルキル基又はアルケニル基を有することが好ましく、炭素数10以上のアルキル基又はアルケニル基を有することがより好ましく、炭素数20以下のアルキル基又はアルケニル基を有することがより好ましく、炭素数16以下のアルキル基又はアルケニル基を有することがより好ましい。また、上記洗浄性、起泡性及び泡質の観点、すべり性とその持続感、保湿感を得る観点から、前記界面活性剤は、疎水性部位として炭素数8～20のアルキル基又はアルケニル基を有することが好ましく、炭素数10～16のアルキル基又はアルケニル基を有することがより好ましい。

#### 【0048】

これらの中では、ラウリル硫酸ナトリウム等のアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム（ラウレス-2硫酸ナトリウム）等のポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ラウリン酸カリウム等の高級脂肪酸塩、ポリオキシエチレンラウリルエーテル酢酸ナトリウム（ラウレス-4,5酢酸ナトリウム）等のポリオキシエチレンアルキルエーテル酢酸塩、ラウレス-2スルホコハク酸ナトリウム等のスルホコハク酸アルキルエステル塩、N-アシル-L-グルタミン酸ナトリウム（ココイルグルタミン酸ナトリウム）等のアシルグルタミン酸塩アシルイセチオネート、アシルメチルタウレートが好ましく、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩又はアルキル硫酸塩が更に好ましい。

#### 【0049】

##### (非イオン性界面活性剤)

非イオン性界面活性剤としては、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グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオ

10

20

30

40

50

キシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレン(硬化)ヒマシ油等のポリエチレングリコール型と、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリンアルキルエーテル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、アルキルグリコシド等の多価アルコール型及び脂肪酸アルカノールアミド等が挙げられる。

非イオン性界面活性剤は、毛髪化粧料の洗浄性及び洗浄時の泡量、泡質の観点、及び上記の観点から、疎水性部位として炭素数8以上20以下のアルキル基又はアルケニル基を有することが好ましい。

これらの中では、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、脂肪酸アルカノールアミド、アルキルグリコシドが好ましく、デシルグルコシド等の炭素数8以上、18以下、好ましくは12以下のアルキルグルコシド、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンセトステアリルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルエーテル、ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド、ヤシ油脂肪酸N-メチルモノエタノールアミド等の脂肪酸モノアルカノールアミドがより好ましい。上記アルキルグルコシドの炭素数は、好ましくは8~18であり、より好ましくは8~12である。

#### 【0050】

(両性界面活性剤)

両性界面活性剤としては、イミダゾリン系ベタイン、アルキルジメチルアミノ酢酸ベタイン、脂肪酸アミドプロピルベタイン、スルホベタイン等のベタイン系界面活性剤、及びアルキルジメチルアミンオキサイド等のアミンオキサイド型界面活性剤等が挙げられる。

これらの中では、界面活性剤組成物の洗浄性及び洗浄時の泡量、泡質の観点、及び上記の観点から、イミダゾリン系ベタイン、アルキルジメチルアミノ酢酸ベタイン、脂肪酸アミドプロピルベタイン、アルキルヒドロキシスルホベタイン等が好ましく、具体的には、ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン、ラウリルカルボメトキシメチルヒドロキシイミダゾリウムベタイン、ラウリルヒドロキシスルホベタイン等が好ましい。

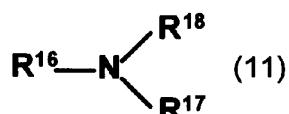
#### 【0051】

(陽イオン性界面活性剤)

陽イオン性界面活性剤としては、下記一般式(11)で表される3級アミンの鉱酸又は有機酸の塩、及び下記一般式(12)で表される四級アンモニウム塩型界面活性剤が挙げられる。

#### 【0052】

【化7】



#### 【0053】

(式中、R<sup>16</sup>は、アミド基、エステル基又はエーテル基で分断されていてもよい炭素数6以上28以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を示し、R<sup>17</sup>は、アミド基、エステル基又はエーテル基で分断されていてもよい炭素数1以上28以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はアルカノール基を示し、R<sup>18</sup>は、炭素数1以上3以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルカノール基を示す。)

一般式(11)において、R<sup>16</sup>は、毛髪化粧料として用いた場合のすすぎ時の毛髪のすべり性、持続感、及び乾燥後のしっとり感、柔らかさを付与する観点から、直鎖又は分岐のアルキル基又はアルケニル基が好ましく、直鎖又は分岐のアルキル基がより好ましく、直鎖のアルキル基が更に好ましい。また、R<sup>16</sup>の炭素数は、上記と同様の観点から、12以上28以下が好ましく、14以上25以下がより好ましく、16以上25以下が更に好ましい。R<sup>17</sup>は、上記と同様の観点から、直鎖又は分岐鎖のアルキル基、アルケニル基、又はアルカノール基が好ましく、直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルカノール基がより好ましく、直鎖のアルキル基又はアルカノール基が更に好ましい。また、R<sup>17</sup>の炭素数は

10

20

30

40

50

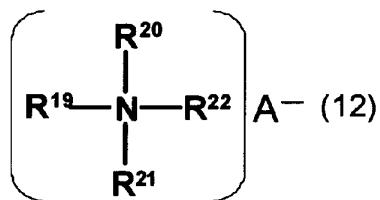
、上記と同様の観点から、好ましくは1以上4以下又は12以上28以下、より好ましくは1以上3以下又は14以上25以下、更に好ましくは1以上2以下又は16以上25以下である。R<sup>18</sup>は、上記と同様の観点から、メチル基、エチル基、又はヒドロキシリエチル基が好ましい。

一般式(11)で表される3級アミンと塩を形成する鉛酸又は有機酸は特に限定されないが、界面活性剤の分散安定性の観点から、ハロゲン化水素、硫酸、酢酸、クエン酸、乳酸、グルタミン酸及び炭素数1以上3以下のアルキル硫酸が好ましく、ハロゲン化水素としては、化学的安定性の観点から塩化水素が好ましい。

【0054】

【化8】

10



【0055】

(式中、R<sup>19</sup>は、アミド基、エステル基又はエーテル基で分断されていてよい炭素数6以上28以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を示し、R<sup>20</sup>は、アミド基、エステル基又はエーテル基で分断されていてよい炭素数1以上28以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はアルカノール基を示し、R<sup>21</sup>及びR<sup>22</sup>は、炭素数1以上3以下の直鎖又は分岐のアルキル基を示し、A<sup>-</sup>は、アンモニウム塩の対イオンであるアニオンを示す。)

20

一般式(12)において、R<sup>19</sup>の好ましい態様は、毛髪化粧料として用いた場合のすぎ時の毛髪のすべり性、持続感、及び乾燥後のしっとり感、柔らかさを付与する観点から、一般式(11)におけるR<sup>16</sup>の好ましい態様と同じである。同様の観点から、R<sup>20</sup>の好ましい態様は、一般式(11)におけるR<sup>17</sup>の好ましい態様と同じである。また、同様の観点から、R<sup>21</sup>及びR<sup>22</sup>は、メチル基、エチル基が好ましい。

A<sup>-</sup>はアニオンであれば特に限定されない。その具体例としてはアルキル硫酸イオン、硫酸イオン、リン酸イオン、アルキルカルボキシレート、及びハロゲン化物イオン等が挙げられる。これらの中では、製造の容易さ及び入手性の観点から、ハロゲン化物イオンが好ましい。ハロゲン化物イオンとしては、フッ化物イオン、塩化物イオン、臭化物イオン及びヨウ化物イオンが挙げられるが、化学的安定性の観点から、塩化物イオン、臭化物イオンが好ましく、塩化物イオンがより好ましい。

30

【0056】

一般式(11)で表される3級アミンの鉛酸又は有機酸の塩、及び一般式(12)で表される四級アンモニウム塩型界面活性剤としては、塩化モノ長鎖アルキルトリメチルアンモニウム、塩化ジ長鎖アルキルジメチルアンモニウム及び長鎖3級アミン塩が挙げられる。具体的には、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化ステアロキシプロピルトリメチルアンモニウム等の塩化モノ長鎖アルキルトリメチルアンモニウム；塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化ジイソステアリルジメチルアンモニウム等の塩化ジ長鎖アルキルジメチルアンモニウム；ステアリルジメチルアミン、ベヘニルジメチルアミン、オクタデシロキシプロピルジメチルアミン、ステアラミドエチルジエチルアミン、ステアラミドプロピルジメチルアミン、ベヘナミドプロピルジメチルアミン等のモノ長鎖ジメチルアミン、モノ長鎖ジエチルアミンのグルタミン酸、塩酸、クエン酸、又は乳酸塩等が挙げられる。これらの中では、毛髪化粧料として用いた場合のすぎ時の毛髪のすべり性、持続感、及び乾燥後のしっとり感、柔らかさを付与する観点から、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化ステアロキシプロピルトリメチルアンモニウム等が挙げられる。

40

50

ウム、ステアラミドプロピルジメチルアミン、ベヘナミドプロピルジメチルアミンが好ましい。

### 【0057】

#### (界面活性剤含有量)

本発明の界面活性剤組成物中の界面活性剤含有量は、本発明の界面活性剤組成物を毛髪化粧料として用いた場合の、毛髪処理後のすすぎ時における優れたすべり性とその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚洗浄剤として用いた場合の皮膚を処理し、すすぎ、乾燥した後に優れた保湿感を得る観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、更に好ましくは1質量%以上、より更に好ましくは5質量%以上であり、好ましくは80質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは36質量%以下である。また、上記のすべり性とその持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさ、保湿感を得る観点から、本発明の界面活性剤組成物中の界面活性剤含有量は、好ましくは0.1~80質量%、より好ましくは0.5~50質量%、更に好ましくは1~36質量%である。10

本発明の界面活性剤組成物を毛髪化粧料用として用いる場合、界面活性剤の含有量は、上記の観点から、0.5~20質量%であることがより更に好ましく、1~20質量%であることが特に好ましい。

本発明の界面活性剤組成物を皮膚洗浄剤用として用いる場合、界面活性剤の含有量は、上記の観点から、5~36質量%であることがより更に好ましい。20

### 【0058】

#### <油剤>

本発明の界面活性剤組成物は、毛髪化粧料として用いた場合の、処理乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚洗浄剤として用いた場合の皮膚を処理乾燥した後に優れた保湿感を得る観点から、さらに油剤を含有していてもよい。

油剤としては、通常、医薬品、医薬部外品、化粧料、トイレタリー、雑貨等で用いられる油性成分であって、20における水100gに対する溶解量が0g以上1g以下である難水溶性又は非水溶性の油剤であれば、いずれも用いることができる。油剤は、上記の観点から、20の水100gに対する溶解量が0g以上0.5g以下が好ましく、0g以上0.1g以下がより好ましい。

油剤としては、上記の観点から、(i)エステル油、(ii)シリコーン油、(iii)エーテル油、(iv)炭化水素油、(v)高級アルコール、及び(vi)水酸基が置換していてもよい炭素数17~23の炭化水素基を有するカルボン酸から選ばれる1種又は2種以上であることが好ましい。30

### 【0059】

(i)エステル油としては、上記と同様の観点から、下記一般式(13)、(14)又は(16)で表されるエステル油、及びジペンタエリスリトールの疎水性カルボン酸エステル、並びに一般式(17)で表されるジアルキルカーボネート化合物が好ましい。

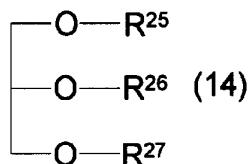


(式中、R<sup>23</sup>は炭素数8以上22以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示し、R<sup>24</sup>は炭素数1以上22以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を示す。)40

一般式(13)のR<sup>23</sup>の炭素数は、上記と同様の観点から、10以上20以下が好ましく、12以上18以下がより好ましい。同様の観点から、R<sup>24</sup>の炭素数は、1以上20以下が好ましく、1以上18以下がより好ましい。R<sup>24</sup>は、プロピレンオキシ基、又はフェニル基で分断されていてもよい炭素数1以上18以下の直鎖又は分岐のアルキル基又はアルケニル基がより好ましい。

### 【0060】

## 【化9】



## 【0061】

(式中、 $\text{R}^{25}$ 、 $\text{R}^{26}$ 及び $\text{R}^{27}$ は、それぞれ独立に水素原子、又は一般式(15)で示される基であって、全てが水素原子であることはない。)

- CO -  $\text{R}^{28}$  (15)

(式中、 $\text{R}^{28}$ は、カルボン酸エステル基で分断されていてもよく、水酸基が置換してもよい炭素数8~22の直鎖又は分岐のアルキル基又はアルケニル基を示す。)

一般式(15)において、 $\text{R}^{28}$ の炭素数は、上記と同様の観点から、8以上20以下が好ましく、8以上18以下がより好ましい。

## 【0062】

一般式(13)又は(14)で表される(i)エステル油の具体例としては、ヒマシ油、カカオ油、ミンク油、アボカド油、オリーブ油、ヒマワリ油、ツバキ油、キョウニン油、アーモンド油、コムギ胚芽油、テオプロマグンジフロルム種子油、ブドウ種子油、ババス油、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ユチャ油、シア脂油、トウツバキ種子油、メドウフォーム油、ミツロウ、ラノリン、還元ラノリン、ラノリン脂肪酸オクチルドデシル、エイコセン酸カプリリル、ダイマー酸ジイソプロピル、2-エチルヘキサン酸ミリスチル、2-エチルヘキサン酸セチル、2-エチルヘキサン酸ステアリル、オクタン酸オクチル、オクタン酸ラウリル、オクタン酸ミリスチル、オクタン酸イソセチル、プロピルヘプチル酸オクチル、イソノナン酸セトステアリル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシル、ラウリン酸メチル、ラウリン酸ヘキシル、ラウリン酸オクチル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチル、ミリスチン酸ミリスチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸オクチル、パルミチン酸セチル、オレイン酸メチル、オレイン酸オレイル、オレイン酸デシル、オレイン酸イソブチル、ステアリン酸メチル、ステアリン酸2-エチルヘキシル、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ステアリル、ステアリン酸ブチル、ステアリン酸イソトリデシル、イソステアリン酸イソプロピル、イソステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソステアリル、イソステアリン酸プロピレングリコール、ヒドロキシステアリン酸2-エチルヘキシル、エルカ酸オレイル、プロパンジオールジカプリン酸エステル、アジピン酸ジイソプロピル、コハク酸ジエトキシエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、ポリダイズ脂肪酸スクロース、ポリベヘン酸スクロース、テトライソステアリン酸スクロース、トリベヘン酸グリセリル、ヒドロキシアルキル(C16-18)ヒドロキシダイマージリノレイルエーテル、トリイソステアリン、テトラステアリン酸ペンタエリスリチル等が挙げられる。

## 【0063】

これらのエステル油の中では、上記と同様の観点から、ヒマワリ油、アボカド油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、シア脂油、ラウリン酸オクチル、ミリスチン酸オクチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸オクチル、パルミチン酸セチル、ステアリン酸メチル、ステアリン酸2-エチルヘキシル、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ステアリル、ステアリン酸ブチル、ステアリン酸イソトリデシルが好ましく、ヒマワリ油、アボカド油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、シア脂油、ラウリン酸オクチル、ミリスチン酸オクチル、ミリスチン酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸オクチル、パルミチン酸セチル、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ステアリル、ステアリン酸イ

10

20

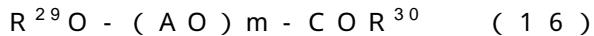
30

40

50

ソステアリル、及びイソステアリン酸イソステアリルから選ばれる 1 種又は 2 種以上がより好ましい。

【 0 0 6 4 】



(式中、 $R^{29}$ は置換又は無置換である少なくとも 1 つの芳香環を含有する炭素数 6 以上 20 以下の炭素水素基を示し、 $R^{30}$ は炭素数 1 以上 25 以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を示す。AOは、炭素数 2 以上 4 以下のアルキレンオキシ基を示し、mは 1 以上 50 以下の数である。mが 2 以上の場合、m 個の AO 基は、同一でも異なっていてもよい。)

一般式(16)の $R^{29}$ は、上記と同様の観点から、炭素数 6 以上 12 以下の芳香族炭化水素基が好ましく、炭素数 6 以上 10 以下の芳香族炭化水素基がより好ましく、ベンジル基が更に好ましい。

$R^{30}$ は、上記と同様の観点から、炭素数 7 以上 21 以下のアルキル基が好ましく、炭素数 11 以上 15 以下のアルキル基がより好ましい。

AO基は、上記と同様の観点から、プロピレンオキシ基が好ましく、mは 1 以上 10 以下が好ましく、1 以上 5 以下がより好ましい。

一般式(16)で表されるエステル油の好適例としては、ベンジルアルコールのプロピレンオキシド 3 モル付加体とミリスチン酸のエステル(クローダ社製、商品名：クロダモル S T S )、ベンジルアルコールのプロピレンオキシド 3 モル付加体と 2 - エチルヘキシリ酸のエステル(クローダ社製、商品名：クロダモル S F X )等が挙げられる。

【 0 0 6 5 】

ジペンタエリスリトールの疎水性カルボン酸エステルとは、ジペンタエリスリトールと 1 つ以上の疎水性カルボン酸の脱水縮合により得られる化合物をいい、ここで疎水性カルボン酸とは、水酸基を有していても良い炭素数 16 以上 24 以下の炭化水素基を有するカルボン酸を言う。疎水性カルボン酸の具体例としては、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、ヒドロキシステアリン酸、ロジン酸等が挙げられる。

入手性の観点から、ヒドロキシステアリン酸、ステアリン酸及びロジン酸の混合酸とジペンタエリスリトールからなるエステルが好ましい。

【 0 0 6 6 】



(式中、 $R^{31}$ 及び $R^{32}$ は、それぞれ炭素数 6 以上 22 以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基及び / 又はアルケニル基を示し、v 及び w はそれぞれ 0 又は 1 以上 50 以下の数である。)

一般式(17)の $R^{31}$ 及び $R^{32}$ は、上記と同様の観点から、炭素数 6 以上 18 以下のアルキル基が好ましく、炭素数 8 以上 12 以下のアルキル基がより好ましい。

v 及び w は、上記と同様の観点から、0 又は 1 以上 5 以下の数が好ましく、0 がより好ましい。

一般式(17)で表されるジアルキルカーボネート化合物の好適例としては、ジオクチルカーボネート(コグニス社製、商品名：セチオール C C )等が挙げられる。

【 0 0 6 7 】

(ii)シリコーン油としては、上記と同様の観点から、ジメチルポリシロキサン、ジメチコノール(末端にヒドロキシル基を有するジメチルポリシロキサン)、及びアミノ変性シリコーン(分子内にアミノ基を有するジメチルポリシロキサン)、ポリエーテル変性シリコーン、グリセリル変性シリコーン、アミノ誘導体シリコーン、シリコーンワックス、シリコーンエラストマーから選ばれる 1 種以上が好ましい。

(ii)シリコーン油の粘度は、本発明の毛髪化粧料による処理乾燥後の毛髪に良好なしつとり感、柔らかさを付与する観点、及び毛髪化粧料調製時の分散性の観点から、10 万  $mm^2/s$  以上 1500 万  $mm^2/s$  以下が好ましい。

【 0 0 6 8 】

(iii)エーテル油としては、上記と同様の観点から、下記一般式(18)で表される

10

20

30

40

50

ジアルキルエーテル化合物が好ましい。



(式中、R<sup>33</sup>及びR<sup>34</sup>は、それぞれ炭素数6以上22以下の直鎖又は分岐鎖のアルキル基及び/又はアルケニル基を示す。)

一般式(18)のR<sup>33</sup>及びR<sup>34</sup>は、上記と同様の観点から、炭素数6以上18以下のアルキル基が好ましく、炭素数8以上12以下のアルキル基がより好ましい。

一般式(18)で表されるジアルキルエーテル化合物の好適例としては、ジオクチルエーテル(コグニス社製、商品名：セチオールOE)等が挙げられる。

#### 【0069】

(iv) 炭化水素油としては、上記と同様の観点から、炭素数20以上の飽和又は不飽和の炭化水素が好ましい。10

(iv) 炭化水素油の具体例としては、スクワレン、スクワラン、流動パラフィン、流動イソパラフィン、重質流動イソパラフィン、-オレフィンオリゴマー、シクロパラフィン、ポリブテン、ワセリン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス、セレシンが挙げられ、毛髪のまとまり感の観点から、スクワラン、スクワレン、流動パラフィン、パラフィンワックスが好ましく、スクワラン、流動パラフィン、パラフィンワックスから選ばれる1種以上がより好ましい。

#### 【0070】

(v) 高級アルコールとしては、上記と同様の観点から、炭素数6以上22以下の直鎖又は分岐のアルキル基又はアルケニル基を有するアルコールが好ましく、該アルキル基又は該アルケニル基の炭素数は8以上20以下がより好ましく、12以上18以下が更に好ましい。20

(v) 高級アルコールの具体例としては、ヘキシリアルアルコール、2-エチルヘキシリアルコール、オクチルアルコール、デシルアルコール、イソデシルアルコール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、2-オクチルドデカノール、イコシルアルコール、ベヘニルアルコールが挙げられる。

これらの中では、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、及び2-オクチルドデカノールから選ばれる1種又は2種以上が好ましい。30

#### 【0071】

(vi) 水酸基が置換していてもよい炭素数17~23の炭化水素基を有するカルボン酸の炭化水素基としては、上記と同様の観点から、直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基が好ましい。

水酸基が置換していてもよい炭素数17~23の炭化水素基を有するカルボン酸の具体例としては、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、ヒドロキシステアリン酸、ベヘニン酸、ロジン酸等が挙げられる。これらの中では、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、ヒドロキシステアリン酸、及びベヘニン酸から選ばれる1種又は2種以上が好ましく、オレイン酸及びイソステアリン酸から選ばれる1種以上がより好ましい。

#### 【0072】

界面活性剤組成物中の油剤の含有量は、本発明の界面活性剤組成物を毛髪化粧料として用いた場合の、毛髪処理後の乾燥後のしっとり感、柔らかさを得る観点、及び皮膚洗浄剤として用いた場合の皮膚を処理し、すすぎ、乾燥した後に優れた保湿感を得る観点から、0.01質量%以上が好ましく、0.05質量%以上がより好ましく、0.1質量%以上が更に好ましい。毛髪化粧料による処理乾燥後の毛髪のべたつき感を抑制する観点から、30質量%以下が好ましく、20質量%以下がより好ましく、15質量%以下が更に好ましい。これらの観点を総合すると、油剤の含有量は、0.01~30質量%が好ましく、0.05~20質量%がより好ましく、0.1~15質量%が更に好ましい。

毛髪化粧料がシャンプーである場合、油剤の含有量は、上記と同様の観点から0.01~10質量%が更に好ましく、0.1~8質量%がより更に好ましい。4050

毛髪化粧料がヘアコンディショナーである場合、油剤の含有量は、上記と同様の観点から1~15質量%が更に好ましく、3~12質量%がより更に好ましい。

#### 【0073】

##### ( CGC と界面活性剤の質量比 )

本発明の界面活性剤組成物中、CGCと界面活性剤の含有量比は、特に毛髪を処理した後のすすぎ時における優れたすべり性とその持続感を得る観点、及び皮膚を洗浄した後の保湿感を得る観点から、界面活性剤に対するCGCの質量比 [ CGC / 界面活性剤 ] で、好ましくは0.0002以上、より好ましくは0.005以上であり、好ましくは10以下、より好ましくは5以下、更に好ましくは3以下である。また、上記のすべり性とその持続感、保湿感を得る観点から、CGCと界面活性剤の含有量比は、好ましくは0.00  
10 02~10、より好ましくは0.0002~5、更に好ましくは0.005~3である。

本発明の界面活性剤組成物を毛髪化粧料として用いる場合であって、シャンプーとして用いる場合は、CGCと界面活性剤の含有量比は、界面活性剤に対するCGCの質量比 [ CGC / 界面活性剤 ] で、上記と同様の観点から、好ましくは0.005以上、より好ましくは0.01以上、更に好ましくは0.02以上であり、好ましくは0.3以下、より好ましくは0.25以下、更に好ましくは0.22以下である。また、上記と同じ観点から、CGCと界面活性剤の含有量比は、界面活性剤に対するCGCの質量比 [ CGC / 界面活性剤 ] で、好ましくは0.005~0.3、より好ましくは0.01~0.25、更に好ましくは0.02~0.22である。

本発明の界面活性剤組成物を毛髪化粧料として用いる場合であって、ヘアコンディショナーとして用いる場合は、CGCと界面活性剤の含有量比は、界面活性剤に対するCGCの質量比 [ CGC / 界面活性剤 ] は、上記と同様の観点から、好ましくは0.01以上、より好ましくは0.02以上、更に好ましくは0.03以上であり、好ましくは3以下、より好ましくは1.5以下、更に好ましくは1以下、より更に好ましくは0.7以下である。また、上記と同じ観点から、CGCと界面活性剤の含有量比は、界面活性剤に対するCGCの質量比 [ CGC / 界面活性剤 ] で、好ましくは0.01~3、より好ましくは0.02~1.5、更に好ましくは0.03~1、より更に好ましくは0.03~0.7である。  
20

#### 【0074】

本発明の界面活性剤組成物が油剤を含む場合、油剤に対するCGCの質量比 [ CGC / 油剤 ] は、上記と同様の観点から、0.01以上40以下が好ましい。  
30

毛髪化粧料がシャンプーである場合、質量比 [ CGC / 油剤 ] は、上記と同様の観点から、好ましくは0.01以上、より好ましくは0.05以上、更に好ましくは0.08以上であり、好ましくは30以下、より好ましくは10以下、更に好ましくは5以下である。上記と同様の観点から、毛髪化粧料がシャンプーである場合の質量比 [ CGC / 油剤 ] は、0.01~30が好ましく、0.05~10がより好ましく、0.08~5が更に好ましい。

毛髪化粧料がヘアコンディショナーである場合、質量比 [ CGC / 油剤 ] は、上記と同様の観点から、好ましくは0.005以上、より好ましくは0.01以上、更に好ましくは0.02以上であり、好ましくは0.5以下、より好ましくは0.1以下、更に好ましくは0.08以下である。上記と同様の観点から、毛髪化粧料がヘアコンディショナーである場合の質量比 [ CGC / 油剤 ] は、0.005~0.5が好ましく、0.01~0.1がより好ましく、0.02~0.08が更に好ましい。  
40

油剤に対する界面活性剤の質量比 [ 界面活性剤 / 油剤 ] は、上記と同様の観点から、好ましくは0.01以上、より好ましくは0.05以上、更に好ましくは0.1以上であり、好ましくは2000以下、より好ましくは200以下、更に好ましくは20以下である。上記と同様の観点から、質量比 [ 界面活性剤 / 油剤 ] は、0.01~2000が好ましく、0.05~200がより好ましく、0.1~20がより好ましい。

毛髪化粧料がシャンプーである場合、質量比 [ 界面活性剤 / 油剤 ] は、上記と同様の観点から、好ましくは0.5以上、より好ましくは1.5以上、更に好ましくは3以上であ  
50

り、好ましくは2000以下、より好ましくは1400以下、更に好ましくは140以下である。上記と同様の観点から、質量比[界面活性剤/油剤]は、0.5~2000が好ましく、1.5~1400がより好ましく、3~140が更に好ましい。

毛髪化粧料がヘアコンディショナーである場合、質量比[界面活性剤/油剤]は、上記と同様の観点から、好ましくは0.01以上、より好ましくは0.02以上、更に好ましくは0.05以上であり、好ましくは2以下、より好ましくは1.0以下、更に好ましくは0.5以下である。上記と同様の観点から、質量比[界面活性剤/油剤]は、0.01~2が好ましく、0.02~1.0がより好ましく、0.05~0.5が更に好ましい。

#### 【0075】

(その他の成分) 10

本発明の界面活性剤組成物中には、更に、通常、毛髪化粧料や皮膚洗浄剤に配合されるグリセリン、保湿剤、多糖類、ポリペプタイド、パール化剤、溶剤、色素、香料、噴射剤、エデト酢酸塩や、クエン酸塩等のキレート剤、pH調整剤、防腐剤、ジンクピリチオン、ピロクトンオラミン等の抗フケ剤等を必要に応じて適宜配合することができる。

#### 【0076】

(界面活性剤組成物の製造方法)

本発明の界面活性剤組成物の製造方法に特に制限はなく、常法により製造することができる。具体的には、例えば、液状毛髪用シャンプーの場合は、水及び界面活性剤を加温し、均一混合する。均一溶解確認後、CGCを添加し混合する。CGCは、必要に応じて、予め水に分散又は溶解させた後に添加できる。CGCを界面活性剤水溶液に添加後、均一溶解又は分散、冷却し、必要に応じて、パール化剤、pH調製剤、香料、色素等を加え調製することができる。

また、界面活性剤組成物が油剤を含有する場合には、例えば、液状毛髪用シャンプーの場合は、(i)水及び界面活性剤を加温して均一混合した後、CGCを添加、混合した後、油剤を加えて均一に溶解又は乳化する方法、(ii)水にCGCを均一溶解した後、界面活性剤を常温又はそれ以上の温度で添加し、油剤を加えて均一に溶解又は乳化する方法等が挙げられる。油剤を均一溶解又は分散後、冷却し、必要に応じて、パール化剤、pH調整剤、香料、色素等を加え調製することができる。

また、本発明の界面活性剤組成物の剤型も特に制限されず、液体状、泡状、ペースト状、クリーム状、固形状、粉末状等、任意の剤型とすることができますが、液体状、ペースト状又はクリーム状とすることが好ましく、液体状とすることが特に好ましい。液体状とする場合には、液体媒体として水の他、ポリエチレングリコール、エタノール等を用いるのが好ましく、水の配合量は、全組成物中に10質量%以上、90質量%以下であることが好ましい。

#### 【0077】

本発明の界面活性剤組成物は、毛髪を処理した後のすすぎ時に優れたすべり性とその持続感、及び乾燥後のしっとり感、柔らかさを付与することができること、また、該界面活性剤組成物で皮膚を洗浄し、すすぎ、乾燥を行った後に皮膚に優れた保湿感を与えることができることから、毛髪化粧料、又は皮膚洗浄剤として、好適に使用しうる。

毛髪化粧料の具体例としては、ヘアシャンプー、ヘアリンス、トリートメント、ヘアコンディショナー、洗い流さないタイプのヘアコンディショナー、ヘアクリーム、プロローション、ヘアパック、ヘアカラー、パーマ剤、コンディショニングジェル、コンディショニングフォーム等が挙げられる。このうち、本発明の界面活性剤組成物による前記効果を考慮すると、ヘアシャンプー、ヘアリンス、ヘアトリートメント、ヘアコンディショナー、洗い流さないタイプのヘアコンディショナー、ヘアクリーム、ヘアパック、ヘアカラー、パーマ剤用として用いることが好ましく、ヘアシャンプー、ヘアリンス、ヘアトリートメント、ヘアコンディショナー用として用いることがより好ましい。

また、皮膚洗浄剤の具体例としては、ボディーソープ、ハンドウォッシュ、フェイスウォッシュ、メイク落としが挙げられる。このうち、本発明の界面活性剤組成物による前記効果を考慮すると、ボディーソープ、ハンドウォッシュ、フェイスウォッシュ用として用

10

20

30

40

50

いることが好ましい。

【0078】

[毛髪化粧料組成物及び皮膚洗浄剤組成物]

本発明の毛髪化粧料組成物及び皮膚洗浄剤組成物は、本発明のC G C、界面活性剤、及び水を含有する。毛髪化粧料組成物及び皮膚洗浄剤組成物に含有されるC G C、界面活性剤、及びこれらの好ましい形態については前述の界面活性剤組成物と同じであり、本発明の毛髪化粧料組成物及び皮膚洗浄剤組成物として、本発明の上記界面活性剤組成物をそのまま用いてもよい。

【0079】

上述した実施の形態に関し、本発明は以下のカチオン化グリセロール化セルロース、界面活性剤組成物、該界面活性剤組成物の利用、毛髪化粧料組成物、皮膚洗浄剤組成物を開示する。

<1>

上記一般式(1)で表されるアンヒドログルコース由来の主鎖を有し、かつ該アンヒドログルコース単位あたりのカチオン化アルキレンオキシ基の置換度が0.01以上0.18以下であり、グリセロール基の置換度が0.5以上5.0以下である、カチオン化グリセロール化セルロース。

(上記一般式(1)中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>は、それぞれ独立に、上記式(2)～(5)から選ばれる1種以上の繰り返し単位からなる置換基、又は水素原子を示し、分子中の全てのR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>が同時に水素原子となることはない。nはアンヒドログルコース由來の主鎖の平均重合度を示し、100以上12000以下の数である。)

(上記式(2)～(5)中、式(2)又は(3)で表される繰り返し単位構造はカチオン化アルキレンオキシ基を示し、式(4)又は(5)で表される繰り返し単位構造はグリセロール基を示す。R<sup>4</sup>～R<sup>9</sup>は、それぞれ独立に炭素数1以上3以下の直鎖又は分岐のアルキル基を示し、X<sup>-</sup>及びY<sup>-</sup>はアニオンを示し、r及びsは0以上3以下の整数である。式(2)～(5)で表される繰り返し単位構造において、酸素原子は、水素原子又は他の繰り返し単位の炭素原子と結合している。)

<2>

前記アンヒドログルコース単位あたりのカチオン化アルキレンオキシ基の置換度が、0.03以上、好ましくは0.06以上、より好ましくは0.08以上、より更に好ましくは0.1以上であり、0.17以下、好ましくは0.16以下、より好ましくは0.15以下、また0.03～0.17、好ましくは0.06～0.16、より好ましくは0.08～0.15、更に好ましくは0.1～0.15である、前記<1>に記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

<3>

前記アンヒドログルコース単位あたりのグリセロール基の置換度が、0.6以上、好ましくは0.8以上、より好ましくは1.0以上であり、4.0以下、好ましくは3.0以下、より好ましくは2.5以下、更に好ましくは2.0以下であり、また0.6～3.0、好ましくは0.8～2.5、より好ましくは1.0～2.0である、前記<1>又は<2>に記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

<4>

前記アンヒドログルコース由來の主鎖の平均重合度nが200以上、好ましくは500以上、より好ましくは1000以上であり、10000以下、好ましくは5000以下、より好ましくは2500以下であり、また200～10000、好ましくは500～5000、より好ましくは1000～2500である、前記<1>～<3>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

<5>

上記式(2)及び(3)におけるR<sup>4</sup>～R<sup>9</sup>が、それぞれ独立に、メチル基又はエチル基、好ましくはメチル基である、前記<1>～<4>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

10

20

30

40

50

&lt; 6 &gt;

上記式(2)及び(3)におけるX<sup>-</sup>及びY<sup>-</sup>が、アルキル(炭素数1以上3以下)硫酸イオン、硫酸イオン及びハロゲン化物イオンから選ばれる1種以上、好ましくはハロゲン化物イオン、より好ましくは塩化物イオンである、前記<1>～<5>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

&lt; 7 &gt;

上記式(2)及び(3)におけるr及びsが、各々1である、前記<1>～<6>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

【0080】

&lt; 8 &gt;

10

カチオン電荷密度が0.05mmol/g以上、好ましくは0.1mmol/g以上、より好ましくは0.2mmol/g以上、更に好ましくは0.25mmol/g以上、より更に好ましくは0.3mmol/g以上であり、0.8mmol/g以下、好ましくは0.7mmol/g以下、より好ましくは0.6mmol/g以下、更に好ましくは0.5mmol/g以下であり、0.05～0.8mmol/g、好ましくは0.1～0.7mmol/g、より好ましくは0.2～0.6mmol/g、更に好ましくは0.25～0.6mmol/g、より更に好ましくは0.3～0.5mmol/gである、前記<1>～<7>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

&lt; 9 &gt;

25 における1質量%水溶液の粘度が1mPa·s以上、好ましくは10mPa·s以上、より好ましくは20mPa·s以上であり、100000mPa·s以下、好ましくは10000mPa·s以下、より好ましくは6000mPa·s以下であり、1～100000mPa·s、好ましくは10～10000mPa·s、より好ましくは20～6000mPa·sである、前記<1>～<8>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

20

&lt; 10 &gt;

前記アンヒドログルコース単位あたりの炭素数7以上の炭化水素基の置換度が、0.01未満、好ましくは0.005以下、より好ましくは0.001以下、更に好ましくは0である、前記<1>～<9>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース。

【0081】

30

&lt; 11 &gt;

前記<1>～<10>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース、界面活性剤、及び水を含有する界面活性剤組成物。

&lt; 12 &gt;

カチオン化グリセロール化セルロースの含有量が0.01質量%以上、好ましくは0.05質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上であり、10質量%以下、好ましくは5質量%以下、より好ましくは1質量%以下であり、0.01～10質量%、好ましくは0.05～5質量%、より好ましくは0.1～1質量%である、前記<11>に記載の界面活性剤組成物。

&lt; 13 &gt;

40

界面活性剤に対するカチオン化グリセロール化セルロースの質量比(カチオン化グリセロール化セルロース/界面活性剤)が0.0002以上、好ましくは0.005以上であり、10以下、好ましくは5以下、更に好ましくは3以下であり、0.0002～10、好ましくは0.0002～5、より好ましくは0.005～3である、前記<11>又は<12>に記載の界面活性剤組成物。

&lt; 14 &gt;

界面活性剤の含有量が0.1質量%以上、好ましくは0.5質量%以上、より好ましくは1質量%以上、更に好ましくは5質量%以上であり、80質量%以下、好ましくは50質量%以下、より好ましくは36質量%以下であり、0.1～80質量%、好ましくは0.5～50質量%、より好ましくは1～36質量%である、前記<11>～<13>のい

50

いずれかに記載の界面活性剤組成物。

< 1 5 >

界面活性剤が、アルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルカルボン酸アルキルエステル塩、アシルグルタミン酸塩、アシルイセチオネート、及びアシルメチルタウレートから選ばれる陰イオン性界面活性剤、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、脂肪酸アルカノールアミド、及びアルキルグリコシドから選ばれる非イオン性界面活性剤、及びアルキルジメチルアミノ酢酸ベタイン、脂肪酸アミドプロピルベタイン、及びアルキルヒドロキシスルホベタインから選ばれる両性界面活性剤から選ばれる1種以上である、前記<11>～<14>のいずれかに記載の界面活性剤組成物。 10

【0082】

< 1 6 >

さらに油剤を含有する、前記<11>～<15>のいずれかに記載の界面活性剤組成物。  
。

< 1 7 >

油剤の含有量が0.01質量%以上、好ましくは0.05質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上であり、30質量%以下、好ましくは20質量%以下、より好ましくは15質量%以下であり、0.01～30質量%、好ましくは0.05～20質量%、より好ましくは0.1～15質量%である、前記<16>に記載の界面活性剤組成物。 20

< 1 8 >

油剤が、エステル油、シリコーン油、エーテル油、炭化水素油、高級アルコール、及び水酸基が置換していてもよい炭素数17～23の炭化水素基を有するカルボン酸から選ばれる1種又は2種以上である、前記<16>又は<17>に記載の界面活性剤組成物。

【0083】

< 1 9 >

前記<1>～<10>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロースの毛髪化粧料組成物への利用。

< 2 0 >

前記<1>～<10>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロースの皮膚洗浄剤組成物への利用。 30

【0084】

< 2 1 >

前記<11>～<18>のいずれかに記載の界面活性剤組成物の、毛髪化粧料組成物としての利用。

< 2 2 >

前記<11>～<18>のいずれかに記載の界面活性剤組成物の、皮膚洗浄剤組成物としての利用。

【0085】

< 2 3 >

前記<1>～<10>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース、界面活性剤、及び水を含有する毛髪化粧料組成物。 40

< 2 4 >

さらに油剤を含有する、前記<23>に記載の毛髪化粧料組成物。

< 2 5 >

油剤の含有量が0.01質量%以上、好ましくは0.05質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上であり、30質量%以下、好ましくは20質量%以下、より好ましくは15質量%以下であり、0.01～30質量%、好ましくは0.05～20質量%、より好ましくは0.1～15質量%である、前記<24>に記載の毛髪化粧料組成物。

< 2 6 >

油剤が、エステル油、シリコーン油、エーテル油、炭化水素油、高級アルコール、及び

50

水酸基が置換していてもよい炭素数17～23の炭化水素基を有するカルボン酸から選ばれる1種又は2種以上である、前記<24>又は<25>に記載の毛髪化粧料組成物。

<27>

毛髪すぎ時のすべり感とその持続感、乾燥後の毛髪にしっとり感と柔らかさを付与するための、前記<23>～<26>のいずれかに記載の組成物の毛髪化粧料としての使用。

【0086】

<28>

前記<1>～<10>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロース、界面活性剤、及び水を含有する皮膚洗浄剤組成物。

10

<29>

さらに油剤を含有する、前記<28>に記載の皮膚洗浄剤組成物。

<30>

油剤の含有量が0.01質量%以上、好ましくは0.05質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上であり、30質量%以下、好ましくは20質量%以下、より好ましくは15質量%以下であり、0.01～30質量%、好ましくは0.05～20質量%、より好ましくは0.1～15質量%である、前記<29>に記載の皮膚洗浄剤組成物。

<31>

油剤が、エステル油、シリコーン油、エーテル油、炭化水素油、高級アルコール、及び水酸基が置換していてもよい炭素数17～23の炭化水素基を有するカルボン酸から選ばれる1種又は2種以上である、前記<29>又は<30>に記載の皮膚洗浄剤組成物。

20

<32>

乾燥後の皮膚に保湿感を付与するための、前記<28>～<31>のいずれかに記載の組成物の皮膚洗浄剤としての使用。

【0087】

<33>

下記工程(1)及び(2)を行った後に、カチオン化及びグリセロール化を行う、前記<1>～<10>のいずれかに記載のカチオン化グリセロール化セルロースの製造方法。

工程(1)：原料セルロースのアンヒドログルコース単位1モルに対し、0.6モル当量以上、1.5モル当量以下のアルカリ化合物の存在下、原料セルロースに対し10質量%以下の水の存在下で、原料セルロースを粉碎し、セルロース粉末混合物を得る工程

30

工程(2)：工程(1)で得られたセルロース粉末混合物に水を添加し、該セルロース粉末混合物中の水分量を、工程(1)で用いた原料セルロースに対して30質量%以上、100質量%以下に調整して、粉末状のアルカリセルロースを得る工程

【実施例】

【0088】

以下の製造例、実施例及び比較例において、「%」は「質量%」を意味する。なお、各種物性等の測定は、以下の方法により行った。

(1) セルロース、CGCの粘度平均重合度の測定(銅アンモニア法)

(i) 測定用溶液の調製

40

メスフラスコ(100mL)に塩化第一銅0.5g、25%アンモニア水20～30mLを加え、完全に溶解した後に、水酸化第二銅1.0g、及び25%アンモニア水を液のメニスカス下面がメスフラスコの標線上縁と一致するまで加えて、3時間攪拌し、完全に溶解させた。

(ii) サンプルの調製

メスフラスコ(25mL)に測定サンプルを25mg添加後、上記に調整した溶液を液のメニスカス下面がメスフラスコの標線上縁と一致するまで加えた。これを、6時間攪拌し完全に溶解させた。

(iii) 粘度平均重合度の測定

得られた銅アンモニア水溶液をウベロー・デ粘度計に入れ、恒温槽(20±0.1)中

50

で1分間静置した後、液の流下速度を測定した。種々の試料濃度( g / l )の銅アンモニア溶液の流下時間( t (秒) )と試料無添加の銅アンモニア水溶液の流下時間( t<sub>0</sub> (秒) )から、下記式に示した相対粘度<sub>r</sub>を求めた。

$$r = t / t_0$$

次に、それぞれの濃度における還元粘度(η<sub>sp</sub> / c)を以下の式より求めた。

$$\eta_{sp} / c = (r - 1) / c \quad (c : \text{試料濃度 (g / dL)})$$

更に、還元粘度をc=0に外挿して固有粘度[η]を求め、以下の式より粘度平均重合度(n)を求めた。

$$n = 2000 \times [η]$$

#### 【0089】

#### (2) CGCの置換度：MSの算出

カチオン化アルキレンオキシ基の置換度(MS(N+))、グリセロール基の置換度(MS(Gly))は以下の連立方程式により算出した。

$$(74.1 - 74.1 \times (\text{グリセロール基の含有量 (質量\%)})) \times MS(\text{Gly}) - a \times (\text{グリセロール基の含有量 (質量\%)}) \times MS(N+) = 162.1 \times (\text{グリセロール基の含有量 (質量\%)})$$

$$(-74.1 \times (\text{窒素含有量 (質量\%)}) \times MS(\text{Gly}) + (14 - a \times (\text{窒素含有量 (質量\%)}) \times MS(N+) = 162.1 \times (\text{窒素含有量 (質量\%)})$$

(式中、aはカチオン化アルキレンオキシ基の分子量を示し、以下実施例においては151.6である。)

#### 【0090】

上記、連立方程式中の窒素含有量(質量%)、グリセロール基の含有量(質量%)は、それぞれCGC中に含有される、カチオン化アルキレンオキシ基を構成する窒素、グリセロール基の質量%を示し、下記の方法にて算出した。

#### [グリセロール基の含有量%]

CGC中に含有される、グリセロール基の含有量%(質量%)はAnalytical Chemistry, Vol.51, No.13, 2172(1979)、「第十五改正日本薬局方(ヒドロキシプロピルセルロースの分析方法の項)」等に記載の、セルロースエーテルのアルコキシ基の平均付加モル数を分析する手法として知られるZeil法に準じて算出した。以下に手順を示す。

(i) 25mLメスフラスコにn-オクタン1mLを加え、o-キシレンを液のメニスカス下面がメスフラスコの標線上縁と一致するまで添加、攪拌して、内部標準溶液を調製した。

(ii) 精製、乾燥を行ったCGC 65mg、アジピン酸65mgを10mLバイアル瓶に精秤し、(i)で調製した内部標準溶液2mL、ヨウ化水素酸2mLを加えて密栓した。

(iii) 上記バイアル瓶中の混合物を、スターラーチップにより攪拌しながら、150のブロックヒーターにて1時間加熱した。

(iv) バイアル瓶中の2相に分離した混合物の上層(o-キシレン層)をガスクロマトグラフィーにて分析した。分析条件は以下のとおりであった。

カラム: Chromosorb WAW DMCS 60-80 mesh

カラム温度: 60 (5min) 10 / min 300 (10min)

インジェクター温度: 250、検出器温度: 250、打ち込み量: 1 μL

よう化イソプロピルの検出量からCGC中のグリセロール基の含有量(質量%)を算出した。

#### [窒素含有量(質量%)の測定](ケルダール法)

精製、乾燥したCGC 100mgを精秤し、ここへ硫酸10mL、分解促進剤(株式会社なかやま理化製作所製、ケルタブ錠)1錠を加え、ケルダール分解装置(BUCHI社製、K-432)を用いて250で30分、300で30分、420で80分と順に昇温させながら完全分解を行った。分解反応終了後、サンプルにイオン交換水30mLを加え、自動ケルダール蒸留・滴定装置(BUCHI社製、K-370)を用いて、30%水酸化ナトリウム水溶液40mLを加えアルカリ性とした後、蒸留操作により遊離した

10

20

30

40

50

アンモニアを1%ホウ酸水溶液中に収集し、0.01N硫酸（和光純薬工業株式会社製、定量分析用）を用いて滴定することにより、CGC中の窒素含有量（質量%）を求めた。

【0091】

(3) 直接置換度：DSの測定

カチオン化アルキレンオキシ基のDS(N+)、又はグリセロール基のDS(Gly)は、<sup>13</sup>C-NMR測定を行い、得られた結果とMacromol. Chem., Vol.193, P647-658(1992)等に記載されている帰属、及び下記式を用いて以下のとおり算出した。

【0092】

【数1】

$$DS = \frac{I_{C1S} + I_{C3S} + (I_{C1} + C1S - I_{C6})}{I_{C1+C1S}}$$

10

【0093】

(式中、 $I_{C1}$ はグルコース残基の未置換1位の炭素原子のピーク強度を示す。 $I_{C1S}$ はグルコース残基の置換された1位の炭素原子ピーク強度を示す。 $I_{C3S}$ はグルコース残基の置換された3位の炭素原子ピーク強度を表す。 $I_{C6}$ はグルコース残基の未置換6位の炭素原子ピーク強度を示す。)

【0094】

(i) セルロースとグリセロール化剤を反応させて、グリセロール化セルロースを得、その後カチオン化剤を反応させて得られたCGCの場合

中間体であるグリセロール化セルロースの一部、及びCGCを精製及び乾燥した後、<sup>13</sup>C-NMR測定を行い、上記式を用いて各々DSを算出した。

測定サンプルが中間体のグリセロール化セルロースである場合、得られたDSは、中間体のグリセロール化セルロースのDS(Gly)であるが、この値を該中間体を更にカチオン化剤と反応させて得られたCGCのDS(Gly)と同一と見なした。

測定サンプルがCGCである場合、得られたDSはCGCのDS(Gly)とDS(N+)の和であるため、この値と前記中間体のグリセロール化セルロースのDS(Gly)の値の差を、得られたCGCのDS(N+)とした。

【0095】

(ii) セルロースとカチオン化剤を反応させて、カチオン化セルロースを得、その後グリセロール化剤と反応させて得られたCGCの場合

中間体であるカチオン化セルロースの一部、及びCGCを精製及び乾燥した後、<sup>13</sup>C-NMR測定を行い、上記式を用いて各々DSを算出した。

測定サンプルが中間体のカチオン化セルロースである場合、得られたDSは、中間体のカチオン化セルロースのDS(N+)であるが、この値を該中間体に更にグリセロール化剤と反応させて得られたCGCのDS(N+)と同一と見なした。

CGCに対して得られたDSと前記中間体のカチオン化セルロースのDS(N+)の値の差を、得られたCGCのDS(Gly)とした。

【0096】

(4) CGCの水溶液粘度の測定

50mLバイアルに、精製、乾燥を行ったCGCの固形物0.5g、イオン交換水49.5gを入れ、6時間かけて攪拌溶解させ1質量%水溶液を調製した。得られた1質量%水溶液を恒温水槽中で25℃に調節した後、B型粘度計（東機産業株式会社製、TVB-10M）を用いて、測定温度：25℃、回転数：30rpm、ローター：1、2、3、又は4号の条件で、1質量%水溶液の粘度を測定した。

使用ローターの選定にあたっては、測定結果が使用ローターに対する粘度の測定範囲内における上限値の20~90%の範囲になるローターを選択して測定を行った。

【0097】

(5) 水分量の測定

30

40

50

パルプ、粉末セルロースの水分量は、電子式水分計「MOC-120H」（株式会社島津製作所製）を用いて測定した。約1gのサンプルを用い、測定温度120で、30秒間の重量変化率が0.1%以下となる点を測定の終点とした。

#### 【0098】

実施例1 [ CGC(1) の製造 ]

##### (1) セルロースの粉末化工程

シート状木材パルプ（テンベック社製、Bioloc HV+、平均重合度1550）をシュレッダー（株式会社明光商会製、「MSX2000-IVP440F」）にかけてチップ状にした。その後、80減圧下で12時間乾燥処理を行い、水分量0.8%のチップ状の乾燥パルプを得た。10

次に、得られたチップ状の乾燥パルプ920gと顆粒状の水酸化ナトリウム227.2g（1.0モル当量 / AGU、キシダ化学株式会社製、特級試薬）を、バッチ式振動ミル（中央化工機株式会社製、FV-10：容器全容積33L、ロッドとして、30mm、長さ510mm、断面形状が円形のSUS304製ロッド63本）に投入した。振動数20Hz、全振幅8mm、温度10~40の範囲で10分間粉碎を行い、セルロースとアルカリの混合粉末1140gを得た。

##### (2) グリセロール化反応

上記、得られたセルロースとアルカリの混合粉末62.3gヘイオン交換水15g（セルロースあたり30%）を噴霧にて添加し、乳鉢を用いて混合した。この混合物を、還流管を取り付けた1Lニーダー（株式会社入江商会製、PNV-1型）に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら、ジャケットに温水を流しジャケット温度を50に調節した。次に、グリセロール化剤としてグリシドール18.3g（0.8モル / AGU、関東化学株式会社製）をテトラヒドロフラン37.2g（グリセロール化剤濃度33%）に希釈した溶液を30分間かけて滴下し、ジャケット温度50にて3時間攪拌を行った。20

#### 【0099】

##### (3) カチオン化反応

次に、カチオン化剤として、HAC-65（65% 3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライド水溶液（四日市合成株式会社製））7.15g（0.08モル / AGU）をグリセロール化反応で得られた混合物に20分間かけて滴下し、ジャケット温度50にて3時間攪拌を行った。その後、ジャケットに20の水を流し、30分攪拌して冷却後、淡黄色粉末125gを得た。30

##### (4) 中和、精製工程

得られた淡黄色粉末5.0gをイオン交換水に溶解させ1%水溶液を調製した後、酢酸を用いてアルカリの中和を行い、透析膜（和光純薬工業株式会社製、商品名：スペクトラポア6、分画分子量8000）を用いて、イオン交換水による透析により精製を行った。具体的には、前記1%水溶液500gを、透析膜中に封じた後、前記1%水溶液に対して20質量倍以上のイオン交換水に浸し、少なくとも3時間以上の静置ごとに透析膜外部の水をイオン交換水に3回交換し、その後3時間以上静置した。透析精製終了後、凍結乾燥を行う事で、白色固体物のCGC3.1gを得た。続いて、得られたCGCの1%水溶液を調製し、遠心分離機（株式会社コクサン製、製品名：卓上遠心機、H-28F）を用いて、3000rpm（2000×g）で20分間遠心分離を行い、不溶物を沈降させた。この水溶液の上澄みを凍結乾燥機（EYELA社製、FDU-1100）にて凍結乾燥を行い、CGC(1)を得た。40

得られたCGC(1)を分析した結果、グリセロール基の含有量は38.0%、窒素含有量は0.21%であった。グリセロール基の置換度；MS(Gly)、及びカチオン化プロピレンオキシ基の置換度；MS(N+)はそれぞれ1.39、及び0.04であった。結果を表1に示す。

#### 【0100】

実施例2~9 [ CGC(2)~(9) の製造 ]

グリセロール化剤（グリシドール）、及びカチオン化剤（HAC-65）の添加量を除50

いては、実施例 1 と同様に行い、 CGC(2) ~ (9)を得た。 CGC(7)については、カチオン化プロピレンオキシ基の直接置換度； DS(N+)の測定も行い、 CGC(8)については、 DS(N+)及びグリセロール基の直接置換度； DS(Gly)の測定も行った。

結果を表 1 及び表 2 に示す。

#### 【0101】

##### 実施例 10 [ CGC(10) の製造 ]

グリセロール化剤とカチオン化剤の添加順序を変更し、 CGC の製造を行った。

###### (1) セルロースの粉末化工程

実施例 1 と同様の操作を行い、セルロースとアルカリの混合粉末を得た。 10

###### (2) カチオン化反応

得られたセルロース粉末とアルカリ混合物 62.3 g ヘイオン交換水 15 g (セルロースあたり 30 %) を噴霧にて添加し、乳鉢を用いて混合を行った。この混合物を、還流管を取り付けた 1 L ニーダー (株式会社入江商会製、 PNV-1 型) に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら、ジャケットに温水を流しジャケット温度を 50 ℃ に調節した。次に、カチオン化剤として実施例 1 で用いた HAC-65 14.3 g (0.16 モル / AGU) を 30 分間かけて滴下した。その後、ジャケット温度 50 ℃ にて 5 時間攪拌を行った。 DS(N+) は 0.12 であった。

###### (3) グリセロール化反応

次に、グリセロール化剤としてグリシドール 29.7 g (1.3 モル / AGU) をテトラヒドロフラン 60.3 g (グリセロール化剤濃度 33 %) に希釈した溶液を、カチオン化反応で得られた混合物に 30 分間かけて滴下した。その後、ジャケット温度 50 ℃ にて 3 時間攪拌を行った。その後、ジャケットに 20 ℃ の水を流し、 30 分攪拌して冷却後、淡黄色粉末 130 g を得た。 20

###### (4) 中和、精製工程

得られた淡黄色粉末 5.0 g に対し、実施例 1 と同様の中和、精製操作を行って、 CGC(10)を得た。

得られた CGC(10) を分析した結果、グリセロール基の含有量は 33.9 %、窒素含有量は 0.62 % であった。 MS(Gly) 及び MS(N+) はそれぞれ 1.25 、及び 0.12 であり、 DS(Gly) は、 0.83 であった。結果を表 1 及び表 2 に示す。 30

#### 【0102】

##### 実施例 11 [ CGC(11) の製造 ]

セルロースを溶媒に均一に溶解させ、グリセロール化剤、及びカチオン化剤との反応を行い CGC の製造を行った。

###### (1) セルロースの粉末化工程

シート状木材パルプ (テンベック社製 Biocloc HV+、平均重合度 1550) をシュレッダー (株式会社明光商会製、 MSX2000-IVP440F) にかけてチップ状にした。その後、 80 ℃ 減圧下で 12 時間乾燥処理を行い、水分量 0.8 % のチップ状の乾燥パルプを得た。

次に、得られたチップ状の乾燥パルプ 920 g を、バッチ式振動ミル (中央化工機株式会社製、 FV-10 : 容器全容積 33 L 、ロッドとして、 30 mm 、長さ 510 mm 、断面形状が円形の SUS304 製ロッド 6 本) に投入した。振動数 20 Hz 、全振幅 8 mm 、温度 10 ~ 40 ℃ の範囲で 10 分粉碎処理を行い、セルロース粉末 890 g を得た。 40

###### (2) グリセロール化反応

3 口丸底フラスコに、ジメチルスルホキシド (DMSO 、和光純薬工業株式会社製 ) 389.2 g 、テトラ (n-ブチル) アンモニウムフロリド三水和物 (TBAF 、関東化学株式会社製 ) 77.5 g を投入し、均一に溶解させた。これに、上記で得られたセルロース粉末 7.0 g を加えて室温で 1 時間攪拌し、溶解させた。更に、微粉末化した水酸化カリウム 2.42 g (1.0 モル当量 / AGU) を加えてよく分散させた。 70 ℃ に昇温

した後、窒素気流下で反応液を攪拌しながら、グリシドール 25.6 g (8.0 モル / A G U) の 50% ジメチルスルホキシド溶液 51.2 g を 5 時間かけて添加した。滴下終了後、更に 70° のまま 1 時間攪拌を続け、反応を終了させた。

続いて、反応溶液を室温まで冷却した後に、遠心分離を行い、得られた上澄み液をイオン交換水 / アセトン / メタノール = 2 / 4 / 4 (体積比) の混合溶媒中へ投入し、析出したポリマーを回収、減圧乾燥することで白色の固体物としてグリセロール化されたセルロース 8.82 g を得た。D S (Gly) は 1.23 であった。

### 【0103】

#### (3) カチオン化反応

3 口丸底フラスコに、50% ジメチルスルホキシド水溶液 166.7 g を投入し、上記で得られたグリセロール化されたセルロース 2.5 g を加えて、室温で攪拌し、均一に溶解させた。その後、20% 水酸化ナトリウム水溶液 0.4 g (0.2 モル当量 / A G U) を加えて室温で攪拌した。その後、カチオン化剤としてグリシジルトリメチルアンモニウムクロライド (阪本薬品工業株式会社製、含水量 20 質量%、純度 90% 以上) 1.46 g (0.8 モル / A G U) を攪拌添加後、50° に昇温後 5 時間反応を行った。その後、反応液を酢酸で中和し、エタノール中に投入して、析出したポリマーを回収、減圧乾燥することで白色の固体物として C G C (11) を 1.9 g 得た。

得られた C G C (11) の置換度の分析を行った結果、グリセロール基の含有量は 34.6% であった。また、窒素含有量は 0.70% であった。M S (Gly) 及び M S (N+) はそれぞれ 1.31、及び 0.14 であった。結果を表 1 及び表 2 に示す。

### 【0104】

#### 実施例 12 [C G C (12) の製造]

セルロース原料としてシート木材パルプをコットンリンターパルプ (平均重合度 2005) に変更したことを除いては、実施例 11 と同様に行つた。

得られた C G C (12) を分析した結果、グリセロール基の含有量は 33.4%、窒素含有量は 0.43% であった。M S (Gly) 及び M S (N+) はそれぞれ 1.18、及び 0.08 であった。結果を表 1 及び表 2 に示す。

### 【0105】

#### 実施例 13 ~ 14 [C G C (15) ~ (16) の製造]

グリセロール化剤 (グリシドール)、及びカチオン化剤 (H A C - 65) の添加量を除いては、実施例 1 と同様に行い、C G C (15) ~ (16) を得た。結果を表 1 に示す。

### 【0106】

#### 実施例 15 [C G C (17) の製造]

グリセロール化剤 (グリシドール)、及びカチオン化剤 (H A C - 65) の添加量を除いては、実施例 7 と同様に行い、C G C (17) を得た。

得られた C G C (17) を分析した結果、グリセロール基の含有量は 38.9%、窒素含有量は 0.61% であった。グリセロール基の置換度、及びカチオン化アルキレンオキシ基の置換度はそれぞれ 1.56、及び 0.13 であった。結果を表 1 に示す。

### 【0107】

#### 実施例 16 [C G C (18) の製造]

グリセロール化剤 (グリシドール)、及びカチオン化剤 (グリシジルトリメチルアンモニウムクロライド) の添加量を除いては、実施例 11 と同様に行い、C G C (18) 2.2 g を得た。

得られた C G C (18) を分析した結果、グリセロール基の含有量は 36.0%、窒素含有量は 0.36% であった。グリセロール基の置換度、及びカチオン化アルキレンオキシ基の置換度はそれぞれ 1.31、及び 0.07 であった。結果を表 1 に示す。

### 【0108】

#### 実施例 17 [C G C (19) の製造]

グリセロール化剤 (グリシドール)、及びカチオン化剤 (グリシジルトリメチルアンモニウムクロライド) の添加量、及び、セルロース原料としてシート木材パルプをコットン

10

20

30

40

50

リントーパルプ（平均重合度 2005）に変更したことを除いては、実施例 11 と同様に行い、G C C (19)を得た。結果を表 1 に示す。

#### 【0109】

比較例 1～2 [ G C C (13)～(14) の製造 ]

グリセロール化剤（グリシドール）、及びカチオン化剤（H A C - 65）の添加量を除いては、実施例 1 と同様に行い、G C C (13)～(14)を得た。結果を表 1 に示す。

#### 【0110】

比較例 3 [ グリセロール化セルロース、G C (1) の製造 ]

カチオン化反応を行わず、グリセロール化されたセルロース（グリセロール化セルロース（以下、「G C」ともいう））の製造を行った。

10

#### (1) セルロースの粉末化工程

実施例 1 と同様の操作を行い、セルロース粉末とアルカリの混合物を得た。

#### (2) グリセロール化反応

得られたセルロースとアルカリの混合粉末 74.8 g ヘイオン交換水 18 g（セルロースあたり 30%）を噴霧にて添加し、乳鉢を用いて混合を行った。この混合物を、還流管を取り付けた 1 L ニーダー（株式会社入江商会製、P N V - 1 型）に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら、ジャケットに温水を流しジャケット温度を 50 に調節した。次に、グリセロール化剤としてグリシドール 34.3 g (1.3 モル / A G U、関東化学株式会社製) をテトラヒドロフラン 69.6 g (グリセロール化剤濃度 33%) に希釈した溶液を 30 分間かけて滴下した。その後、ジャケット温度 50 にて 3 時間攪拌を行った。その後、ジャケットに 20 の水を流し、30 分攪拌して冷却後、淡黄色粉末 149 g を得た。

20

#### (3) 中和、精製工程

得られた淡黄色粉末 15.0 g をイオン交換水 / アセトン / メタノール = 2 / 4 / 4 (体積比) の混合溶媒 300 mL に分散させ、酢酸を用いてアルカリの中和を行った。分散液から固形分をろ過収集し、更に、イオン交換水 / アセトン / メタノール = 2 / 4 / 4 (体積比) の混合溶媒 300 mL を用い、分散、ろ過収集の洗浄操作を 2 回繰り返し、精製を行い、白色固形物のグリセロール化セルロースを 8.1 g 得た。続いて、得られたグリセロール化セルロースの 1% 水溶液を調製し、遠心分離機（株式会社コクサン製、製品名：卓上遠心機 H - 28 F）を用いて、3000 rpm (2000 × g) で 20 分間遠心分離を行い、不溶物を沈降させた。この水溶液の上澄みを凍結乾燥機（E Y E L A 製、F D U - 1100）にて凍結乾燥を行い、G C (1) を得た。

30

得られた G C (1) を分析した結果、グリセロール基の含有量は 30.3%、M S (G 1 y) は 0.95 であった。結果を表 1 に示す。

#### 【0111】

比較例 4 [ グリセロール化セルロース、G C (2) の製造 ]

グリセロール化剤の添加量を 84.4 g (3.2 モル / A G U) に変更したこと以外は、比較例 3 と同様の操作を行い、G C (2) を得た。

得られた G C (2) を分析した結果、グリセロール基の含有量は 54.5%、M S (G 1 y) は 2.62 であった。結果を表 1 に示す。

40

#### 【0112】

【表1】

表1

		グリセロール化 反応工程	カチオン化 反応工程	グリセロール 基 置換度 [MS(Gly)]	カチオン化 アルキレンオキシ基 置換度 [MS(N+)]	カチオン 電荷密度 [mmol/g]	平均 重合度 [n]	水溶液 粘度*2 [mPa·s]
		グリセロール化剤 添加量 (モル/AGU*1)	カチオン化剤 添加量 (モル/AGU*1)					
実施例1	CGC(1)	0.80	0.08	1.39	0.04	0.15	1332	26
実施例2	CGC(2)	1.60	0.08	1.47	0.07	0.25	1249	59
実施例3	CGC(3)	1.20	0.08	1.20	0.09	0.34	1249	34
実施例4	CGC(4)	3.20	0.08	2.62	0.09	0.24	1249	123
実施例5	CGC(5)	1.00	0.08	0.98	0.10	0.40	1249	40
実施例6	CGC(6)	1.50	0.12	1.19	0.10	0.38	1332	86
実施例7	CGC(7)	1.90	0.17	1.36	0.12	0.43	1249	23
実施例8	CGC(8)	1.20	0.18	0.95	0.15	0.59	1249	23
実施例9	CGC(9)	3.20	0.16	2.77	0.17	0.43	1249	103
実施例10	CGC(10)	1.30	0.16	1.25	0.12	0.44	1249	94
実施例11	CGC(11)	8.00	0.80	1.31	0.14	0.50	1233	221
実施例12	CGC(12)	8.00	0.80	1.18	0.08	0.31	2005	5010
実施例13	CGC(15)	0.80	0.12	0.86	0.10	0.42	1332	52
実施例14	CGC(16)	3.00	0.20	2.87	0.17	0.42	1332	174
実施例15	CGC(17)	1.25	0.25	1.56	0.13	0.44	1249	25
実施例16	CGC(18)	8.00	0.40	1.31	0.07	0.26	1233	219
実施例17	CGC(19)	8.00	1.21	1.04	0.17	0.64	2005	4570
比較例1	CGC(13)	1.90	0.32	1.42	0.25	0.82	1249	27
比較例2	CGC(14)	1.90	0.49	1.42	0.35	1.09	1249	34
比較例3	GC(1)	1.25	0.00	0.95			1249	31
比較例4	GC(2)	3.20	0.00	2.62			1249	61

\*1: 無水グルコース単位(アンドログルコース単位)1モルに対するモル数

\*2: 25°Cにおける1質量%水溶液のB型粘度計(30rpm)での粘度(単位:mPa·s)

## 【0113】

【表2】

表2

		グリセロール基 置換度 [MS(Gly)]	グリセロール基 直接置換度 [DS(Gly)]	カチオン化 アルキレンオキシ基 置換度 [MS(N+)]	カチオン化 アルキレンオキシ基 直接置換度 [DS(N+)]
実施例7	CGC(7)	1.36	0.91	0.12	0.022
実施例8	CGC(8)	0.95	0.78	0.15	
実施例10	CGC(10)	1.25	0.83	0.12	0.120
実施例11	CGC(11)	1.31	1.23	0.14	

## 【0114】

## 【毛髪化粧料組成物の評価】

実施例18～29(ヘアシャンプーの製造、評価)

CGC(1)～(12)及び界面活性剤としてポリオキシエチレンアルキル硫酸ナトリウム(花王株式会社製:エマール170J(70%水溶液)、オキシエチレン基の平均付加モル数:1、アルキル鎖長:C10～16)、ヤシ油脂肪酸アミドプロピルカルボベタイン(花王株式会社製:アンヒトール55AB(30%水溶液))、ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド(川研ファインケミカル株式会社製:アミゾールCME)を用いて、各成分の有効分が表3に示す組成となるヘアシャンプーを常法により調製した。具体的には、CGCを水に溶解又は均一分散させ2%ポリマー溶液を調製した。別途、ポリマー以外の各成分をビーカーに取り、80℃に加温後攪拌し、均一溶解した後に、ポリマー液を加え、均一混合後冷却し、最後に、加温により蒸発した水分を補充した。

10

20

30

40

50

下記組成の各成分をビーカーに取り、80℃に加温後、混合し、均一に溶解したことを確認した後、冷却して、プレーンヘアシャンプーを得た。得られたプレーンヘアシャンプーで毛束を洗净し、35～40℃の温水で十分に湿らせた後、表3に示す組成のヘアシャンプーで洗净し、温水ですすいだ。このように処理した毛束を評価用トレスとして用い、5人のパネラーが、以下の評価基準、評価方法により、毛髪のすすぎ時における、すべり性、すべりの持続感を評価した。結果を表3に示す。

## 【0115】

(プレーンシャンプーの組成)

(成分)	(%)	
ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸Na(エマールE-27C)	11.3	10
(エマールE-27C(花王株式会社製、有効分27%)として42.0%)		
ヤシ油脂肪酸N-メチルエタノールアミド	3.0	
(アミノーン C-11S(花王株式会社製))		
クエン酸	0.2	
メチルパラベン	0.3	
精製水	バランス	
計	100.0	

(評価基準)

・すべり性:

- 5:非常にすべり性がよく、摩擦がない
- 4:ややすべり性がよく、摩擦が少ない
- 3:普通
- 2:すべり性が悪く、きしむ
- 1:全くすべらず、きしみが激しい

20

・持続感:

- 5:すべり性が非常に長続きする
- 4:すべり性が長続きする
- 3:普通
- 2:すべり性が続かない
- 1:すべり性が全く続かない

30

(評価方法)

5人のパネラーの評価結果を平均して評点を求めた。

## 【0116】

比較例5～9(ヘアシャンプーの製造、評価)  
CGC(13)～(14)、GC(1)～(2)、及びカチオン化ヒドロキシエチルセルロース(花王株式会社製:ポイズ C-80M)を用いて、表3に示す組成のヘアシャンプーを実施例18と同様にして調製し、評価した。結果を表3に示す。

## 【0117】

【表3】

		実施例										比較例							
		毛髪化粧料組成物 (シャンプー)	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	5	6	7	8	9
	CGC(1)	0.3																	
	CGC(2)	0.3																	
	CGC(3)	0.3																	
	CGC(4)	0.3																	
	CGC(5)	0.3																	
	CGC(6)	0.3																	
	CGC(7)	0.3																	
	CGC(8)	0.3																	
	CGC(9)	0.3																	
	CGC(10)	0.3																	
	CGC(11)	0.3																	
	CGC(12)	0.3																	
	CGC(13)														0.3	0.3	0.3	0.3	
	CGC(14)														0.3	0.3	0.3	0.3	
	GC(1)																		
	GC(2)																		
カチオニ化																			
ヒドロキシエチルセルロース <sup>*1</sup>																			
ポリオキシエチレン(1)																			
アルキルエーテル硫酸ナトリウム <sup>*2</sup>		13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	
ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド <sup>*3</sup>		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	
ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン <sup>*4</sup>		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	
塩化ナトリウム		0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	
pH調整剤															適量	適量	適量	適量	
精製水															バランス	バランス	バランス	バランス	
評価																			
すべり性		3.6	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4.6	5	3	3	
持続感		3.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	5	5	5	3.2	3.2	2	2	

\*1:花王株式会社製、ポイズ C-80M  
 \*2:花王株式会社製、エマール170S(有効成分70%)を18.6%添加  
 \*3:川研ファインケミカル株式会社製、アミゾール CME  
 \*4:花王株式会社製、アンヒートル55AB(有効成分30%)を5.0%添加

## 【0118】

表3から、本発明のCGC(1)～(12)を用いた毛髪化粧料は、すすぎ時における優れたすべり性とその持続感を付与できたことが分かる。

## 【0119】

実施例30～34(ヘアシャンプーの製造、評価)

CGC(6)と界面活性剤を用いて、CGCの含有量を変え、表4に示した組成からなるヘアシャンプーを実施例18と同様にして調製し、評価した。結果を表4に示す。

## 【0120】

【表4】

表 4

	毛髪化粧料組成物 (シャンプー)	実施例				
		30	31	32	33	34
配合 組成 (質 量 部 )	CGC(6)	0.01	0.1	0.5	1	3
	ポリオキシエチレン(1) アルキルエーテル硫酸ナトリウム <sup>1</sup>	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0
	ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド <sup>2</sup>	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン <sup>3</sup>	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
	塩化ナトリウム	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
	pH調整剤	適量				
評 価	すべり性	4	4	5	5	5
	持続感	3.6	4	4	4	5

\*1:花王株式会社製、エマール170S(有効成分70%)を18.6%添加

\*2:川研ファインケミカル株式会社製、アミゾール CME

\*3:花王株式会社製、アンヒトール55AB(有効成分30%)を5.0%添加

## 【0121】

表4から、実施例30～34のヘアシャンプーは、すすぎ時における優れたすべり性とその持続感を付与できたことが分かる。

## 【0122】

実施例35～49(ヘアシャンプーの製造、評価)

CGC(6)と種々の界面活性剤を用いて、表5に示した組成からなるヘアシャンプーを実施例18と同様にして調製し、評価した。結果を表5に示す。

## 比較例10(ヘアシャンプーの製造、評価)

カチオン化ヒドロキシエチルセルロース(花王株式会社製:ポイズ C-80M)を用いて、表5に示す組成のヘアシャンプーを実施例18と同様にして調製し、評価した。結果を表5に示す。

## 【0123】

10

20

30

【表5】

表5

	毛髪化粧料組成物 (シャンプー)	実施例														比較例 10	
		35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48		
配合組成 (質量部)	CGC(6)	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	
	カチオン化ヒドロキシエチルセルロース*17															0.3	
	アルキル硫酸ナトリウム*1	13															
	ポリオキシエチレン(1)		13														
	アルキルエーテル硫酸アンモニウム*2			13												13 13	
	ポリオキシエチレン(1)			13													
	アルキルエーテル硫酸ナトリウム*3				13												
	ポリオキシエチレン(2)				13												
	アルキルエーテル硫酸ナトリウム*4					13											
	ポリオキシエチレン(4.5)					13											
	アルキルエーテル酢酸ナトリウム*5						13										
	ポリオキシエチレン(2)						13										
	アルキルエーテルスルホコハク酸ナトリウム*6							13									
	アシルグルタミン酸ナトリウム*7							13									
	ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド*8								2							0.3	
	ヤシ油脂肪酸メチルエタノールアミド*9								2								
	ラグリルカルボキシメチルヒドロキシ								13								
	ベタソリウムヘタイン*10									2							
	ラグリルヒドロキシルホベタイン*11									2							
	ヤシ油脂肪酸アミド															1.5	
	プロピルベタイン*12																
	ポリオキシエチレン(3)ラグリルエーテル*13									2							
	ポリオキシエチレン(12)ラグリルエーテル*14										2						
	アルキルグルコシド*15								13								
	塩化セチルトリメチルアンモニウム*16															1	
	pH調整剤	適量														適量	
	精製水	バランス														バランス	
評価	すべり性	3.6	3.6	3.6	4	4	4	3.6	4	3.6	4	4	3.6	3.6	3.6	4	3
	持続感	3.6	3.6	3.6	4	4	4	3	3.6	3.6	3.6	4	3.6	3.6	3.6	3	

\*1:花王株式会社製、エマール0(有効分99%)を13.1%添加

\*2:花王株式会社製、エマール170S-A(有効分70%)を18.6%添加

\*3:花王株式会社製、エマール170J(有効分70%)を18.6%添加

\*4:花王株式会社製、エマール270S(有効分70%)を18.6%添加

\*5:花王株式会社製、カオーアキポ RLM-45(有効分92%)を14.1%添加

\*6:ライオン株式会社製、リボラン LB-440(有効分37%)を35.1%添加

\*7:味の素株式会社製、アミソフト LS-11

\*8:川研ファインケミカル株式会社製、アミゾール CME

\*9:花王株式会社製、アミノーン C-11S

\*10:花王株式会社製、アンヒトール 20-YB

\*11:花王株式会社製、アンヒトール 20HD(有効成分30%)を6.7%添加

\*12:花王株式会社製、アンヒトール55AB(有効成分30%)を5.0%添加

\*13:花王株式会社製、エマルゲン103

\*14:花王株式会社製、エマルゲン120

\*15:花王株式会社製、マイドール10(有効分40%)を32.5%添加

\*16:花王株式会社製、コーダミン60W(有効分30%)を3.3%添加

\*17:花王株式会社製、ポイズ C-80M

## 【0124】

表5から、実施例35～49のヘアシャンプーは、すすぎ時における優れたすべり性とその持続感を付与できたことが分かる。

## 【0125】

## 実施例50～103(シャンプーの製造、評価)

CGC(1)、(4)、(6)、(8)、(12)、(15)～(19)を用いて、表6～10に示す組成となるシャンプーを常法により調製した。

具体的には、CGCを水に溶解又は均一分散させ、適量の水及び界面活性剤をビーカーに取り、60℃に加温して均一混合し、50℃まで冷却した。そこに油剤を加え、均一混合後、30分間攪拌乳化し冷却した。最後に、加温により蒸発した水分を補充し、pHを測定した。pH調整剤(5.0%クエン酸水溶液)でpHを5に調整した。

実施例64～80に関しては、CGCを水に溶解又は均一分散させ、適量の水及び界面

30

40

50

活性剤をビーカーに取り、60℃に加温して均一混合し、油剤を加えて均一に混合し、冷却した。最後に、加温により蒸発した水分を補充し、pHを測定した。pH調整剤(50%クエン酸水溶液)でpHを5に調整した。

#### 【0126】

前記プレーンシャンプーで毛束を洗浄し、35～40℃の温水で十分に湿らせた後、実施例50～103のシャンプー0.5gを塗布し、1分間洗浄した。その後、温水で30秒間すすぎ、タオルで水分を取り、櫛で毛束を整え、更にドライヤーの温風で乾燥させ、仕上げに櫛で毛束を整え、評価用トレスを得た。

5人のパネラーが、以下に示す評価基準、評価方法により、毛髪すすぎ時のすべり性、すべり性の持続感、乾燥後のしっとり感と柔らかさの評価を行った。結果を表6～10に示す。

比較例15を基準スコア3とし、5人のパネラーの平均評点が3.4点以上であれば、その評価において明らかに優れた性能を有するといえる。

#### 【0127】

(評価基準・評価方法)

- ・すすぎ時のすべり性

5：すべりが非常に良い

4：すべりが良い

3：すべりが普通(比較例15のすべり性を基準)

2：すべりが悪い

1：すべりが非常に悪い

- ・すべり性の持続感

5：持続感が非常に強い

4：持続感が強い

3：普通(比較例15の持続感を基準)

2：持続感が弱い

1：持続感が非常に弱い

- ・乾燥後のしっとり感

5：非常にしっとり感が強い

4：しっとり感が強い

3：普通(比較例15のしっとり感を基準)

2：しっとり感が弱い

1：しっとり感が非常に弱い

- ・乾燥後の柔らかさ

5：非常に柔らかい

4：柔らかい

3：普通(比較例15の柔らかさを基準)

2：硬い

1：非常に硬い

#### 【0128】

比較例11～17

実施例50のCGCに代えて表6に示す種々のポリマーを用いたシャンプー(比較例11～15、17)、実施例50のCGCを添加しなかったシャンプー(比較例16)を実施例50と同様にして調製した。なお、比較例11～17のシャンプーのpHは5に調整した。

比較例11～17のシャンプーを評価した結果を表6及び表10に示す。

#### 【0129】

10

20

30

40

【表6】

【 0 1 3 0 】

なお、表 6 で使用した成分の詳細を以下に示す。

\* 1 : 花王株式会社製 : ポイズ C - 80 M

\* 2 : 花王株式会社製 : エマール 170J (有効成分 70%)

\* 3 : 花王株式会社製: アンヒトール 55AB (有効成分 30%)

\* 4 : 川研ファインケミカル株式会社製 : アミゾール C M E

\* 5 : 東レ・ダウコーニング株式会社製 : BY22-029 (有効成分 50%)

【 0 1 3 1 】

【表7】

表 7

毛髪化粧料(シャンプー)			実施例				
			60	52	61	62	63
配合組成 (質量部)	CGC	CGC (6)	0.1	0.3	0.5	1.0	3
	界面活性剤	ラウレス-1硫酸ナトリウム *1	13	13	13	13	13
		ヤシ油脂肪酸アミドプロピルヘキサン*2	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
		ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド*3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	油剤	高重合ジメチルポリシロキサン*4	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
		pH調整剤	適量				
	精製水		バランス				
	質量比 [CGC/界面活性剤]		0.0068	0.0203	0.0338	0.0676	0.2027
	質量比 [CGC/油剤]		0.1	0.3	0.5	1.0	3.0
	質量比 [界面活性剤/油剤]		14.8	14.8	14.8	14.8	14.8
評価	すすぎ時のすべり性		3.4	4.0	4.4	4.8	5.0
	すべり性の持続感		3.4	4.4	4.4	4.8	5.0
	乾燥後のしっとり感		3.4	3.6	4.0	4.0	4.0
	乾燥後の柔らかさ		3.6	4.0	4.0	3.8	3.6

\*1:花王株式会社製:エマール170J(有効成分70%)

\*2:花王株式会社製:アンヒトール55AB(有効成分30%)

\*3:川研ファインケミカル株式会社製:アミゾールCME

\*4:東レ・ダウコーニング株式会社製:BY22-029(有効成分50%)

【0132】

【表 8】

		実施例																						
		64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86
配合組成(質量部)	油剤	CGC	CGC (6)	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	0.3	0.3	0.3	0.3
界面活性剤	ラウレス-1硫酸ナトリウム*1 ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン*2 ヤシ油脂肪酸モエタールアミド*3 オレイン酸*4	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13
イソステアリン酸*5	1																							
マカデミアンナッツ油*6	1																							
アボカド油*7	1																							
ヒマワリ油*8	1																							
(ヒドロキシステアリン酸/ステアリン酸/ジン酸)ジヘキサエチル*9																								
シリスチン酸ミスチル*10																								
パルミチエン酸イソプロピル*11																								
パルミチエン酸セチル*12																								
ステアリン酸ステアリル*13																								
スクワラン*14																								
流動シリコン*15																								
パラブレンワックス*16																								
ベヘニルアルコール*17																								
ジオクチルエーテル*18																								
ジオクチルカーボネート*19																								
ジメチコノール*21																								
ポリエーテル変性シリコーン*22																								
ポリエーテル変性シリコーン*23																								
高重合シリカロキサン*24																								
高重合シリカロキサン*25																								
アミニ性高重合シリカロキサン*26																								
pH調整剤																								
精製水																								
評価	すすぎ時のすべり性	4.0	3.6	3.4	3.6	3.4	4.0	3.8	3.6	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	3.4	3.4	3.0	4.0	3.6	3.4	4.0	4.0	4.0	4.0
	すべり性的持続感	4.0	3.6	4.0	3.8	3.4	3.4	4.0	3.8	3.6	4.0	4.0	4.0	4.0	3.4	3.4	3.0	4.0	3.4	3.4	4.0	4.0	4.0	4.2
	乾燥後のしつどり感	3.8	4.0	4.4	3.2	4.4	4.4	3.8	3.6	3.2	3.4	4.4	3.4	4.6	3.4	3.4	3.8	4.0	3.4	3.6	3.6	4.0	4.6	3.4
	乾燥後の柔らかさ	4.0	4.0	4.4	3.8	4.0	4.6	4.2	3.4	4.0	4.0	3.4	4.6	3.4	3.4	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	4.0	4.0	4.4
	適量	ペ担ソス																						

## 【0133】

なお、表 8 で使用した成分の詳細を以下に示す。

- \* 1 : 花王株式会社製：エマール 170 J (有効成分 70 %)
- \* 2 : 花王株式会社製：アンヒトール 55 A B (有効成分 30 %)
- \* 3 : 川研ファインケミカル株式会社製：アミゾール C M E
- \* 4 : 花王株式会社製：ルナック L O - V
- \* 5 : 高級アルコール株式会社製：イソステアリン酸 E X
- \* 6 : 日光ケミカルズ株式会社製：マカデミアンナッツ油

- \* 7 : 日光ケミカルズ株式会社製 : 精製アボカド油  
 \* 8 : 日本流通産業株式会社製 : 食用ひまわり油  
 \* 9 : 日清オイリオ株式会社製 : コスモール 168 A R V  
 \* 10 : 花王株式会社製 : エキセパール M Y M  
 \* 11 : 花王株式会社製 : エキセパール I P P  
 \* 12 : コグニス社製 : C U T I N A C P  
 \* 13 : 花王株式会社製 : エキセパール S S  
 \* 14 : 日光ケミカルズ株式会社製 : スクワラン  
 \* 15 : カネダ社製 : ハイコール K - 230  
 \* 16 : 日本精蠟株式会社製 : P A R A F F I N W A X 125 10  
 \* 17 : 花王株式会社製 : カルコール 220 - 80  
 \* 18 : コグニス社製 : セチオール O E  
 \* 19 : コグニス社製 : セチオール C C  
 \* 20 : クローダ社製 : クロダモル S T S  
 \* 21 : 東レ・ダウコーニング株式会社製 : 1785 E M U L S I O N (有効成分 60 %)  
 \* 22 : 花王株式会社製 : ソフケア G S - G  
 \* 23 : 信越化学工業株式会社製 : K F 6011  
 \* 24 : 東レ・ダウコーニング株式会社製 : B Y 22 - 050 A (有効成分 50 %)  
 \* 25 : 東レ・ダウコーニング株式会社製 : B Y 22 - 029 (有効成分 51 %) 20  
 \* 26 : 東レ・ダウコーニング株式会社製 : S M 8904 (有効成分 40 %)

【0134】

【表9】

表 9

毛髪化粧料(シャンプー)			実施例				
			87	88	52	89	90
配合組成(質量部)	CGC	CGC (6)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	界面活性剤	ラウレス-1硫酸ナトリウム *1	13	13	13	13	13
		ヤシ油脂肪酸アンド'プロピルヘ'タイン*2	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
		ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド*3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	油剤	高重合ジメチルポリシロキサン *4	0.01	0.1	1.0	5.0	10
		pH調整剤	適量				
		精製水	バランス				
質量比 [CGC/界面活性剤]			0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
質量比 [CGC/油剤]			30	3.0	0.3	0.06	0.03
質量比 [界面活性剤/油剤]			1480	148	14.8	2.96	1.48
評価	すすぎ時のすべり性		4.0	4.0	4.0	3.6	3.6
	すべり性的持続感		4.0	4.0	4.4	3.6	3.6
	乾燥後のしっとり感		3.4	3.4	3.6	4.8	5.0
	乾燥後の柔らかさ		3.8	3.8	4.0	3.6	3.2

\*1:花王株式会社製:エマール170J(有効成分70%)

\*2:花王株式会社製:アンヒトール55AB(有効成分30%)

\*3:川研ファインケミカル株式会社製:アミゾールCME

\*4:東レ・ダウコーニング株式会社製:BY22-029(有効成分50%)

【0135】

【表 10】

		実施例										比較例		
		91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102	103
CGC	CGC (6)	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
その他	ガチオ化ヒドロキシエチルセリロース*1													0.3
	ラクリル硫酸ナトリウム*2	13.0												
	ラウレス-1硫酸アンモニウム*3	13.0												
	ラウレス-2硫酸ナトリウム*4	13.0												
	ラウレス-4.5酢酸ナトリウム*5	13.0												
	ラウレス-2スルホコハク酸ナトリウム*6	13.0												
	アシルグルタミン酸ナトリウム*7	13.0												
界面活性剤	ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド*8													
	ヤシ油脂肪酸メチルエタノールアミド*9													
	ラクリルカルボキシメチル													
	ヒドロキシミダツルウムベータイン*10													
	ラクリルヒドロキシスルホベータイン*11													
	ラウレス-3*12													
	ラウレス-12*13													
	アルキルグリコシド*14													
油剤	高重合ジメチルポリシリコン*15	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	pH調整剤													
	精製水													
評価	すぎ時のすべり性	3.4	3.8	4.0	4.6	4.2	3.6	4.2	4.0	3.8	3.8	4.2	3.6	3.6
	すべり性的持続感	3.4	3.8	3.8	4.2	4.6	3.6	4.2	4.0	3.8	3.8	4.2	3.6	3.6
	乾燥後のしつどり感	3.4	3.6	3.8	4.2	5.0	4.0	3.8	4.2	3.8	4.0	4.2	4.0	3.0
	乾燥後の柔らかさ	3.4	3.6	3.6	3.4	3.4	3.8	4.4	3.6	3.6	3.8	3.8	3.8	3.0

## 【0136】

なお、表10で使用した成分の詳細を以下に示す。

- \* 1 : 花王株式会社製：ポイズ C - 80 M
- \* 2 : 花王株式会社製：エマール 0
- \* 3 : 花王株式会社製：エマール 170 S - A (有効成分 70 %)
- \* 4 : 花王株式会社製：エマール 270 S (有効成分 70 %)
- \* 5 : 花王株式会社製：KAO AKYPO RMN45NV (有効成分 23.5 %)
- \* 6 : 新日本理化株式会社製：リカマイルド ES - 100 (有効成分 30 %)
- \* 7 : 味の素株式会社製：アミソフト CS - 11

- \* 8 : 川研ファインケミカル株式会社製 : アミゾール C M E
- \* 9 : 花王株式会社製 : アミノーン C - 11 S
- \* 10 : 花王株式会社製 : アンヒトール 20 Y B (有効成分 30%)
- \* 11 : 花王株式会社製 : アンヒトール 20 H D (有効成分 30%)
- \* 12 : 花王株式会社製 : エマルゲン 103
- \* 13 : 花王株式会社製 : エマルゲン 120
- \* 14 : 花王株式会社製 : マイドール 10 (有効成分 40%)
- \* 15 : 東レ・ダウコーニング株式会社製 : BY 22-029 (有効成分 50%)

#### 【0137】

表 6 ~ 10 から実施例 50 ~ 103 のシャンプーは、すすぎ時のすべり性、すべり性の持続感、乾燥後のしっとり感と柔らかさを付与することができる優れたシャンプーであることが分かる。 10

#### 【0138】

実施例 104 ~ 117 (コンディショナーの製造、評価)

実施例 6 で得られた CGC (6) を用いて、表 11 ~ 13 の実施例 104 ~ 117 に示す組成となるコンディショナーを常法により調製した。具体的には、CGC、適量の水、及び適量の pH 調整剤をビーカーに取り、80℃に加温し溶解させた。そこへ、80℃で溶解した界面活性剤及びセチルアルコール、ステアリルアルコールの混合物を加え、1 時間乳化攪拌した。50℃まで冷却して油剤を加え、均一混合した。最後に、加温により蒸発した水分を補充し、pH を測定した。必要に応じて pH 調整剤 (50% クエン酸水溶液及び 48% 水酸化ナトリウム水溶液) で pH を 5 に調整した。 20

実施例 50 で用いたブレーンシャンプーで洗浄した毛束を 35 ~ 40℃ の温水で十分に湿らせた後、実施例 104 ~ 117 のコンディショナー 1 g を 1 分間塗布し、温水で 30 秒間すすぎ、タオルで水分を取り、櫛で毛束を整えた。その後、ドライヤーの温風で乾燥させ、仕上げに櫛で毛束を整え、評価用トレスを得た。5人のパネラーが、実施例 50 ~ 103 と同様の評価方法により、毛髪すすぎ時のすべり性、すべり性の持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを評価した。結果を表 11 ~ 13 に示す。

比較例 18 を基準スコア 3 とし、5人のパネラーの平均評点が 3.4 点以上であれば、その評価において明らかに優れた性能を有するといえる。

#### 【0139】

比較例 18 及び 19

実施例 6 で得られた CGC (6) に代えて、カチオン化ヒドロキシエチルセルロースを用いたコンディショナー (比較例 18)、CGC (6) を用いなかつたコンディショナー (比較例 19) を実施例 104 と同様にして調製し、評価した。なお、比較例 18、19 のコンディショナーの pH は 5 に調整した。結果を表 11 に示す。

#### 【0140】

10

20

30

【表 11】

		実施例						比較例
配合組成(一質量部)	毛髪化粧料(コンディショナー)	104	105	106	107	108	109	
CGC	CGC (6)	0.05	0.10	0.30	0.50	1.00	3.00	
その他	カチオン化ヒドロキシエチルセルロース*1							0.3
界面活性剤	塩化ベニトリメチルアンモニウム*2	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
油剤	セチルアルコール*3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
	ステアリルアルコール*4	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
	高重合ジメチルホリシロキサン*5	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
pH調整剤								適量
精製水								バランス
質量比 [CGC/界面活性剤]		0.0333	0.0667	0.20	0.3333	0.6667	2.00	-
質量比 [CGC/油剤]		0.01	0.02	0.06	0.10	0.20	0.61	-
質量比 [界面活性剤/油剤]		0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	-
評価	すすぎ時のすべり性	3.4	3.6	3.6	4.0	4.0	3.4	3.0
	すべり性の持続感	3.4	3.6	4.0	4.0	3.6	3.4	2.6
	乾燥後のしつどり感	3.4	3.4	3.6	3.6	4.0	3.0	3.0
	乾燥後の柔らかさ	4.0	4.0	4.0	3.8	4.0	3.0	3.4

\*1 花王株式会社製:ポイズC-80M  
 \*2 花王株式会社製:コータミン2285E-E(有効成分58%)  
 \*3 花王株式会社製:カルコール6098  
 \*4 花王株式会社製:カルコール8098  
 \*5 東レ・ダウコーンング株式会社製:BY22-029(有効成分50%)

【0141】

【表 12】

表 12

毛髪化粧料(コンディショナー)			実施例				
			110	111	106	112	113
配合組成 (質量部)	CGC	CGC (6)	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
	界面活性剤	塩化ベニルトリメチルアンモニウム*1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
	油剤	セチルアルコール*2	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
		ステアリルアルコール*3	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
		高重合ジメチルポリシロキサン*4	0.1	0.5	1.0	5.0	10
		pH調整剤	適量				
		精製水	バランス				
質量比 [CGC/界面活性剤]			0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
質量比 [CGC/油剤]			0.08	0.07	0.06	0.03	0.02
質量比 [界面活性剤/油剤]			0.38	0.34	0.31	0.17	0.11
評価	すすぎ時のすべり性		3.4	3.8	3.6	3.8	3.4
	すべり性の持続感		3.4	3.4	4.0	3.4	3.4
	乾燥後のしっとり感		3.4	3.8	3.6	4.6	5.0
	乾燥後の柔らかさ		3.8	3.8	4.0	4.4	3.8

\*1:花王株式会社製:コータミン2285E-E(有効成分58%)

\*2:花王株式会社製:カルコール6098

\*3:花王株式会社製:カルコール8098

\*4:東レ・ダウコーニング株式会社製:BY22-029(有効成分50%)

【0142】

10

20

## 【表13】

表 13

毛髪化粧料(コンディショナー)		実施例			
		114	115	116	117
配合組成 (質量部)	CGC	CGC (6)	0.3	0.3	0.3
	界面活性剤	塩化セチルトリメチルアンモニウム*1	1.5		
		塩化ステアロキシプロピルトリメチルアンモニウム*2		1.5	
		ステアラミドプロピルジメチルアミン*3			1.5
	油剤	ベヘナミドプロピルジメチルアミン*4			1.5
		セチルアルコール*5	1.3	1.3	1.3
		ステアリルアルコール*6	2.6	2.6	2.6
	高重合ジメチルポリシロキサン*7		1.0	1.0	1.0
評価	pH調整剤		適量		
	精製水		バランス		
	すすぎ時のすべり性		4.2	3.8	3.8
	すべり性の持続感		3.8	4.0	3.8
	乾燥後のしっとり感		3.6	3.6	3.6
	乾燥後の柔らかさ		3.8	4.0	3.6

\*1:花王株式会社製:コーダミン60W(有効成分30%)

\*2:花王株式会社製:コーダミンE-80K(有効成分45%)

\*3:東邦化学工業株式会社製:カチナールMPAS

\*4:東邦化学工業株式会社製:カチナールBMPA

\*5:花王株式会社製:カルコール6098

\*6:花王株式会社製:カルコール8098

\*7:東レ・ダウコーニング株式会社製:BY22-029(有効成分50%)

## 【0143】

表11～13から、実施例104～117のコンディショナーは、すすぎ時のすべり性、すべり性の持続感、乾燥後のしっとり感、柔らかさを付与することができる優れたコンディショナーであることが分かる。

## 【0144】

## [皮膚洗浄剤組成物の評価]

## 実施例118(ボディシャンプー)

下記組成のボディシャンプーを常法により製造した。

両手を濡らし、得られたボディシャンプー0.5mLを両手に塗布し、泡立てた後、その両手を10秒間流水中ですすぎ、タオルで水滴を拭き取り、乾燥後の肌感触を評価した。

その結果、このボディシャンプーで洗浄、乾燥後の肌は優れた保湿感を有していた。

(成分)	(%)
ラウリン酸	8.6
ミリスチン酸	8.4
パルミチン酸	2.5
ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸ナトリウム *1	2.9
グリセリン	1.9
プロピレングリコール	1.2
ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン *2	0.9
C G C (6)	0.3
水酸化カリウム(pH 9.6に調製する量)	適量

10

20

30

40

50

香料 , 防腐剤	適 量
精製水	バランス
計	1 0 0 . 0

\*1 : 花王株式会社製 : エマール 270 J

\*2 : 花王株式会社製 : アンヒトール 55 A B

### 【0145】

#### 実施例 119 (ボディシャンプー)

下記組成のボディシャンプーを常法により製造し、実施例 118 と同様に評価した。その結果、このボディシャンプーで洗浄、乾燥後の肌は優れた保湿感を有していた。

10

(成分)	(%)
ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸ナトリウム*1	10.0
ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン *2	1.5
ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド	1.0
グリセリン	2.0
塩化ナトリウム	1.0
C G C (6)	0.3
香料 , 防腐剤	適 量
精製水	バランス
計	1 0 0 . 0

20

\*1 : 花王株式会社製 : エマール 270 J

\*2 : 花王株式会社製 : アンヒトール 55 A B

### 【0146】

#### 実施例 120 (ボディシャンプー)

下記組成のボディシャンプーを常法により製造し、実施例 118 と同様に評価した。その結果、このボディシャンプーで洗浄、乾燥後の肌は優れた保湿感を有していた。

30

(成分)	(%)
ラウロイルサルコシン K *1	6.0
ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸ナトリウム *2	3.3
プロピレングリコール	3.2
ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン *3	2.8
ジステアリン酸グリコール	1.0
ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド	0.7
C G C (6)	0.3
香料 , 防腐剤	適 量
p H 調整剤 (p H 6.0 に調製する量)	適 量
精製水	バランス
計	1 0 0 . 0

40

\*1 : 日光ケミカルズ株式会社製 : NIKKOL サルコシネット LK - 30

\*2 : 花王株式会社製 : エマール 270 J

\*3 : 花王株式会社製 : アンヒトール 55 A B

### 【0147】

#### 実施例 121 (洗顔料)

下記組成の洗顔料を製造し、実施例 118 と同様にして評価した。その結果、この洗顔料で洗浄、乾燥後の肌は優れた保湿感を有していた。

50

(成分)	(%)	
ココイルメチルタウリンN a *1	1 . 4	
ラウリン酸	2 8 . 2	
ミリスチン酸	2 . 8	
パルミチン酸	3 . 1	
P E G - 3 2 *2	2 . 0	
グリセリン	1 6 . 0	
C G C ( 6 )	0 . 3	
香料，防腐剤	適 量	
p H 調整剤 ( p H 9 . 0 に調製する量)	適 量	10
精製水	バランス	
計	1 0 0 . 0	

\*1：日光ケミカルズ株式会社製：NIKKOL CMT-30

\*2：日油株式会社製：PEG # 1500

### 【0148】

#### 実施例122（ボディシャンプー）

下記組成のボディシャンプーを実施例118と同様にして評価した。その結果、このボディシャンプーで洗浄、乾燥後の肌は優れた保湿感を有していた。

20

(成分)	(%)	
ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸ナトリウム *1	6 . 2	
ココイルイセチオン酸ナトリウム *2	5 . 8	
ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン *3	3 . 7	
グリセリン	3 . 2	
ラウリン酸	4 . 0	
ミリスチン酸	0 . 5	
パルミチン酸	1 . 5	
ステアリン酸	1 . 5	
ひまわり油	1 3 . 2	30
C G C ( 3 )	0 . 2	
水酸化カリウム ( p H 7 . 3 に調整する量)	適 量	
香料，防腐剤	適 量	
精製水	バランス	
計	1 0 0 . 0	

\*1：花王株式会社製：エマール270J

\*2：日油株式会社製：ダイヤポンC I

\*3：花王株式会社製：アンヒトール55AB

### 【0149】

#### 実施例123（洗顔料）

下記組成の洗顔料を製造し、実施例118と同様にして評価した。その結果、この洗顔料で洗浄、乾燥後の肌は優れた保湿感を有していた。

40

(成分)	(%)	
ココイルグリシンN a *1	9 . 4	
ココアンホ酢酸N a *2	2 . 5	
ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン *3	1 . 7	
ラウリン酸	2 . 0	
グリセリン	6 . 0	50

ワセリン	9 . 0
C G C ( 3 )	0 . 3
香料 , 防腐剤	適 量
p H 調整剤 ( p H 7 . 0 に調整する量 )	適 量
精製水	バランス
計	1 0 0 . 0

\*1: 味の素株式会社製: アミライト G C S - 1 1

\*2: 日光ケミカルズ株式会社製: N I K K O L A M - 1 0 1

\*3: 花王株式会社製: アンヒトール 5 5 A B

10

#### 【産業上の利用可能性】

##### 【 0 1 5 0 】

本発明のカチオン化グリセロール化セルロースは、ヘアシャンプー等の毛髪化粧料に配合すると、毛髪すぎ時ににおける優れたすべり性とその持続感、乾燥後の毛髪にしっとり感と柔らかさを付与することができる。また、ボディシャンプー、洗顔料等の皮膚洗浄剤に配合すると、皮膚を洗浄した後に優れた保湿感を付与することができる。そのため、本発明のカチオン化グリセロール化セルロースを含有する界面活性剤組成物は、毛髪化粧料又は皮膚洗浄剤用として好適に使用することができる。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
C 0 8 L 1/28 (2006.01) C 0 8 L 1/28

(31)優先権主張番号 特願2012-163420(P2012-163420)

(32)優先日 平成24年7月24日(2012.7.24)

(33)優先権主張国 日本国(JP)

(72)発明者 山口 祐未  
和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内  
(72)発明者 内山 智子  
和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内  
(72)発明者 山崎 直幸  
和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内  
(72)発明者 藤井 亮輔  
和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

審査官 高 美葉子

(56)参考文献 独国特許出願公開第03301667(D E , A 1)  
特表2006-527785(J P , A)  
国際公開第2011/059063(WO , A 1)  
特開昭61-181801(J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

A 6 1 K 8 / 0 0 - 8 / 9 9  
A 6 1 Q 1 / 0 0 - 9 0 / 0 0  
D W P I ( D e r w e n t I n n o v a t i o n )