(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 117120023 A
(43)申请公布日 2023.11.24

(21)申请号 202280026209.8
(22)申请日 2022.03.31
(30)优先权数据
2021-059023 2021.03.31 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2023.09.28
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2022/016376 2022.03.31
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2022/210997 JA 2022.10.06
(71)申请人 毕普罗株式会社
地址 日本兵库县
申请人 株式会社苍翠至臻摩耶SO制药株式会社 戴安娜株式会社
(72)发明人 田中良宣 辻野义雄
(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任公司 11219
专利代理师 鲁雯雯 金龙河
(51)Int.Cl.
*A61K 8/37*(2006.01)

权利要求书2页 说明书19页 附图3页

(54)发明名称

# 毛发处理用组合物和毛发处理方法

(57)摘要

本发明以卷发矫正、染色和脱色时的发质改善、卷发烫和直发烫时的发质改善、洗发、以及头发护理为目的,需要效果持久且安全性得到确保的毛发处理用组合物。本发明提供一种毛发处理用组合物,其是将由二羧酸和硫醇类形成的复合物作为有效成分的毛发处理用组合物,其中,二羧酸为选自己二酸、粘康酸和可允许作为化妆品的它们的盐中的一种或两种以上。本发明还提供使用该毛发处理用组合物的毛发处理方法。

CN 117120023 A

1.一种毛发处理用组合物,其是将由二羧酸和硫醇类形成的复合物作为有效成分的毛发处理用组合物,其中,

所述二羧酸为选自由碳原子数6～碳原子数10的二羧酸和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上,

所述硫醇类为选自由氨基硫醇类和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。

2.根据权利要求1所述的毛发处理用组合物,其中,所述二羧酸为选自由己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、己烯二酸、庚烯二酸、辛烯二酸、粘康酸和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。

3.根据权利要求1所述的毛发处理用组合物,其中,所述硫醇类为选自由半胱胺、半胱氨酸、脒基半胱氨酸、氨基苯硫酚、巯基吡啶、高半胱氨酸、氨基十一烷硫醇和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。

4.根据权利要求1所述的毛发处理用组合物,其中,所述二羧酸为选自由己二酸、辛烯二酸、粘康酸和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。

5.根据权利要求1所述的毛发处理用组合物,其中,所述二羧酸为粘康酸或可允许作为化妆品的粘康酸的盐,所述硫醇类为半胱胺或可允许作为化妆品的半胱胺的盐。

6.根据权利要求1所述的毛发处理用组合物,其中,将通过使所述二羧酸与所述硫醇类以硫醇类/二羧酸＝0.01～100的摩尔比反应而得到的复合物作为有效成分。

7.根据权利要求6所述的毛发处理用组合物,其中,所述摩尔比为硫醇类/二羧酸＝1以上。

8.根据权利要求1所述的毛发处理用组合物,其中,所述复合物通过将所述二羧酸和所述硫醇类在高温下混合的混合步骤来得到。

9.根据权利要求8所述的毛发处理用组合物,其中,所述混合步骤为将所述二羧酸和所述硫醇类在60～100℃下混合的混合步骤。

10.根据权利要求1所述的毛发处理用组合物,其通过至少包括将所述二羧酸和所述硫醇类在高温下混合的混合步骤的制造方法来得到。

11.根据权利要求10所述的毛发处理用组合物,其中,所述混合步骤为将所述二羧酸和所述硫醇类在60～100℃下混合的混合步骤。

12.根据权利要求10所述的毛发处理用组合物,其中,所述混合步骤在实质上不存在除所述二羧酸、所述硫醇类、它们的溶剂和pH调节剂以外的作用成分的环境中进行混合。

13.根据权利要求1～12中任一项所述的毛发处理用组合物,其中,实质上不含有除所述二羧酸、所述硫醇类和所述复合物以外的作用成分。

14.一种直发剂、染色或脱色时的发质改善剂、卷发烫或直发烫时的发质改善剂、洗发剂、头发护理剂和/或整发剂,其含有权利要求1～12中任一项所述的毛发处理用组合物。

15.根据权利要求14所述的卷发烫或直发烫时的发质改善剂,其不是用于卷发烫或直发烫的第一剂或第二剂。

16.一种毛发处理方法,其至少包括:

将权利要求1～12中任一项所述的毛发处理用组合物涂布到毛发上的涂布步骤;和

在所述涂布步骤之后对毛发进行加温的加温步骤。

17.根据权利要求16所述的毛发处理方法,其中,所述加温步骤为以使毛发的表面温度达到40～180℃的方式进行加温的步骤。

18.根据权利要求16所述的毛发处理方法,其中,所述加温步骤为以使毛发的表面温度达到40～60℃的方式进行加温的步骤。

19.根据权利要求16所述的毛发处理方法,其中,不包括将所述毛发处理用组合物作为用于卷发烫或直发烫的第一剂或第二剂涂布到毛发上的方法。

20.根据权利要求16所述的毛发处理方法,其中,所述毛发处理方法以选自由卷发矫正、染色和脱色时的发质改善、卷发烫和直发烫时的发质改善、洗发以及头发护理组成的组中的一种或两种以上为目的。

# 毛发处理用组合物和毛发处理方法

## 技术领域

[0001] 本发明涉及将由双官能化合物、更优选碳原子数6(C6)以上的双官能化合物和硫醇类形成的复合物作为有效成分的毛发处理用组合物,还涉及使用该毛发处理用组合物的毛发处理方法。

## 背景技术

[0002] 为了改善毛发的状态,已开发出大量含有双官能化合物等有机酸的毛发处理用组合物。例如,公开了:含有巯基乙酸、己二酸等的烫发剂(参考专利文献1);含有具有硫醇基的毛发还原性物质和以己二酸作为优选的双官能化合物的毛发形状控制剂第一剂组合物(参考专利文献2);将含有己二酸、粘康酸等双官能化合物的第一组合物和pH不同的第二组合物应用于毛发的毛发处理方法中,在实施方式中不含还原剂的该组合物(参考专利文献3)。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1:国际公开第2006/011771号

[0006] 专利文献2:日本专利第5112836号

[0007] 专利文献3:国际公开第2018/191362号

## 发明内容

[0008] 发明所要解决的问题

[0009] 以卷发矫正、染色和脱色时的发质改善、卷发烫和直发烫时的发质改善、以及洗头发或头发护理为目的,需要效果持久且安全性得到确保的毛发处理用组合物。专利文献1和2中公开了含有二羧酸的烫发剂第一剂,但是,其以抑制利用烫发剂第一剂的毛发的还原反应时的毛发的过度收缩所引起的损伤为目的,本发明所要解决的问题与这些发明的课题不同。另外,专利文献3中,在实施方式中公开了不含还原剂的组合物,二羧酸单独作用于毛发。

[0010] 用于解决问题的方法

[0011] 本发明通过如下方式实现,即,发明人发现,利用特定的由二羧酸和硫醇类形成的复合物,可以得到对毛发显著的改善效果。即,本发明为毛发处理用组合物,其将由二羧酸和硫醇类形成的复合物作为有效成分,二羧酸为选自由碳原子数6~碳原子数10的二羧酸和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上,硫醇类为选自由氨基硫醇类和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。复合物可以为以硫醇类/二羧酸=0.01~100的摩尔比反应而形成的复合物。另外,也可以为以硫醇类/二羧酸=1以上的摩尔比反应而得到的复合物。

[0012] 另一本发明为含有二羧酸和硫醇类的毛发处理用组合物,其中,二羧酸为选自由碳原子数6~碳原子数10的二羧酸和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两

种以上,硫醇类为选自由氨基硫醇类和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。

[0013] 此外,本发明为实质上不含有除二羧酸、硫醇类、由二羧酸和硫醇类形成的复合物以外的作用成分的毛发处理用组合物。另一本发明为选自由直发剂、染色或脱色时的发质改善剂、卷发烫或直发烫时的发质改善剂、洗发剂、头发护理剂和整发剂(整发材料)组成的组中的一种或两种以上,但另一本发明不是用于卷发烫或直发烫的第一剂或第二剂。

[0014] 本发明中的硫醇类为氨基硫醇类,具体而言,可以为选自由半胱胺、半胱氨酸、脒基半胱氨酸、氨基苯硫酚、巯基吡啶、高半胱氨酸、氨基十一烷硫醇和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。另外,本发明中的二羧酸可以为选自由己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、己烯二酸、庚烯二酸、辛烯二酸、粘康酸和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。

[0015] 本发明的毛发处理用组合物通过至少包括将二羧酸和硫醇类在高温下混合的混合步骤的制造方法来得到。二羧酸和硫醇类所形成的复合物通过混合步骤来得到。混合步骤可以为将二羧酸和硫醇类在60~100℃下混合的混合步骤。另外,混合步骤可以为在实质上不存在除二羧酸、硫醇类、它们的溶剂和pH调节剂以外的作用成分的环境中混合的混合步骤。

[0016] 此外,本发明为毛发处理方法,其至少包括:将上述毛发处理用组合物或通过上述制造方法制造的毛发处理用组合物涂布到毛发上的涂布步骤;和在涂布步骤之后对毛发进行加温的加温步骤。加温步骤可以为以使毛发的表面温度达到40~60℃、80℃、100℃、120℃、140℃、160℃或180℃的方式进行加温的步骤。

[0017] 本发明的另一毛发处理方法中,不包括将毛发处理用组合物作为用于卷发烫或直发烫的第一剂或第二剂涂布到毛发上的方法,以选自由卷发矫正、染色和脱色时的发质改善、卷发烫和直发烫时的发质改善以及洗发、头发护理组成的组中的一种或两种以上为目的。本发明的毛发处理方法可以为非治疗性的方法。

[0018] 发明效果

[0019] 本发明可以提供由于由以往一直作为化妆品材料使用的二羧酸和硫醇类形成、因而对于使用者而言可确保安全性的毛发处理用组合物。使用本发明的毛发处理用组合物的毛发处理方法可以实现卷发矫正、染色和脱色时的发质改善、卷发烫和直发烫时的发质改善、以及洗发、头发护理,该效果在多次洗发水洗涤后仍持续。

[0020] 在毛发的卷发矫正时使用本发明的毛发处理用组合物的情况下,没有毛发的扭转,并且做得柔软。此外,卷发矫正处理后也可维持对毛发的卷发矫正的效果、毛发的结实且柔软的状态。在染色和脱色时使用本发明的毛发处理用组合物的情况下,能够使毛发具有高弹性,并且能够软软地完成。另外,可减轻脱色时对毛发的损伤,可减轻毛发的扭转。在卷发烫和直发烫时使用本发明的毛发处理用组合物的情况下,能够将毛发做得柔软,可维持对毛发的烫发的效果、结实且柔软的状态。在洗发、头发护理中使用本发明的毛发处理用组合物的情况下,能够缓和毛发的不希望的起伏,能够提高毛发的弹性并且做得柔软。即使在通过洗发进行多次毛发的洗涤后,这些效果仍可持续。

[0021] 特别是,在本发明的毛发处理方法中,将毛发处理用组合物涂布到毛发上之后,将毛发加温,由此可以得到效果,从即使该加温步骤为使毛发的表面温度为40~60℃的步骤

也可以得到效果的观点考虑具有优势。该温度范围是损伤毛发的风险低、家庭的日常整容行为的温度范围。因此,本发明的组合物和方法即使不使用专门的设备也能够得到毛发处理效果。

## 附图说明

[0022] 图1是示出利用本发明的毛发处理用组合物作为烫发剂的中间处理剂进行了处理的毛发的卷曲形成和其持续性的提高效果的照片。

[0023] 图2是示出本发明的毛发处理用组合物对埃塞俄比亚人女性的卷发的矫正效果的照片。

[0024] 图3是示出利用本发明的毛发处理用组合物进行了处理的漂染头发的卷曲形成和其持续性的提高效果的照片。

[0025] 图4是示出利用含有本发明的毛发处理用组合物的洗发剂进行了处理的漂染头发的卷曲形成的照片。

## 具体实施方式

[0026] 基于本实施方式对本发明详细地进行说明,但本发明不受实施方式限定。

[0027] 本发明为将由双官能化合物、优选碳原子数6(C6)以上的双官能化合物和硫醇类形成的复合物作为有效成分的毛发处理用组合物。双官能化合物是包含2个官能团的化合物的统称,具体而言,可以列举作为二羰基化合物的二羧酸。本发明的毛发处理用组合物中,组合物中含有的由二羧酸和硫醇类形成的复合物作为有效成分对毛发起作用。在本发明中,复合物是指多个分子利用分子间力、共价键缔合或结合的状态,包含由多个分子形成的化合物、缔合物。本发明的毛发处理用组合物中,硫醇类与二羧酸反应而形成的复合物作为有效成分发挥作用。

[0028] 另外,本发明的一个实施方式为含有二羧酸和硫醇类的毛发处理用组合物。二羧酸和硫醇类所形成的复合物作为有效成分对毛发起作用,但二羧酸和/或硫醇类也可以单独对毛发起作用。具体而言,本发明为含有二羧酸和硫醇类的毛发处理用组合物,二羧酸可以为选自由粘康酸、己二酸、辛烯二酸和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。硫醇类为选自由氨基硫醇类和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上,可以为半胱胺或可允许作为化妆品的其盐。

[0029] 作为本发明的有效成分的复合物是二羧酸与硫醇类在水、乙醇等溶剂中、优选水溶液中反应而形成的复合物。具体而言,可以列举:通过硫醇类所具有的硫醇基与二羧酸所具有的烯烃或二羧酸被还原而形成的烯烃中的双键作用的硫醇-烯反应而衍生的复合物、利用形成在二羧酸与硫醇类之间的分子间氢键衍生的复合物等。复合物可以通过将二羧酸和硫醇类在高温下混合的混合步骤来得到。

[0030] 二羧酸是指具有2个羧基的化合物。本发明的毛发处理用组合物的二羧酸中,优选使用α,ω-二羧酸。可以使用在碳原子数6~10的直链或支链状的烷烃或烯烃的两端附加羧基而成的化合物、进一步优选在碳原子数6~8的直链或支链状的烷烃或烯烃的两端附加羧基而成的化合物。

[0031] 本发明的毛发处理用组合物中使用的二羧酸优选使用直链状的饱和二羧酸和/或

不饱和二羧酸。作为饱和二羧酸,可以列举己烷二酸、庚烷二酸、辛烷二酸、壬烷二酸、癸烷二酸等,作为不饱和二羧酸,可以列举己烯二酸、庚烯二酸、辛烯二酸、壬烯二酸、癸烯二酸、己二烯二酸、庚二烯二酸、辛二烯二酸、壬二烯二酸、癸二烯二酸等。

[0032] 本发明的毛发处理用组合物中使用的二羧酸可以为选自己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、己烯二酸、庚烯二酸、辛烯二酸、粘康酸和可允许作为化妆品的它们的盐中的一种或两种以上,但进一步优选可以为选自由己二酸、辛烯二酸、粘康酸和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。含有由这些二羧酸和硫醇类形成的复合物的毛发处理用组合物确认到高的毛发处理效果。

[0033] 存在顺反异构体的二羧酸只要发挥本发明的作用效果则可以使用任意异构体。例如,粘康酸存在反式,反式型、顺式,反式型、顺式,顺式型这3种顺反异构体。在使用粘康酸作为二羧酸的情况下,在本发明中可以以任意一种异构体的形式来使用,但反式,反式型的粘康酸与其他异构体相比,具有能够以短时间形成与硫醇类的复合物这样的优点。

[0034] 硫醇类是指具有至少1个硫醇基的化合物。本发明中与二羧酸一起在毛发处理用组合物中使用的硫醇类只要发挥本发明的作用效果则没有限定,具体而言为氨基硫醇。氨基硫醇也被称为巯基胺,是具有一个或两个以上氨基的硫醇类。

[0035] 具体而言,本发明的毛发处理用组合物中使用的氨基硫醇可以为选自由半胱胺、半胱氨酸、脒基半胱氨酸、氨基苯硫酚、巯基吡啶、高半胱氨酸、氨基十一烷硫醇和可允许作为化妆品的它们的盐组成的组中的一种或两种以上。硫醇类中,优选使用半胱胺、半胱氨酸等具有伯胺的化合物,更优选使用半胱胺。

[0036] 本发明的毛发处理用组合物的pH优选为弱酸性至弱碱性,更优选为中性区域。具体而言,pH为5～8,更优选pH为5.5～7.5,进一步优选pH为6～7。在后述的混合步骤之后,可以将组合物的pH调节为期望的pH。

[0037] 另外,本发明的毛发用组合物也可以配合到染发剂、漂发剂、烫发剂中。在这种情况下,本发明的毛发处理用组合物的pH优选为中性至碱性,更优选为中性至弱碱性。具体而言,pH为7～12,更优选pH为8～11。

[0038] 本发明的毛发处理用组合物将二羧酸和硫醇类所形成的复合物作为有效成分,但也可以含有或不含有除二羧酸和硫醇类、其复合物以外的作用成分。这是因为,即使不含有除二羧酸和硫醇类、其复合物以外的作用成分,但若是至少含有复合物的组合物,则也能够对毛发带来效果。在此,除二羧酸和硫醇类、其复合物以外的作用成分是指通过涂布到毛发上而对毛发带来某种效果的成分,具体而言,可以列举二硫醚化合物、亚硫酸钠等硫醇类以外的还原剂、氢溴酸钠、过氧化氢水等氧化剂、透明质酸、硫酸软骨素、胶原蛋白、甘油、木糖醇、葡萄糖、蔗糖、氨基酸、它们的衍生物、它们的盐等保湿剂、黄原胶、瓜尔胶、果胶等增稠剂、阴离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、两性表面活性剂、非离子表面活性剂等表面活性剂等。在此,除二羧酸和硫醇类、其复合物以外的作用成分不包括抗氧化剂、防腐剂、保存料、香料、着色料、pH调节剂等不以对毛发带来直接效果为目的的成分。

[0039] 本发明的其他实施方式为通过至少包括将二羧酸和硫醇类在高温下混合的混合步骤的方法而得到的毛发处理用组合物。这是因为,通过在高温下混合,可促进作为有效成分的二羧酸和硫醇类的复合物的形成。

[0040] 混合步骤中,除了二羧酸和硫醇类以外,还可允许存在不阻碍二羧酸与硫醇类的

复合物形成的溶剂(水、乙醇等)和pH调节剂,但优选在实质上不存在除此以外的作用成分的环境中将二羧酸和硫醇类混合。这是因为,在其他成分的存在下混合时,可能会阻碍二羧酸与硫醇类的复合物的形成。

[0041] 具体而言,混合步骤是二羧酸和硫醇类以一起溶解于溶剂(水、乙醇等)中的状态在高温环境中混合的步骤。除用于pH调节的酸或碱以外,优选在溶剂(水、乙醇等)中实质上不存在阻碍二羧酸与硫醇类的复合物形成的成分。“实质上不存在”是指从毛发处理用组合物的制造工序方面而言故意地使成分不含有,可允许存在最初溶解于溶剂(水、乙醇等)中的物质、在制造工序中从外部气氛溶入到溶剂中的物质。

[0042] 本发明的一个实施方式中,混合步骤为在实质上不存在除二羧酸、硫醇类、它们的溶剂(水、乙醇等)和pH调节剂以外的作用成分的环境中混合的制造方法。在此,不被允许存在的作用成分为可能阻碍二羧酸与硫醇类的复合物的形成的成分,可允许存在不阻碍二羧酸与硫醇类的复合物的形成的成分。

[0043] 混合步骤中,将二羧酸和硫醇类混合的温度为40~120℃,优选为60~100℃。更优选为80~100℃,在溶剂为水的情况下,可以在常压下加温至沸腾状态。在高温下放置的时间没有限定,具体而言,为1分钟~24小时,优选为1小时~6小时。另外,混合步骤可以在高压下实施,在这种情况下,与常压下的混合步骤相比,在更低温度下、更短时间内也可以得到复合物。

[0044] 混合步骤中,二羧酸和硫醇类的混合溶剂的pH调节不是必须的,但在二羧酸和/或硫醇类在溶剂中的溶解不充分的情况下,可通过调节pH来促进溶解。二羧酸显示酸性,因此,可以在显示碱性的pH调节剂存在下进行混合。混合时的溶剂的pH没有限定,但优选为酸性区域至弱碱性区域,更优选为酸性区域。具体而言,pH可以为4~9、4~7、4~6。

[0045] 本发明的毛发处理用组合物中的二羧酸与硫醇类的物质的量(摩尔比)没有限定,可以为硫醇类/二羧酸=0.01~100(即,硫醇类的物质的量相对于二羧酸的物质的量的摩尔比为0.01~100),优选为硫醇类/二羧酸=1以上的摩尔比(即,硫醇类的物质的量相对于二羧酸的物质的量的摩尔比为1以上)。具体而言,可以为硫醇类/二羧酸=1~100、1~10、1~5、1~3。这是因为,硫醇类的物质的量低于二羧酸的物质的量时,复合物的形成不充分,不能充分发挥发质改善效果。

[0046] 本发明提供一种毛发处理方法,其至少包括将毛发处理用组合物涂布到毛发上的涂布步骤、以及在涂布步骤之后对毛发进行加温的加温步骤。本发明的毛发处理方法的其他实施方式为如下毛发处理方法,其中,继涂布步骤之后,包括将毛发处理用组合物从毛发洗掉的洗涤步骤、和对洗掉毛发处理用组合物后的毛发进行加温的加温步骤。

[0047] 加温步骤中的加温的温度只要是可以得到本发明的毛发处理用组合物的效果的温度则没有限定,优选为以使毛发的表面温度达到40~60℃、70℃、80℃、90℃、100℃、110℃、120℃、130℃、140℃、150℃、160℃、170℃或180℃的方式进行加温的步骤,进一步优选为以使毛发的表面温度达到40~60℃的方式进行加温的步骤。

[0048] 本发明的毛发处理方法从即使毛发的表面温度为40~60℃也可以得到效果的观点考虑具有优势。该温度范围是损伤毛发的风险低、家庭的日常整容行为的加温的温度范围。因此,本发明即使不使用专门的设备也能够得到本发明的毛发处理效果。

[0049] 其他实施方式中,本发明所提供的毛发处理方法以选自由卷发矫正、染色和脱色

时的发质改善、卷发烫和直发烫时的发质改善、以及洗发、头发护理组成的组中的一种或两种以上为目的。

[0050] 本发明的毛发处理用组合物的一个实施方式为含有毛发处理用组合物、以烫发时的发质改善为目的而使用的发质改善剂。其他实施方式为不是用于卷发烫或直发烫的第一剂或第二剂、而是作为它们的中间剂使用的发质改善剂。具体而言,在毛发上涂布第一剂,使毛发充分得到还原作用之后,涂布本发明的毛发处理用组合物。涂布时,可以单独涂布本发明的毛发处理用组合物,也可以将本发明的毛发处理用组合物与第一剂混合来涂布。以涂布到毛发上的状态放置,将第一剂和本发明的毛发处理用组合物洗掉,对毛发进行加温而使其干燥,根据需要使用烫发器等进一步加热,涂布第二剂。其结果是,毛发被做得柔软,即使在烫发处理后反复进行洗发水洗涤,也可维持结实且柔软的毛发的状态。

[0051] 其他实施方式中,本发明提供含有毛发处理用组合物的直发剂。直发剂在卷发矫正时单独、或者与卷发矫正的第一剂混合后涂布到毛发上,放置、洗掉,对毛发进行加温而使其干燥,根据需要使用烫发器等进一步加热,涂布第二剂。其结果是,没有毛发的扭转,做得柔软,即使在卷发矫正处理后反复进行洗发水洗涤,也可维持结实且柔软的毛发的状态。

[0052] 另外,其他实施方式中,本发明提供含有毛发处理用组合物的染色或脱色时的发质改善剂。将发质改善剂混合到含有氧化染料的第一剂和第二剂中、或者混合到第一剂与第二剂的混合液中,涂布到毛发上,放置、洗掉,对毛发进行加温而使其干燥,根据需要使用烫发器等进一步加热。其结果是,刚染色和脱色后的不快气味被抑制,能够使毛发的弹性高且做得柔软。另外,可减轻脱色时对毛发的损伤,可减轻毛发的扭转。即,本发明可以为含有毛发处理用组合物的染发剂或漂发剂。

[0053] 另外,在其他实施方式中,本发明提供含有毛发处理用组合物的洗发剂、头发护理剂。将洗发剂、头发护理剂单独、或者与现有的洗发剂、头发护理剂混合,涂布到毛发上,放置、洗掉,对毛发进行加温而使其干燥,根据需要使用烫发器等进一步加热。其结果是,能够做成具有高弹性且柔软的毛发。即使在之后对毛发进行洗发水洗涤,毛发的弹性和柔软性也持续。

[0054] 本发明的毛发处理用组合物的其他实施方式中,本发明提供含有毛发处理用组合物的整发剂(整发材料)。本发明的整发剂能够使整发后的状态的毛发的弹性和柔软性保持得较高,能够赋予高的整发效果。

[0055] 本发明的毛发处理用组合物的其他实施方式中,本发明提供含有毛发处理用组合物的养发剂和/或育毛剂。本发明的养发剂和/或育毛剂能够使毛发保持较高的弹性和柔软性,由此,能够赋予高的养发效果和/或育毛效果。

[0056] 实施例

[0057] 参照实施例对本发明更详细地进行说明,但本发明不限定于下述的实施例。

[0058] 1.本发明的毛发处理用组合物的制造

[0059] 作为实验例1,制造含有由粘康酸和半胱胺形成的复合物的毛发处理用组合物。粘康酸使用3种异构体中的反式,反式型粘康酸。将1.42g的粘康酸加入到10g的纯化水中,为了调节pH而加入氨水3g,然后加热至80℃。确认粘康酸溶解后,加入半胱胺0.77g,在混合的同时加热至沸腾(至100℃),将沸腾状态(100℃)维持3分钟,得到由粘康酸和半胱胺形成的复合物。停止加温,放置至达到常温,确认没有溶解残渣之后,用氨水调节至pH 7.0附近,加

入纯化水,制备成粘康酸和半胱胺的最终浓度为10质量%。

[0060] 作为实验例2,制造含有由己二酸和半胱胺形成的复合物的毛发处理用组合物。将己二酸1.46g加入到10g的纯化水中,为了调节pH而加入氨水3g,然后加热至80℃。确认己二酸溶解后,加入半胱胺0.77g,在混合的同时加热至沸腾(至100℃),将沸腾状态(100℃)维持3分钟,得到由己二酸和半胱胺形成的复合物。停止加温,放置至达到常温,确认没有溶解残渣之后,用氨水调节至pH 7.0附近,加入纯化水,制备成己二酸和半胱胺的最终浓度为10质量%。

[0061] 作为实验例3,使用粘康酸和硫代甘油来制造毛发处理用组合物。除了添加硫代甘油1.08g来代替实验例1的半胱胺以外,在相同条件下进行制造。

[0062] 作为实验例4,使用己二酸和硫代甘油来制造毛发处理用组合物。除了添加硫代甘油1.08g来代替实验例2的半胱胺以外,在相同条件下进行制造。

[0063] 作为实验例5,使用粘康酸和巯基乙酸甘油酯来制造毛发处理用组合物。除了添加巯基乙酸甘油酯1.66g来代替实验例1的半胱胺以外,在相同条件下进行制造。

[0064] 作为实验例6,使用己二酸和巯基乙酸甘油酯来制造毛发处理用组合物。除了添加巯基乙酸甘油酯1.66g来代替实验例2的半胱胺以外,在相同条件下进行制造。

[0065] 作为实验例7,使用己二酸和巯基乙酸铵来制造毛发处理用组合物。除了添加50重量%巯基乙酸铵水溶液2.18g来代替实验例2的半胱胺以外,在相同条件下进行制造。

[0066] 此外,作为比较例1,使用富马酸和半胱胺来制造毛发处理用组合物。除了添加富马酸1.16g来代替实验例2的己二酸以外,在相同条件下进行制造。

[0067] 此外,作为比较例2,使用琥珀酸和半胱胺来制造毛发处理用组合物。除了添加琥珀酸1.18g来代替实验例2的己二酸以外,在相同条件下进行制造。

[0068] 2.本发明的毛发处理用组合物的评价(1):加温处理时的波浪形成力和其持续性的评价

[0069] 进行本发明的毛发处理用组合物的评价。将人的健康毛发30~40根(平均长度25cm)扎成一束,将毛发的束以Z字卷固定到塑料制的测定用梳子上。依据Kirby法(参考文献:Donald H.Kirby,Drug and Cosmetic Industry,80(3),314-315,397-400(1957)),将毛发在10质量%的巯基乙酸铵水溶液的烫发剂第一剂(pH 9.2)中浸渍10分钟,然后,用40℃的流水冲洗30秒。然后,将毛发在实验例1、实验例2或比较例1的各毛发处理用组合物中浸渍2分钟,取出,用毛巾将毛发上的水分擦掉。

[0070] 对固定在测定用梳子上的毛发实施40℃、60℃或80℃的加温处理。使用吹风机,以使固定在测定用梳子上的毛发的表面温度为40℃、60℃或80℃的方式吹热风3分钟,然后,在15~20℃的常温下放置7分钟。将毛发在由6质量%的氢溴酸钠水溶液构成的第二剂中浸渍10分钟,将取出的毛发从测定用梳子上取下,在15~20℃下放置而使其干燥。

[0071] 测定毛发的各条件的波浪形成力。波浪形成力由在各温度下进行了处理的毛发上形成的、一个波浪的峰与和该波浪相邻的波浪的峰之间的距离来表示。该距离越短,则表示毛发上的波浪形成力越强。

[0072] 同时,对刚毛发处理后的毛发的触感进行评价,并进行评分。将从处理前恶化的情况设为0,将与处理前相比没有变化的情况设为1,将与处理前相比观察到些许改善的情况设为2,将与处理前相比明显良好的情况设为3,将与处理前相比显著良好的情况设为4。

[0073] 此外,通过下述方法进行针对洗发水洗涤的波浪形成的持续性的评价。将进行波浪形成后的毛发用含有2重量%以月桂基硫酸钠为主要成分的洗发水的水溶液(以下称为“洗发水水溶液”)洗涤,用40℃的流水冲洗30秒后,用毛巾擦掉毛发上的水分,从30cm以上的距离用吹风机吹80℃的热风,使其干燥。反复进行该处理,验证刚形成波浪后得到的触感是否发生变化,并且弄清楚波浪形成力消失的洗发水洗涤次数。在波浪的峰间距离达到刚形成后的2倍以上的时刻,判定为波浪形成力消失。

[0074] 在针对洗发水洗涤的持续性高的情况下,在加速劣化条件下对毛发进行处理。即,将毛发在洗发水水溶液中在40℃下浸渍2小时,用40℃的流水冲洗30秒后,用毛巾擦掉毛发上的水分,从30cm以上的距离用吹风机吹80℃的热风,使其干燥。确认了该处理给毛发带来与上述洗发水洗涤28次同等的效果。因此,对毛发组合该加速劣化处理与前述的通常的洗发水洗涤处理,明确了波浪形成力消失的洗发水洗涤次数。

[0075] 将评价结果示于表1。实验例1、实验例2和比较例1中,在任一条件下均确认到20mm以下的良好的波浪形成力。比较例1中,针对使毛发的表面温度为60℃的加温处理中29次、使毛发的表面温度为80℃的加温处理中57次的洗发水洗涤,其效果持续,但在实验例1中确认到针对使毛发的表面温度为60℃的加温处理中38次以上的洗发水洗涤的持续性,在实验例2中确认到针对使毛发的表面温度为40℃的加温处理中38次以上的洗发水洗涤的持续性。即,实验例1和实验例2中在使毛发的表面温度为40~60℃的加温处理中得到的持续性高于比较例1在40~60℃的加温处理中得到的持续性,与比较例中80℃的加温处理中得到的持续性相匹敌。

[0076] 另外,对实验例和比较例的刚形成波浪后的触感进行研究。在任一条件下,毛发的触感与处理前相比都观察到改善。但是,比较例1中,毛发的表面温度为60℃以下的处理中,毛发的触感不是永久性的,而是会由于洗发水洗涤而消失的半永久性的,如果不是将表面温度设定为80℃的处理,则触感不是永久性的。但另一方面,实验例1中使毛发的表面温度为60℃的加温处理中,实验例2中使毛发的表面温度为40℃和60℃的加温处理中,针对洗发水洗涤,得到了永久性的触感。因此可知,实验例1和实验例2在低于比较例1的温度处理中得到显著的毛发处理效果。

[0077] [表1]

[0078]

| | 实验例 1 | | | 实验例 2 | | | 比较例 1 | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 毛发表面温度(℃) | 40 | 60 | 80 | 40 | 60 | 80 | 40 | 60 | 80 |
| 波浪形成力(mm) | 20 | 18 | 18 | 19 | 17 | 17 | 16 | 16 | 16 |
| 波浪形成的持续性 | 26次~27次 | 38次 | 38次以上 | 38次以上 | 57次以上 | 57次以上 | 20次 | 29次 | 57次 |
| 刚形成波浪后的触感 | 柔软 | 触感良好,柔软 | 触感极其良好,柔软 | 柔软且结实 | 触感良好,结实且有光泽 | 触感良好,结实且有光泽 | 柔软 | 柔软 | 柔软,稍微结实 |
| 触感评分 | 2 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 2 | 2 | 3 |
| 上述触感的持续性 | 半永久性的 | 永久性的 | 永久性的 | 永久性的 | 永久性的 | 永久性的 | 半永久性的 | 半永久性的 | 永久性的 |

[0079] 3.本发明的毛发处理用组合物的评价(2):常温处理时的波浪形成力和其持续性

的评价

[0080] 此外,对将毛发在常温下进行处理时的波浪形成力和其持续性进行评价。通过与“2.”相同的方法,将固定在测定用梳子上的毛发在实验例1～7、或比较例1、2的各毛发处理用组合物中浸渍2分钟。空白试验中,将毛发在纯化水中浸渍2分钟。将毛发取出,用毛巾将毛发上的水分擦掉。将固定在测定用梳子上的毛发在15～20℃下放置10分钟,在由6质量%的氢溴酸钠水溶液构成的第二剂中浸渍10分钟,将取出的毛发从测定用梳子上取下,在15～20℃下干燥。

[0081] 将评价结果示于表2和表3。实验例1～6中,在任一条件下,毛发均确认到20mm以下的良好的波浪形成力,分别在5～10次洗发水洗涤后也能维持波浪。毛发的触感在实验例3和4中没有观察到与处理前的变化,但在实验例1和2、以及实验例5和6中,与处理前相比观察到改善。各实验例中得到的毛发的触感是半永久性的。

[0082] [表2]

[0083]

| | 空白试验 | 实验例 1 | 实验例 2 | 实验例 3 | 实验例 4 |
|---|---|---|---|---|---|
| 波浪形成力(mm) | 18 | 14 | 16 | 18 | 16 |
| 波浪形成的持续性 | 5 次 | 10 次 | 10 次 | 5 次 | 8 次～9 次 |
| 刚形成波浪后的触感 | — | 触感极其良好，极其柔软 | 坚实 | 柔软 | 稍微变硬 |
| 触感评分 | 1 | 2 | 2 | 1 | 1 |
| 上述触感的持续性 | — | 半永久性的 | 半永久性的 | 半永久性的 | 半永久性的 |

[0084] [表3]

[0085]

| | 实验例 5 | 实验例 6 | 实验例 7 | 比较例 1 | 比较例 2 |
|---|---|---|---|---|---|
| 波浪形成力(mm) | 16 | 16 | 21 | 14 | 21 |
| 波浪形成的持续性 | 10 次 | 10 次 | 1 次 | 10 次 | 1 次 |
| 刚形成波浪后的触感 | 柔软 | 稍微变硬 | 不知道效果 | 触感良好，柔软 | 不知道效果 |
| 触感评分 | 2 | 2 | 1 | 2 | 2 |
| 上述触感的持续性 | 半永久性的 | 半永久性的 | 单次的 | 半永久性的 | 单次的 |

[0086] 4.本发明的毛发处理用组合物的评价(3):卷曲形成力和其持续性的评价

[0087] 将人的健康毛发30～40根(平均长度25cm)在10质量%的巯基乙酸铵水溶液的烫发剂第一剂(pH 9.2)中浸渍10分钟,用40℃的流水冲洗30秒。然后,将毛发在实验例1、实验例2、实验例3、实验例4、实验例5、实验例6或实验例7的各毛发处理用组合物中浸渍2分钟。将空白试验的毛发在纯化水中浸渍2分钟。用40℃的流水冲洗30秒,将多余的水分用毛巾擦掉。在直径25mm的圆柱状烫发器上卷3圈的毛发从毛发的表面温度达到180℃起用烫发器加温2分钟,形成卷曲,然后从烫发器上取下,在常温下放置7分钟。然后,将毛发在由6质量%的氢溴酸钠水溶液构成的烫发剂第二剂中浸渍10分钟,取出后,在常温下干燥。

[0088] 对形成在毛发上的卷曲的直径或圆周进行测定,将其作为卷曲形成力来评价。测定值更小的,表示毛发上的卷曲形成力更强。另外,通过与上述相同的方法,调查针对洗发水洗涤的卷曲形成的持续性,并且进行刚毛发处理后的毛发的触感的评价,并进行评分。

[0089] 将评价结果示于表4和表5。实验例3中,在毛发上未确认到卷曲形成力,但在实验例1、2和实验例4～7中确认到卷曲形成力。特别是,实验例1和2的卷曲形成力分别在85次以上的洗发水洗涤后也得以维持,具有高的持续性。在任一条件下,刚形成卷曲后的触感均观

察到改善,但在实验例1和2中,触感特别显著地改善。

[0090] 实验例1和实验例2中得到的毛发的触感是永久性的,与其他实验例、比较例相比,其效果的持续性也显著。关于实验例1和实验例2中的触感,针对100次以上的洗发水洗涤也完全没有劣化。

[0091] [表4]

[0092]

| | 空白试验 | 实验例 1 | 实验例 2 | 实验例 3 | 实验例 4 |
|---|---|---|---|---|---|
| 卷曲形成力[圆周](mm) | 134 | 120 | 87 | 无 | 128 |
| 卷曲形成的持续性 | 3 次 | 85 次以上 | 85 次以上 | 无 | 10 次 |
| 刚形成卷曲后的触感 | — | 触感极其良好，非常柔软 | 光泽和触感良好，坚实 | 柔软 | 毛发表面的强度稍稍增加 |
| 触感评分 | 1 | 4 | 4 | 2 | 2 |
| 上述触感的持续性 | 暂时的 | 永久性的 | 永久性的 | 暂时的 | 半永久性的 |

[0093] [表5]

[0094]

| | 实验例 5 | 实验例 6 | 实验例 7 | 比较例 1 | 比较例 2 |
|---|---|---|---|---|---|
| 卷曲形成力[圆周](mm) | 130 以上 | 120 | 160 | 108 | 128 |
| 卷曲形成的持续性 | 5 次 | 29 次 | 2 次 | 57 次 | 1 次 |
| 刚形成卷曲后的触感 | 柔软 | 毛发表面的强度稍稍增加 | 确认到光泽 | 触感良好，柔软，但形成力强 | 稍微变硬 |
| 触感评分 | 2 | 3 | 2 | 4 | 2 |
| 上述触感的持续性 | 半永久性的 | 半永久性的 | 暂时的 | 永久性的 | 暂时的 |

[0095] 此外,将用实验例1、实验例2、比较例1或比较例2的各组合物、以及作为空白试验的代替实验例、比较例而使用的纯化水在与上述记载同等的条件下刚处理后的毛发的照片示于图1A,将用相当于87次的洗发处理、即加速劣化处理3次和通常的洗发3次处理后的毛发的照片示于图1B。对毛发的加热中,使用直径15㎜的加热棒来代替直径25㎜的烫发器。

[0096] 如图1A所示,实验例1(图中表示为“实1”)、实验例2(图中表示为“实2”)、比较例1(图中表示为“比1”)和比较例2(图中表示为“比2”)中,与空白试验(图中表示为“空白”)相比,刚处理后的毛发上的卷曲形成力显著强。比较例1和比较例2中,在相当于87次的洗发中发尖的条理消失,但另一方面,在实验例1和实验例2中进行处理后的毛发,即使在相当于87次的洗发后也维持了与洗发前同等的品质。

[0097] 5.本发明的毛发处理用组合物的评价(4):卷发矫正力和其持续性的评价

[0098] 将日本人女性的卷发30根～40根(平均的长度25cm)在10质量%的巯基乙酸铵水溶液的烫发剂第一剂(pH 9.2)中浸渍10分钟,用40℃的流水冲洗30秒。然后,将毛发在实验例1或实验例2的毛发处理用组合物中浸渍2分钟,进一步用40℃的流水冲洗30秒,将多余的水分用毛巾擦掉。使用平板烫发器,以从毛发的根部起扭转的方式一点一点拉伸,同时用1分钟将从毛发的根部到发尖拉直。此外,用3秒以均匀的速度将烫发器从根部到发尖一次,再次从毛发的根部起加热,在常温下放置7分钟。然后,将毛发在由6质量%的氢溴酸钠水溶液构成的烫发剂第二剂中浸渍10分钟,取出后,在常温下干燥。

[0099] 其结果是,在实验例1和2中处理后的毛发被做得柔软。特别是,实验例2中,兼具柔软性和结实性,毛发的表面有光泽。对针对洗发水洗涤的卷发矫正力的持续性进行了测定,

结果,实验例1和2均确认到85次以上的高持续性。

[0100] 此外,将其他卷发矫正试验结果示于图2。对于具有强收缩倾向的埃塞俄比亚人女性的毛发,在10质量%的巯基乙酸铵水溶液的烫发剂第一剂(pH 9.2)中浸渍30分钟,用40℃的流水冲洗30秒。然后,将毛发在实验例1、实验例2、或比较例2的各毛发处理用组合物中浸渍3分钟。作为空白试验,使用纯化水来代替实验例、比较例,在相同条件下对毛发进行处理。将毛发用40℃的流水冲洗30秒,将多余的水分用毛巾擦掉。用低温的干燥器进一步去除水分,用180℃的烫发器将毛发慢慢拉伸。

[0101] 图2A是示出埃塞俄比亚人女性的卷发(20-30根,平均长度15cm)的处理前的状态的照片,图2B是示出处理后的毛发的状态的照片。比较例2(图中表示为“比2”)与空白试验(图中表示为“空白”)中使用的毛发相比,状态没有变化,但实验例1(图中表示为“实1”)和实验例2(图中表示为“实2”)中,卷发直直地伸长。特别是实验例1,发尖的条理良好,确认到理想的卷发矫正效果。

[0102] 6.本发明的毛发处理用组合物的评价(5):针对毛发的各处理温度下的作为头发护理剂的评价

[0103] 对实验例1和2的组合物对人的健康头发或漂染头发的头发护理效果进行验证。将人的健康头发或漂染头发30根~40根(平均长度25cm)扎成一束,将实验例1、实验例2或比较例2的组合物在以使二羧酸和硫醇类的浓度为0.5质量%的方式稀释后的液体(pH 7)中浸渍3分钟,将多余的水分擦掉。对该毛发进行使毛发的表面温度为20℃、60℃、80℃或120℃的处理。

[0104] 在使毛发为20℃的处理中,将毛发无间隙地卷绕到15mm的加热棒上,在20℃(室温)下放置10分钟,如果有多余的水分就用毛巾擦掉,进一步放置1分钟后,将毛发从加热棒上取下。在使毛发为60℃或80℃的处理中,将毛发无间隙地卷绕到15mm的加热棒上,以使毛发表面达到60℃或80℃的方式加温10分钟,进一步放置1分钟,将加热棒冷却后,将毛发从加热棒上取下。在使毛发为120℃的处理中,将毛发在直径25mm的圆柱状烫发器上卷3圈,以使毛发达到约180℃的方式加温10分钟,形成卷曲后,从烫发器上取下,在常温下放置1分钟。

[0105] 将各毛发在40℃的洗发水水溶液中浸渍10秒,然后用40℃的流水冲洗10秒后,用毛巾将水分擦掉。针对该毛发的效果通过包括卷曲形成率、卷曲形成的持续性和触感的综合性所见来进行评价。关于卷曲形成率,以形成有卷曲的状态下的发束的根部侧的开始弯曲的位置作为起点,测定发束中发尖到第二长的毛发的前端为止的距离(卷曲径),进而,测定在发束伸长的状态下从起点到该毛发的前端为止的距离(毛发长度),以(毛发长度-卷曲径)/毛发长度×100来算出卷曲形成率。

[0106] 卷曲形成的持续性的评价中,将发束在洗发水水溶液中浸渍,用水冲洗,用毛巾擦掉多余的水分,通过室温下的放置使其干燥,将上述处理作为一次,测定所形成的卷曲不再被维持的(发束不再旋转一圈)处理次数。此外,在使漂染头发为80℃的条件下,通过前述的触感评分进行评价。

[0107] 将使用健康头发的评价结果示于表6,将使用漂染头发的评价结果示于表7。实验例1和实验例2中,在使毛发的表面温度为40~180℃的处理中,测定到高于比较例的卷曲形成率。另外,实验例1和实验例2中,在使毛发的表面温度为20~80℃的处理中,确认到针对

至少2次以上洗发行为的卷曲形成的持续性,但在比较例2中,在任一温度条件下,都是在1次洗发水洗涤中卷曲形成消失。另外,实验例1和实验例2中,提高了针对漂染头发的触感。如上所述,含有本发明的组合物的头发护理剂的效果变得明显。

[0108] [表6]

[0109]

| | 实验例 1 | | | | 实验例 2 | | | | 比较例 2 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 毛发处理温度(℃) | 20 | 60 | 80 | 180 | 20 | 60 | 80 | 180 | 20 | 60 | 80 | 180 |
| 卷曲形成率(%) | 8.2 | 13.5 | 14.0 | 20.8 | 6.9 | 11.2 | 10.9 | 15.6 | 4.3 | 9.0 | 9.9 | 8.2 |
| 持续性(次) | 2 | 2 | 2 | 1 | 3 | 3 | 3 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 所见 | 柔软 | 柔软 | 柔软,表面的光泽良好 | 柔软,表面的光泽良好,触感非常良好 | 结实 | 结实,表面的光泽良好 | 结实,表面的光泽良好 | 结实,表面的光泽良好 | 结实,硬 | 结实,硬 | 结实,硬 | 结实,硬 |

[0110] [表7]

[0111]

| | 实验例 1 | | | | 实验例 2 | | | | 比较例 2 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 毛发处理温度(℃) | 20 | 60 | 80 | 180 | 20 | 60 | 80 | 180 | 20 | 60 | 80 | 180 |
| 卷曲形成率(%) | 8.9 | 12.5 | 16.5 | 21.0 | 6.3 | 14.0 | 14.0 | 20.3 | 3.4 | 8.9 | 9.3 | 6.7 |
| 持续性(次) | 2 | 2 | 2 | 1 | 3 | 3 | 4 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 触感评分 | — | — | 3 | — | — | — | 3 | — | — | — | 2 | — |
| 所见 | 柔软 | 柔软,表面的光泽良好 | 柔软,表面的光泽良好 | 柔软,表面的光泽良好,触感非常良好 | 结实 | 结实,表面的光泽良好 | 结实,表面的光泽良好 | 结实,表面的光泽良好 | 结实,硬 | 结实,硬 | 结实,硬 | 结实,硬 |

[0112] 表7中记载的条件中,将刚60℃处理后的漂染头发的照片示于图3A,将处理后洗发后的漂染头发的照片示于图3B。除了实验例1(图中表示为“实1”)、实验例2(图中表示为“实2”)和比较例2(图中表示为“比2”)以外,将比较例1(图中表示为“比1”)也用于处理。空白试验(图中表示为“空白”)中,使用纯化水来代替实验例、比较例。空白试验的漂染头发观察到因漂发所致的损伤。用实验例1和实验例2进行了处理的漂染头发柔软且结实,在洗发后也维持了卷曲。但另一方面,比较例1和比较例2中,漂染头发上的卷曲由于洗发而消失。

[0113] 7.本发明的毛发处理用组合物的评价(6):各温度条件的混合步骤中得到的组合物的作为头发护理剂的评价

[0114] 对将二羧酸和硫醇类在20℃(常温)、60℃或80℃下混合的混合步骤中得到的组合物(实验例8~14)、在100℃下混合的工序中得到的组合物(实验例1和2)的作为头发护理剂的效果进行验证。

[0115] 实验例8~11中,使用粘康酸和半胱胺来制造毛发处理用组合物。将1.42g的粘康酸加入到10g的纯化水中,加入0.77g的半胱胺。实验例8和9在20℃(常温)下混合,实验例10以达到60℃的方式加温并混合,实验例11以达到80℃的方式加温并混合。在粘康酸和半胱

胺完全溶解于水时,实验例10和11停止加温,放置至恢复到常温为止。添加纯化水和根据需要的氨水,调节至pH 7附近,加入纯化水,以使粘康酸和半胱胺的最终浓度为10%重量的方式来制备。在20℃下进行搅拌的条件下,难以使pH为7,因此,将调节至pH 6.5的例子作为实验例8,将调节至pH 8的例子作为实验例9。

[0116] 实验例12~14中,使用己二酸和半胱胺来制造毛发处理用组合物。将1.46g的己二酸加入到10g的纯化水中,加入半胱胺0.77g。实验例12在20℃(常温)下混合,实验例13以达到60℃的方式加温并混合,实验例14以达到80℃的方式加温并混合。在己二酸和半胱胺完全溶解于水时,实验例13和14停止加温,放置至恢复到常温为止。用氨水调节至pH 7.0附近,加入纯化水,以使己二酸和半胱胺的最终浓度为10质量%的方式来制备。

[0117] 除了实验例8~14以外,对包含将粘康酸和半胱胺在100℃下混合而得到的复合物的实验例1、包含将己二酸和半胱胺在100℃下混合而得到的复合物的实验例2的组合物针对人的健康头发或漂染头发的头发护理效果进行验证。使用将各实验例的组合物以使二羧酸和硫醇类的浓度为0.5质量%的方式稀释的液体。取健康头发和漂染头发,将毛发以使表面温度达到80℃的方式加温,其他通过与5.相同的方法来评价。将使用健康头发的评价结果示于表8,将使用漂染头发的评价结果示于表9。使用粘康酸的组合物(实验例8~11和1)中,在使用通过60℃以上的混合得到的实验例的情况下,毛发的触感优良,使用己二酸的组合物(实验例12~14和2)中,在使用通过60℃以上的混合得到的实验例的情况下,卷曲的持续性和毛发的触感优良。如上所述,越是通过温度高的混合步骤得到的实验例,则观察到卷曲的持续性、触感评分越优良的倾向,因此暗示了,混合步骤的温度越高,则越促进复合物形成。

[0118] [表8]

[0119]

| 实验例 | 8 | 9 | 10 | 11 | 1 | 12 | 13 | 14 | 2 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 卷曲形成率(%) | 10.1 | 10.1 | 12.6 | 15.3 | 14.0 | 9.9 | 11.2 | 10.9 | 15.6 |
| 卷曲形成的持续性(次) | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 2 | 2 | 3 |
| 触感评分 | 2 | 2 | 3 | 3 | 4 | 2 | 3 | 3 | 4 |
| 所见 | 不柔软 | 不柔软 | 柔软 | 柔软 | 柔软,表面的光泽良好,触感非常良好 | 得到弹性 | 结实 | 结实,有光泽 | 结实,极具光泽 |

[0120] [表9]

[0121]

| 实验例 | 8 | 9 | 10 | 11 | 1 | 12 | 13 | 14 | 2 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 卷曲形成率(%) | 14.2 | 13.9 | 16.2 | 17.5 | 16.5 | 10.5 | 14.0 | 14.0 | 20.3 |
| 卷曲形成的持续性(次) | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 2 | 2 | 3 |
| 触感评分 | 2 | 2 | 3 | 3 | 4 | 2 | 3 | 3 | 4 |
| 所见 | 不柔软 | 不柔软 | 柔软 | 柔软 | 柔软，表面的光泽良好，触感非常良好 | 得到弹性 | 结实 | 结实，有光泽 | 结实，极具光泽 |

[0122] 8.本发明的毛发处理用组合物的评价(7)

[0123] 对实验例2和实验例12的波浪形成力和其持续性、以及卷曲形成力和其持续性进行评价。评价方法与上述方法相同，波浪形成力和其持续性通过使毛发的表面温度为40℃的加温来进行比较，卷曲形成力和其持续性通过使毛发的表面温度为180℃的加温来进行比较。

[0124] 将结果示于表10。实验例2的波浪形成时和卷曲形成时的触感良好，在多次洗发水洗涤后也观察到持续性。另一方面，实验例12与实验例2相比，波浪的形成时和卷曲形成时的触感差，洗发水洗涤后的持续性低。

[0125] [表10]

[0126]

| | 实验例 2 | 实验例 12 | 实验例 2 | 实验例 12 |
|---|---|---|---|---|
| 毛发表面温度(℃) | 40 | 40 | 180 | 180 |
| 波浪形成力(mm) | 14 | 15 | | |
| 卷曲形成力(mm) | | | 90 | 150 以上 |
| 波浪/卷曲形成的持续性 | 30 次，不超过 16mm | 30 次，超过 18mm | 3 次，无劣化 | 3 次，显著劣化 |
| 刚形成波浪/卷曲后的触感 | 触感良好 | 角质层观察到损伤 | 具有弹性和柔软性 | 无法维持卷曲的形状 |
| 上述触感的持续性 | 永久性的 | 半永久性的 | 永久性的 | 暂时的 |

[0127] 9.本发明的毛发处理用组合物的评价(8)：数码烫(使用加热棒的烫发)中作为烫发剂第一剂的评价

[0128] 作为实验例15，将己二酸和半胱胺在40℃下混合而制造毛发用组合物。将1.46g的己二酸加入到10g的纯化水中，加入半胱胺0.77g，在40℃下混合，溶解完全后，放置至恢复到常温为止。用氨水调节至pH 6.5附近，加入纯化水，以使己二酸和半胱胺的最终浓度为10质量％的方式来制备。除了实验例15的组合物以外，还对含有在20℃(常温)下混合的实验例12、在60℃下混合的实验例13、在80℃下混合的实验例14、在100℃下混合的实验例2的组合物的烫发剂第一剂的效果进行评价。

[0129] 对于各实验例的组合物，使用装入有10质量％的巯基乙酸铵的水溶液，以使己二酸和半胱胺的浓度为0.5质量％的方式稀释，并且使pH为9，将它们作为烫发剂第一剂。将人的健康毛发30～40根(平均长度25cm)在各第一剂中浸渍10分钟，用40℃的流水冲洗20秒，将毛发在加温至60℃的加热棒上卷绕4圈，为了防止干燥，在将周围用毡子卷绕的状态下放置10分钟。然后，将毛发在由6质量％的氢溴酸钠水溶液构成的烫发剂第二剂中浸渍10分

钟,取出后,将毛发从加热棒上取下,在常温下干燥。

[0130] 将评价结果示于表11。实验例12和15中,在毛发表面的角质层确认到小的损伤,但在实验例13、14和2中,没有损伤,触感良好,在实验例15和实验例2中进行了处理的毛发上也看到光泽。另外,关于实验例13、14和2中进行了处理的毛发的卷曲形成力,直径小于30mm,分别确认到针对33次以上的洗发水洗涤的持续性。如上所述,包含将己二酸和半胱胺在60~100℃下混合而得到的复合物的实验例13、14和2的毛发处理用组合物与在20~40℃下混合的实验例12和15相比,在作为烫发剂第一剂的用途中确认到对毛发的显著的发质改善效果。

[0131] [表11]

[0132]

| | 实验例 12 | 实验例 15 | 实验例 13 | 实验例 14 | 实验例 2 |
|---|---|---|---|---|---|
| 刚烫发处理后的状态 | 角质层观察到小的损伤 | 角质层观察到小的损伤 | 触感还行,光泽少 | 触感良好,表面稍微看到光泽 | 触感良好,表面稍微看到光泽 |
| 卷曲形成力[直径](mm) | 42 | 35 | 27 | 26 | 24 |
| 卷曲形成的持续性 | 2 次 | 4 次 | 33 次 | 50 次 | 57 次 |
| 触感评分 | 1 | 1 | 3 | 3 | 3 |
| 上述触感的持续性 | 短期的 | 半永久性的 | 半永久性的 | 永久性的 | 永久性的 |

[0133] 10.本发明的毛发处理用组合物的评价(9):含有本发明的毛发处理用组合物的洗发剂的评价

[0134] 对含有实验例的毛发处理用组合物的洗发剂的效果进行验证。制作含有月桂酰基甲基丙氨酸TEA 6重量%、月桂基甜菜碱3重量%、椰油酰胺甲基MEA 1重量%、椰油酰胺DEA 1重量%、聚季铵盐-10 0.3重量%、并且分别含有4重量%的实验例1或实验例2的洗发剂原液。空白试验中,使用含有纯化水代替实验例的洗发剂原液。

[0135] 向约40℃的温水中分别加入温水的约10重量%的洗发剂原液,搅拌至起泡,将其作为洗发剂。将使人的漂染头发30根~40根(平均长度25cm)扎成一束的毛发在洗发液中浸渍,10秒后取出,用手将发束揉约10秒,用约40℃的流水冲洗约10秒。将毛发的水分用毛巾擦掉,用冷风的吹风机干燥。

[0136] 将毛发在直径25mm的圆柱状烫发器上卷绕3圈,从毛发的表面温度达到180℃起加温2分钟,形成卷曲。进而,将形成有卷曲的毛发用约40℃的流水冲洗约10秒,将毛发的水分用毛巾擦掉,毛发干了之后,通过与上述同样的方法测定卷曲形成率,将其作为第一次洗发的卷曲形成率。进而,针对毛发,使用相同的洗发剂追加进行两次同样的洗发处理,测定第二次洗发和第三次洗发的卷曲形成率。

[0137] 将结果示于表12。在使用含有实验例1或实验例2的洗发剂的毛发上形成了显著的卷曲。对于含有实验例1或实验例2的洗发剂而言,随着洗发的次数增加,形成在毛发上形成的卷曲变强。另一方面,在使用将实验例置换为纯化水的洗发剂的情况下,几乎没有形成卷曲。

[0138] 另外,另外,使用含有实验例1或实验例2的洗发剂的毛发具有光泽且柔软。这些毛发在用烫发器加热后的手感特别良好,几乎感觉不到因漂发所致的毛发上的损伤。

[0139] [表12]

[0140]

| 卷曲形成率(%) | 空白试验 | 含有实验例1的洗发剂 | 含有实验例2的洗发剂 |
|---|---|---|---|
| 第一次 | 1.2 | 12.0 | 9.1 |
| 第二次 | 1.6 | 20.8 | 13.6 |
| 第三次 | 2.1 | 24.0 | 20.2 |

[0141] 此外,示出含有本发明的实验例的洗发剂的效果的其他验证结果。通过与上述同样的方法,除了含有实验例1、或实验例2的洗发剂原液以外,还制作含有比较例1的洗发剂原液。作为空白试验,使用含有纯化水代替实验例或比较例的洗发剂原液。对于毛发,向约40℃的温水中分别加入温水的约10重量%的洗发剂原液,搅拌至起泡,将其作为洗发剂。将使人的漂染头发30根~40根(平均长度25cm)扎成一束的毛发在洗发液中浸渍,10秒后取出,用约40℃的流水冲洗约10秒。

[0142] 将毛发卷绕到直径25mm的卷发器上,以使毛发表面为约60℃的方式用吹风机加温3分钟。将毛发从卷发器小心地取出,用约40℃的温水的淋浴温和地冲洗,用毛巾擦掉水分,放置。

[0143] 将毛发的卷曲形成率示于表13,将毛发的状态的照片示于图4。使用含有实验例1的洗发剂(图中表示为“实1”)和含有实验例2的洗发剂(图中表示为“实2”)的毛发与空白试验(图中表示为“空白”)的毛发、使用含有比较例1的洗发剂(图中表示为“比1”)的毛发相比,卷曲形成率极高,温水淋浴后也维持了卷曲。

[0144] [表13]

[0145]

| | 空白试验 | 含有实验例 1 的洗发剂 | 含有实验例 2 的洗发剂 | 含有比较例 1 的洗发剂 |
|---|---|---|---|---|
| 卷曲形成率(%) | 0.5% | 14.1% | 11.4% | 5.9% |

[0146] 11.本发明的毛发处理用组合物的评价(10):二羧酸与硫醇类的组合的验证

[0147] 使用含有由粘康酸和半胱胺形成的复合物的实验例11、以及含有由己二酸和半胱胺形成的复合物的实验例14。此外,制造含有由作为辛烯二酸之一的(E)-辛-4-烯-1,8-二酸和半胱胺形成的复合物的实验例16。除了使用(E)-辛-4-烯-1,8-二酸1.73g来代替实验例11的粘康酸以外,在相同条件下进行制造。

[0148] 此外,使用粘康酸和硫代乳酸来制造实验例17,使用粘康酸和硫代苹果酸来制造实验例18。实验例17中,除了加入硫代乳酸1.06g来代替实验例11的半胱胺以外,以外,在相同条件下进行制造。实验例18中,除了加入硫代苹果酸1.50g来代替实验例11的半胱胺以外,在相同条件下进行制造。

[0149] 使用实验例11、14、和16的组合物,验证针对人的健康头发或漂染头发的头发护理效果。使人的健康头发或漂染头发30根~40根(平均长度25cm)扎成一束,在将实验例的组合物以使二羧酸和硫醇类的浓度为0.5质量%的方式稀释的液体(pH 7)中浸渍3分钟,擦掉多余的水分。将毛发无间隙地卷绕到15mm的加热棒上,以使毛发表面达到80℃的方式加温10分钟,进一步放置1分钟,将加热棒冷却后,将毛发从加热棒上取下。

[0150] 将各毛发在40℃的洗发水水溶液中浸渍10秒,然后用40℃的流水冲洗10秒后,用毛巾将水分擦掉。针对该毛发的效果通过包括卷曲形成率、卷曲形成的持续性和触感的综合性所见来进行评价。关于卷曲形成率,以形成有卷曲的状态下的发束的根部侧的开始弯曲的位置作为起点,测定发束中发尖到第二长的毛发的前端为止的距离(卷曲径),进而,测

定在发束伸长的状态下从起点到该毛发的前端为止的距离(毛发长度),以(毛发长度-卷曲径)/毛发长度×100来算出卷曲形成率。

[0151] 卷曲形成的持续性的评价中,将发束在洗发水水溶液中浸渍,用水冲洗,用毛巾擦掉多余的水分,通过室温下的放置使其干燥,将上述处理作为一次,测定所形成的卷曲不再被维持(发束不再旋转一圈)的处理次数。

[0152] 将使用健康头发的评价结果示于表14,将使用漂染头发的评价结果示于表15。实验例11、14和16中,毛发的状态均良好,在毛发上均形成了持续性高的卷曲。

[0153] [表14]

[0154]

| | 实验例 11 | 实验例 14 | 实验例 16 |
|---|---|---|---|
| 卷曲形成率(%) | 14.0 | 10.9 | 33.1 |
| 持续性(次) | 5 | 2 | 4 |
| 所见 | 结实且柔软,表面的光泽良好 | 变得结实,表面的光泽良好 | 结实且柔软,表面的光泽良好 |

[0155] [表15]

[0156]

| | 实验例 11 | 实验例 14 | 实验例 16 |
|---|---|---|---|
| 卷曲形成率(%) | 42.1 | 14.0 | 43.6 |
| 持续性(次) | 4 | 2 | 3 |
| 所见 | 结实且柔软,表面的光泽良好 | 变得结实,表面的光泽良好 | 结实且柔软,表面的光泽良好 |

[0157] 另外,使用实验例11、实验例17、实验例18和空白试验(纯化水),通过与上述同样的方法进行作为头发护理剂的评价。将结果示于表16。

[0158] 实验例11与实验例17和18相比,观察到显著的效果。

[0159] [表16]

[0160]

| | 空白试验 | 实验例 11 | 实验例 17 | 实验例 18 |
|---|---|---|---|---|
| 所见 | 没有效果 | 结实且柔软,表面的光泽良好 | 没有效果 | 没有效果 |

[0161] 此外,利用使用粘康酸的实验例11、使用己二酸的实验例14和使用(E)-辛-4-烯-1,8-二酸的实验例16和使用富马酸的比较例1,通过与"10."相同的方法比较针对人的漂染头发的效果。制作含有实验例11、实验例14、实验例16或比较例1的各组合物的洗发水原液,作为空白试验,使用含有纯化水代替实验例或比较例的洗发剂原液。对于毛发,向约40℃的温水中分别加入温水的约10重量%的洗发剂原液,搅拌至起泡,将其作为洗发剂。将使人的漂染头发30根~40根(平均长度25cm)扎成一束的毛发在洗发液中浸渍,10秒后取出,用约40℃的流水冲洗约10秒。

[0162] 将毛发卷绕到直径25mm的卷发器上,以使毛发表面为约60℃的方式用吹风机加温3分钟。将毛发从卷发器小心地取出,用约40℃的温水的淋浴温和地冲洗,用毛巾擦掉水分,放置,测定卷曲形成率。将结果示于表17。在使用实验例11、14和16的组合物的情况下,与比较例1相比,得到了显著高的卷曲形成率。

[0163] [表17]

[0164]

| | 空白试验 | 比较例1 | 实验例11 | 实验例14 | 实验例16 |
|---|---|---|---|---|---|
| 卷曲形成率(%) | 0.5 | 5.9 | 12.3 | 11.4 | 12.2 |

[0165] 12.本发明的毛发处理用组合物的评价(11):混合步骤中的pH给组合物的头发护理效果带来的影响

[0166] 作为实验例19,使用粘康酸和半胱胺来制造毛发处理用组合物。粘康酸使用3种异构体中的反式,反式型粘康酸。将1.42g的粘康酸加入到10g的纯化水中,加入氨水使pH为4.2。进一步加热至80℃,确认粘康酸溶解后,加入半胱胺0.77g,在混合的同时加热至沸腾(至100℃),将沸腾状态(100℃)维持3分钟,得到复合物。停止加温,放置至达到常温,确认没有溶解残渣之后,用氨水调节至pH 7.0附近,加入纯化水,制备成粘康酸和半胱胺的最终浓度为10质量%。

[0167] 作为实验例20,制造含有粘康酸和半胱胺的毛发处理用组合物。粘康酸使用3种异构体中的反式,反式型粘康酸。将1.42g的粘康酸加入到10g的纯化水中,加入氨水使pH为9.0。进一步加热至80℃,确认粘康酸溶解后,加入半胱胺0.77g,在混合的同时加热至沸腾(至100℃),将沸腾状态(100℃)维持3分钟。停止加温,放置至达到常温,确认没有溶解残渣之后,用氨水调节至pH 7.0附近,加入纯化水,制备成粘康酸和半胱胺的最终浓度为10质量%。

[0168] 使用实验例19和20的组合物,验证对人的健康头发的头发护理效果。将使人的健康头发或漂染头发30根～40根(平均长度25cm)扎成一束,在将实验例和比较例的组合物以使二羧酸和硫醇类的浓度为0.5质量%的方式稀释的液体(pH 7)中浸渍3分钟,擦掉多余的水分。将毛发无间隙地卷绕到15mm的加热棒上,以使毛发表面达到60℃的方式加温10分钟,进一步放置1分钟,将加热棒冷却后,将毛发从加热棒上取下。将毛发在40℃的洗发水水溶液中浸渍10秒,然后用40℃的流水冲洗10秒后,用毛巾将水分擦掉,算出卷曲形成率。将评价结果示于表18。对实验例19与实验例20的效果进行比较时,实验例19的卷曲的持续性更高。因此表明,通过在酸性区域中的混合得到的复合物可发挥更高的头发护理效果。

[0169] [表18]

[0170]

| | 实验例19 | 实验例20 |
|---|---|---|
| 卷曲形成率(%) | 32.1 | 162 |

[0171] 13.本发明的毛发处理用组合物的评价(12)

[0172] 作为实验例21,将半胱胺和粘康酸以2:1的摩尔比混合而得到毛发处理用组合物。粘康酸使用3种异构体中的反式,反式型粘康酸。将1.42g的粘康酸加入到10g的纯化水中,加入氨水使其溶解。加热至80℃,确认粘康酸溶解后,加入半胱胺盐酸盐2.27g,在混合的同时加热至沸腾(至100℃),将沸腾状态(100℃)维持1小时,使粘康酸与半胱胺反应。停止加温,放置至达到常温,确认没有溶解残渣之后,用氨水调节至pH 7.0附近,加入纯化水,制备成粘康酸和半胱胺的最终浓度为10质量%。

[0173] 实验例22中,除了将粘康酸与半胱胺的反应时间设定为6小时以外,在与实验例21相同的条件下进行制造。实验例23中,除了使用顺式,顺式型粘康酸来代替反式,反式型粘康酸以外,在与实验例21相同的条件下进行制造。实验例24中,除了使用顺式,顺式型粘康酸来代替反式,反式型粘康酸以外,在与实验例22相同的条件下进行制造。

[0174] 实验例25为将半胱胺和粘康酸以3:1的摩尔比混合而得到的毛发处理用组合物,除了向1.42g的顺式,顺式型粘康酸中添加半胱胺盐酸盐3.40g以外,在与实验例24相同的条件下进行制造。实验例26为将半胱胺和粘康酸以1:1的摩尔比混合而得到的毛发处理用

组合物,除了向1.42g的顺式,顺式型粘康酸中添加半胱胺盐酸盐1.13g以外,在与实验例24相同的条件下进行制造。实验例27为将半胱胺和粘康酸以1:2的摩尔比混合而得到的毛发处理用组合物,除了向1.42g的顺式,顺式型粘康酸中添加半胱胺盐酸盐0.57g以外,在与实验例24相同的条件下进行制造。

[0175] 使用实验例21～27的组合物,通过与“12.”相同的方法验证对人的健康头发的头发护理效果。将各实验例的制造条件和卷曲形成率使用表19。表明在使用任一异构体的粘康酸的实验例中均得到了良好的头发护理效果,但在使用反式,反式-粘康酸的情况下,即使是短的反应时间也可以得到发挥高效果的复合物。另外,在将半胱胺:粘康酸以1:1～3:1的摩尔比混合的情况下,得到了发挥高效果的复合物。但是,在使用以3:1的摩尔比混合的实验例25的情况下,在毛发上残留来自于硫醇的臭味,用实验例25进行了处理的毛发的手感与实验例24或实验26相比稍差。

[0176] [表19]

[0177]

| 实验例 | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 | 26 | 27 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 摩尔比(半胱胺：粘康酸) | 2:1 | 2:1 | 2:1 | 2:1 | 3:1 | 1:1 | 1:2 |
| 粘康酸的结构异构体 | 反式,反式 | 反式,反式 | 顺式,顺式 | 顺式,顺式 | 顺式,顺式 | 顺式,顺式 | 顺式,顺式 |
| 反应时间(小时) | 1 | 6 | 1 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| 卷曲形成率(%) | 25.7 | 42.3 | 4.6 | 43.4 | 43.8 | 39.3 | 14.3 |

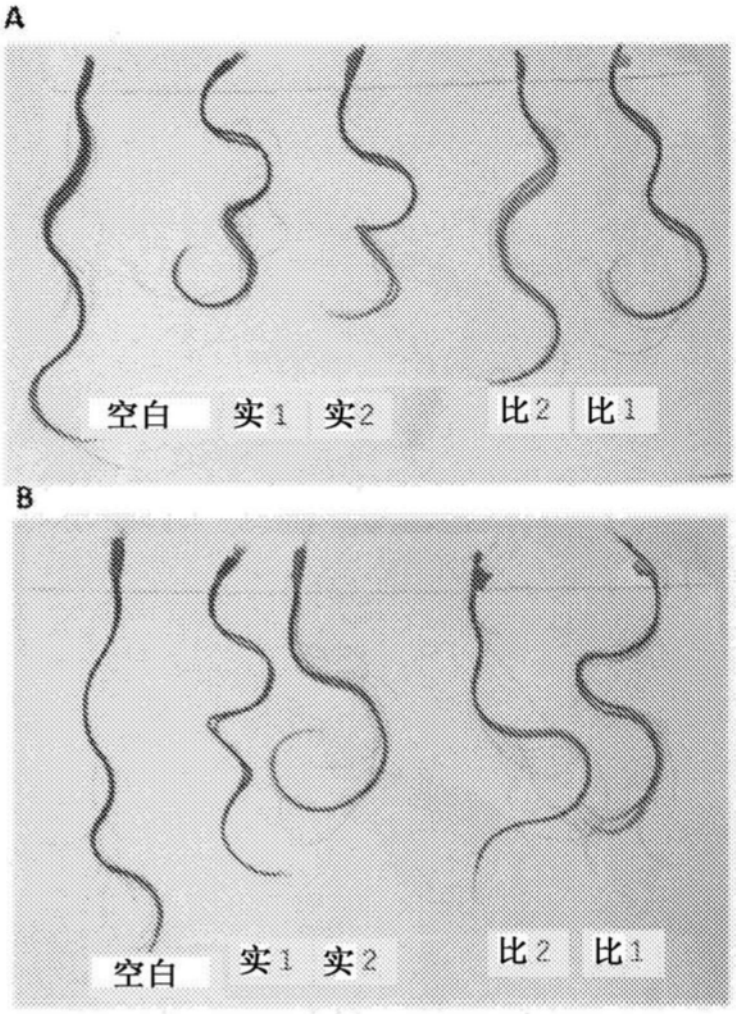



图1

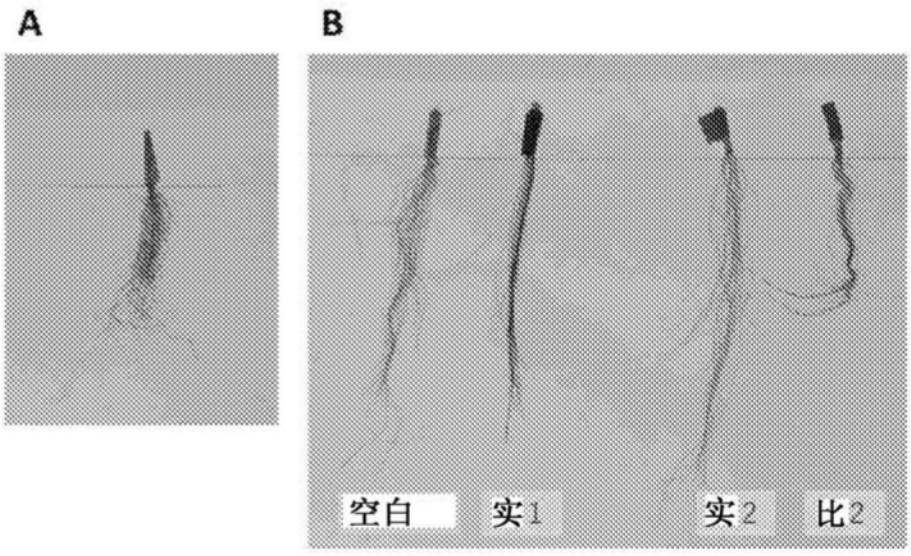



图2

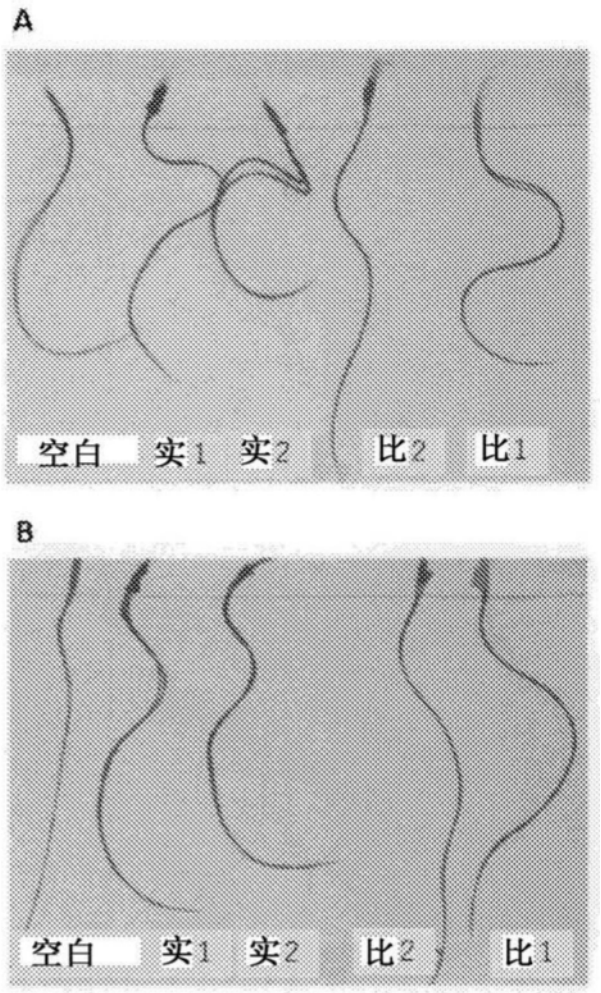



图3




图4