

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4275415号
(P4275415)

(45) 発行日 平成21年6月10日(2009.6.10)

(24) 登録日 平成21年3月13日(2009.3.13)

(51) Int.Cl.		F I
A 6 1 K 8/06	(2006.01)	A 6 1 K 8/06
A 6 1 K 8/25	(2006.01)	A 6 1 K 8/25
A 6 1 K 8/891	(2006.01)	A 6 1 K 8/891
A 6 1 K 8/898	(2006.01)	A 6 1 K 8/898
A 6 1 Q 5/06	(2006.01)	A 6 1 Q 5/06

請求項の数 5 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2002-582891 (P2002-582891)	(73) 特許権者	000221111
(86) (22) 出願日	平成14年4月19日(2002.4.19)		モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2002/003903		東京都港区赤坂五丁目2番20号
(87) 国際公開番号	W02002/085316	(74) 代理人	100077849
(87) 国際公開日	平成14年10月31日(2002.10.31)		弁理士 須山 佐一
審査請求日	平成17年4月14日(2005.4.14)	(72) 発明者	末永 浩司
(31) 優先権主張番号	特願2001-123314 (P2001-123314)		日本国東京都港区六本木6丁目2番31号
(32) 優先日	平成13年4月20日(2001.4.20)	(72) 発明者	佐藤 彰訓
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		日本国東京都港区六本木6丁目2番31号
前置審査			ジーイー東芝シリコン株式会社内
		審査官	松浦 新司

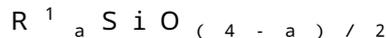
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 毛髪用化粧品組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) (1) コロイダルシリカのコア90~10重量%と、(2) 平均組成式



(式中R¹は置換もしくは非置換の同一または異種の1価の炭化水素基、aは1.80~2.20の数)で表されるポリオルガノシロキサン_{のシェル10~90重量%とから成るコロイダルシリカコア-シリコンシェル体のエマルジョンと、}

(B) ポリオルガノシロキサンのエマルジョンをそれぞれ配合してなり、

前記(B)成分であるポリオルガノシロキサンがジメチルシリコンおよび/またはアミノ変性シリコンであり、前記(A)成分であるコロイダルシリカコア-シリコンシェル体と前記(B)成分であるポリオルガノシロキサンとの重量比(A)/(B)が1/1000~4/1であり、かつ前記(A)成分と前記(B)成分との合計量が全体の0.1~10重量%であることを特徴とする毛髪化粧品組成物。

【請求項2】

前記(A)コロイダルシリカコア-シリコンシェル体のエマルジョンが乳化重合により得られたものであり、かつ前記コロイダルシリカコア-シリコンシェル体の平均粒子径が350nm以下である請求項1記載の毛髪化粧品組成物。

【請求項3】

前記(A)コロイダルシリカコア-シリコンシェル体のエマルジョンが、アニオン性またはカチオン性の乳化重合により得られたものである請求項1または2記載の毛髪化粧品組成物。

料組成物。

【請求項4】

前記(B)ポリオルガノシロキサンの粘度が、25 で5～50,000,000 mPa・sである請求項1～3のいずれか1項記載の毛髪化粧料組成物。

【請求項5】

前記(B)ポリオルガノシロキサンのエマルジョンが、水中油型シリコーンエマルジョンである請求項1～4のいずれか1項記載の毛髪化粧料組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【技術分野】

本発明は、コロイダルシリカコア-シリコーンシェル体およびポリオルガノシロキサンを含有する毛髪化粧品に係り、さらに詳しくは、滑らかな感触を与えながら良好なセット保持力を有する毛髪化粧料組成物に関する。

【0002】

【背景技術】

毛髪化粧料組成物は、一般的に、毛髪セット性を付与する目的のため、高分子化合物を含有した形態を採っている。すなわち、ポリビニルピロリドン系高分子化合物、ポリビニルエーテル系高分子化合物、ポリ酢酸ビニル系高分子化合物あるいはアクリル系高分子化合物などの高分子化合物が使用されている。しかしながら、このような高分子化合物の配合は高いセット保持力は付与できるものの、滑らかさや櫛通り性などの点では十分満足

【0003】

一方、毛髪に滑らかさを付与する上で、シリコーンの使用が有益であることは特許文献に広範囲に開示されている。しかしながら、シリコーンを過剰に用いることで、毛髪が極端に柔らかくなってセット保持力を損ない、特に細い毛髪に関しては腰をなくしてしまい、取り扱いには不便であるという問題点があった。

【0004】

また、米国特許4902499号明細書には、毛髪のセット保持力を向上させるために、特定のシリコーンポリマーを揮発性物質に溶解して使用する毛髪化粧料組成物が開示されている。この毛髪化粧料組成物は、シリコーンガムおよびシリカまたはシリコーンエラストマー、さらにはシリコーンレジン、オクタメチルテトラシロキサンのような揮発性物質に溶解し、これを毛髪化粧料に使用するものである。また、特許第3043816号明細書には、架橋型のシリコーンを用いることで、毛髪のセット保持力および滑らかさを付与した毛髪化粧料組成物が開示されている。さらに、特開平10-114622号公報には、シリカコア-シリコーンシェル体を毛髪化粧料に使用することが開示されている。なお、この公開公報に開示された発明は、シリカコア-シリコーンシェル体を単独で使用するものであり、ポリオルガノシロキサンを配合した場合の効果については全く記載されていない。

【0005】

上述したように、特定のシリコーンを毛髪化粧料に用いることは、すでに知られているが、これら公知の技術により得られる毛髪化粧料は、いずれも毛髪のセット保持力および滑らかさなどの感触性の点で十分満足できるものでなく、一層の改善が要望されていた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような点に鑑みてなされたもので、滑らかな感触を与えながら良好なセット保持力を有する毛髪化粧料組成物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記事情に対応して鋭意検討を重ねた結果、コロイダルシリカに、ポリ

10

20

30

40

50

オルガノシロキサンをシロキサン結合させて成るシリカコア - シリコーンシェル体とポリオルガノシロキサンとを、特定の重量比率で毛髪化粧品に配合した場合、良好なセット保持力を有するだけでなく、意外にも、ポリオルガノシロキサンを単独で使用した場合よりも滑らかな感触を毛髪に付与できることを見出した。

【0008】

すなわち、本発明の毛髪化粧品組成物は、(A)(1)コロイダルシリカのコア90～10重量%と、(2)平均組成式 $R^1_a SiO_{(4-a)/2}$ (式中 R^1 は置換もしくは非置換の同一または異種の1価の炭化水素基、 a は1.80～2.20の数)で表されるポリオルガノシロキサンのシェル10～90重量%とから成るコロイダルシリカコア - シリコーンシェル体のエマルジョンと、(B)ポリオルガノシロキサンのエマルジョンをそれぞれ配合してなり、前記(B)成分であるポリオルガノシロキサンがジメチルシリコーンおよび/またはアミノ変性シリコーンであり、前記(A)成分であるコロイダルシリカコア - シリコーンシェル体と前記(B)成分であるポリオルガノシロキサンとの重量比(A)/(B)が1/1000～4/1であり、かつ前記(A)成分と前記(B)成分との合計量が全体の0.1～10重量%であることを特徴とするものである。

10

【0009】

本発明によれば、コロイダルシリカコア - シリコーンシェル体とポリオルガノシロキサンとを併用することで、毛髪に対して高いセット保持力を付与できるばかりでなく、ポリオルガノシロキサンを単独で用いた場合よりも優れた毛髪特性(滑らかさ、櫛通り性)を付与することができる。

20

【0010】

【発明を実施するための最良の形態】

次に、本発明の好適な実施の形態について説明する。なお、本発明は以下の実施形態に限定されるものではない。

【0011】

本発明の実施形態である毛髪化粧品組成物は、(A)(1)コロイダルシリカのコア90～10重量%と、(2)平均組成式 $R^1_a SiO_{(4-a)/2}$ (式中 R^1 は置換もしくは非置換の同一または異種の1価の炭化水素基、 a は1.80～2.20の数)で表されるポリオルガノシロキサンのシェル10～90重量%とから成るコロイダルシリカコア - シリコーンシェル体のエマルジョンと、(B)ポリオルガノシロキサンのエマルジョンをそれぞれ配合してなり、前記(B)成分がジメチルシリコーンおよび/またはアミノ変性シリコーンからなり、(A)成分と(B)成分との重量比(A)/(B)が1/1000～4/1であり、かつ(A)成分と(B)成分との合計量が全体の0.1～10重量%である。

30

【0012】

ここで、コロイダルシリカコア - シリコーンシェル体とは、特許第2992591号明細書に記載されているものであり、コロイダルシリカをコアとし、少なくともその表面の一部を、シリコーンつまりポリオルガノシロキサンがシェルとして被覆した構成を主体としたものであって、分離したシリコーン粒子を若干含む形態を採ってもよい。

40

【0013】

より詳しく説明すると、本発明において使用するコロイダルシリカコア - シリコーンシェル体は、(1)ポリオルガノシロキサンの両末端がシロキサン結合を介してシリカ表面に結合したものの、(2)ポリオルガノシロキサンの片末端がシロキサン結合を介してシリカ表面に結合し、他末端が水酸基で封鎖されたものの、(3)ポリオルガノシロキサンの両末端が水酸基で封鎖され、シリカ表面とのシロキサン結合をもたないものの3種類の形態で構成されている。

【0014】

コロイダルシリカコア - シリコーンシェル体の(1)成分、すなわちコロイダルシリカは、 SiO_2 を基本単位とする水中分散体を指称するものであり、平均粒子径4～300nm、より好ましくは30～150nmである。

50

【 0 0 1 5 】

なお、コロイダルシリカは、特性分類から酸性とアルカリ性とに分けられるが、コアシェル体を製造する場合の乳化重合時の条件によって、適宜選択して使用できる。例えばアニオン性界面活性剤を用いた酸性条件下で、乳化重合を行う場合には、酸性コロイダルシリカの使用が好ましい。

【 0 0 1 6 】

本発明に係るコロイダルシリカコア - シリコンシェル体の (2) 成分、すなわちポリオルガノシロキサンのシェルは、10 ~ 90 重量%の範囲で選択される。その理由は、10 重量%未満のポリオルガノシロキサンではコロイダルシリカの表面を十分に被覆することができず、安定性に劣ったコロイダルシリカコア - シリコンシェル体となり、また、90 重量%を超えた場合はコロイダルシリカの補強性が十分でなく、機械的な特性に欠けるエラストマー硬化物となるためである。つまり、前記範囲を外れるといずれの場合も、結果的に、滑らかな感触を与えながら良好なセット保持力を有する毛髪用化粧品組成物として機能しない。

10

【 0 0 1 7 】

また、コアシェル体のポリオルガノシロキサンのシェルを示す前述した平均組成式 $R^1_a SiO_{(4-a)/2}$ において、ケイ素原子に結合する R^1 は、置換もしくは非置換の同一または異種の 1 価の炭化水素基である。

【 0 0 1 8 】

ここで、非置換の 1 価の炭化水素基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基などの直鎖または分岐状アルキル基、フェニル基、ナフチル基、キセニル基などのアリアル基、ベンジル基、 α -フェニルエチル基、メチルベンジル基、ナフチルメチル基などのアラルキル基、シクロヘキシル基、シクロペンチル基などのシクロアルキル基などが挙げられる。

20

【 0 0 1 9 】

一方、置換の 1 価の炭化水素基としては、一般的に、上記非置換の 1 価の炭化水素基の水素原子を、フッ素や塩素などのハロゲン原子で置換した基、例えば 3, 3, 3 - トリフルオロプロピル基、3 - フルオロプロピル基などが挙げられる。入手や製造が容易なことから R^1 としてはメチル基が好ましい。

【 0 0 2 0 】

本発明の化粧品組成物は、一般的に、次のようにして製造することができる。すなわち、(1) コロイダルシリカ (コア成分) と、(2) $R^2_n SiO_{(4-n)/2}$ (式中 R^2 は置換もしくは非置換の同一または異種の 1 価の炭化水素基、 n は 0 ~ 3 の数) で表される構造単位を有し、かつ水酸基を含有しないケイ素原子数 2 ~ 10 のオルガノシロキサンとをそれぞれ用意する。次いで、コロイダルシリカに対して、オルガノシロキサンを水性媒体中、界面活性剤の存在下で重縮合させることによって、コロイダルシリカコア - シリコンシェル体のエマルジョンを調製する。

30

【 0 0 2 1 】

上記コロイダルシリカコア - シリコンシェル体のエマルジョン調製に当たって、コロイダルシリカを安定な状態に保持するため、酸性コロイダルシリカ - アニオン性界面活性剤、アルカリ性コロイダルシリカ - カチオン性界面活性剤の組み合わせを選択する。また、この乳化・エマルジョン化での水の使用量は、コロイダルシリカ成分およびオルガノシロキサン類成分の全量 100 重量部当たり 43 ~ 90 重量部、好ましくは 67 ~ 400 重量部であり、エマルジョン系の固形分濃度を 10 ~ 70 重量%、好ましくは 20 ~ 60 重量%とする。さらに、コロイダルシリカコア - シリコンシェル体化 (縮合反応など) 温度は、5 ~ 100 程度である。なお、シリコンシェルを成すオルガノシロキサン成分は、シェル部の強度を向上させるため、官能基を有するシラン類などの架橋剤を添加することもできる。

40

【 0 0 2 2 】

上記調製されたコロイダルシリカコア - シリコンシェル体のエマルジョンは、酸性も

50

しくはアルカリ性を呈するので、長期の安定性を保つためにアルカリもしくは酸を添加して中和処理する。ここで、アルカリ性の中和剤としては、水酸化ナトリウム、炭酸トリウム、炭酸水素トリウム、トリエタノールアミンが挙げられ、また、酸性の中和剤としては、塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、シュウ酸などが挙げられる。

【0023】

本発明で使用するコアシェル体のシェルを形成するポリオルガノシロキサンの原料成分である、上記ポリオルガノシロキサンとしては、具体的に次のようなものが例示される。

【0024】

ヘキサメチルシクロトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、1, 3, 5, 7 - テトラメチル - 1, 3, 5, 7 - テトラフェニルシクロテトラシロキサン、1, 3, 5, 7 - テトラベンジルテトラメチルシクロテトラシロキサン、1, 3, 5, 7 - トリス - (3, 3, 3 - トリフルオロプロピル) トリメチルシクロテトラシロキサンなどの環状化合物が挙げられ、これらは単独もしくは2種以上の混合系でもよい。

10

【0025】

有機官能基を含む基を導入するために使用するシラン化合物としては、次のようなシラン類が使用される。

【0026】

有機官能基を含むシラン化合物として、3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - トリエチレンジアミンプロピルメチルジメトキシシラン、3 - グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、3, 4 - エポキシシクロヘキシルエチルトリメトキシシラン、3 - メルカプトプロピルトリメトキシシラン、トリフルオロプロピルトリメトキシシラン、3 - カルボキシプロピルメチルジメトキシシランなどが挙げられ、これらは単独もしくは2種以上の混合系で使用してもよい。

20

【0027】

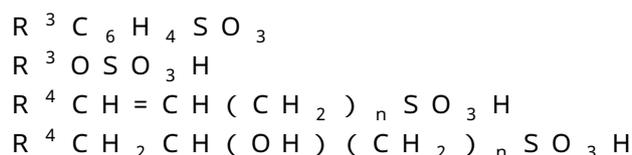
本発明に係るコロイダルシリカコア - シリコーンシェル体のエマルジョン調製において、主として乳化させるための役割を果たす界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤もしくはカチオン性界面活性剤が適宜使用される。上記したように、酸性コロイダルシリカを原料として使用する場合は、アニオン性界面活性剤の使用が好ましく、アルカリ性コロイダルシリカを原料として使用する場合は、カチオン性界面活性剤の使用が好ましい。

30

【0028】

ここで、アニオン性界面活性剤としては、下記一般式でそれぞれ示される脂肪族置換ベンゼンスルホン酸、脂肪族水素サルフェート類、不飽和脂肪族スルホン酸と水酸化脂肪族スルホン酸との混合物が好ましい。

【0029】



40

【0030】

ただし、式中、 R^3 は炭素原子数6 ~ 30 (好ましくは6 ~ 18) の1価の脂肪族炭化水素基、 R^4 炭素原子数1 ~ 30 (好ましくは6 ~ 18) の1価の脂肪族炭化水素基、 n は全炭素原子数が6 ~ 30となる整数である。

【0031】

そして、 R^3 および R^4 としては、例えばヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、セチル基、ステアシル基、ミリシル基、オレイル基、ノネニル基、オクチニル基、フィチル基、ペンタデカジエニル基などが挙げられる。また、 R^3 基を有するアニオン性界面活性剤としては、例えばヘキシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、セチルベンゼンスルホン酸、オクチルサルフェート、ラ

50

ウリルサルフェート、オレイルサルフェート、セチルサルフェートが挙げられる。R⁴基を有するアニオン性界面活性剤としては、例えばテトラデセンスルホン酸、ヒドロキシテトラデカンスルホン酸などが挙げられる。

【0032】

なお、前記一般式で示されるアニオン系界面活性剤のうち、触媒作用の弱いアニオン系界面活性剤、例えばドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、オクチルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸アンモニウム、ナトリウムラウリルサルフェート、アンモニウムラウリルサルフェート、トリエタノールアミンラウリルサルフェート、テトラデセンスルホン酸ナトリウム、ヒドロキシテトラデセンスルホン酸ナトリウムのようなナトリウム塩、アンモニウム塩、トリエタノールアミン塩は、重合触媒と併用することで使用することができる。

10

【0033】

ここで、併用する重合触媒は、通常、低分子量のオルガノシロキサンの重合に使用されている触媒、例えば脂肪族置換ベンゼンスルホン酸、脂肪族水素サルフェート類、不飽和脂肪族スルホン酸と水酸化脂肪族スルホン酸との混合物、塩酸、硫酸、リン酸などが挙げられ、これら酸性触媒が好ましいけれども、これらに限定されない。すなわち、水の存在下で、低分子量のオルガノシロキサンを重合させることができる触媒ならば、いずれの触媒も併用できる。

【0034】

また、アニオン性界面活性剤は、前記一般式で示されるものに限定されない。例えばポリオキシエチレン(4)ラウリルエーテル硫酸、ポリオキシエチレン(13)セチルエーテル硫酸、ポリオキシエチレン(6)ステアリルエーテル硫酸、ポリオキシエチレン(4)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレン(4)オクチルフェニルエーテル硫酸アンモニウムなどのポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステルもしくはその塩、ポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテルカルボン酸、ポリオキシエチレン(3)ステアリルエーテルカルボン酸、ポリオキシエチレン(6)ラウリルエーテルカルボン酸ナトリウム、ポリオキシエチレン(6)オクチルエーテルカルボン酸ナトリウムなどのポリオキシエチレンアルキルエーテルカルボン酸エステルもしくはその塩など1種もしくは2種以上の混合物を使用することもできる。

20

【0035】

アニオン性界面活性剤の使用量は、乳化・エマルジョン化するコアを成すコロイダルシリカとシェルを成すオルガノシロキサンの合計量100重量部に対して、0.5~20重量部(好ましくは0.5~10重量部)である。ここで、0.5重量部未満では生成するエマルジョンの安定性が劣り、分離するおそれが認められ、また、20重量部を超えると生成するエマルジョンが増粘し、流動性が低下するおそれがある。なお、重合触媒を併用する場合、重合触媒の併用量は、前記コアを成すコロイダルシリカおよびシェルを成すオルガノシロキサンの合計量100重量部に対して、0.05~10重量部程度が好ましい。

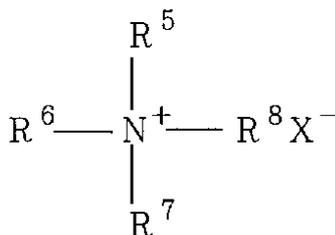
30

【0036】

一方、カチオン性界面活性剤としては、一般式

40

【化1】



(ただし、式中R⁵は炭素原子数6以上、好ましくは炭素原子数8~18の脂肪族1価炭

50

化水素基、 R^6 、 R^7 、 R^8 はそれぞれ1価の有機基、 X は水酸基、塩素原子もしくは臭素原子である)で示される第四アンモニウム系界面活性剤が挙げられる。

【0037】

ここで R^5 としては、例えばヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、セチル基、ステアリル基、ミリシル基、オレイル基、ノネニル基、オクチニル基、フィチル基、ペンタデカジエニル基などが挙げられる。また、 R^6 、 R^7 、 R^8 は同種もしくは異種の1価有機基であり、例えばメチル基、エチル基、プロピル基などのアルキル基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基、フェニル基、キセニル基、ナフチル基などのアリール基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基などである。

【0038】

上記第四アンモニウム系界面活性剤としては、例えばラウリルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ステアリルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ジオクチルジメチルアンモニウムヒドロキシド、ジステアリルジメチルアンモニウムヒドロキシド、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリ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、塩化ジココイルジ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、塩化ベンザルコニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウムなどが挙げられ、これらは1種もしくは2種以上の混合物で使用できる。

【0039】

なお、カチオン性界面活性剤は、触媒作用が弱いので、重合触媒、例えば水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化ルビジウムなどアルカリ金属水酸化物を併用することが望ましい。

【0040】

また、カチオン系界面活性剤の使用量は、乳化・エマルジョン化するコアを成すコロイダルシリカおよびシェルを成すオルガノシロキサン合計量100重量部に対して、0.5~50重量部(好ましくは0.5~20重量部)である。ここで、0.5重量部未満ではカチオン性が不十分であるばかりでなく、生成するエマルジョンの安定性が劣り分離するおそれが認められる。また、50重量部を超えると生成するエマルジョンが増粘し、流動性が低下するおそれがある。なお、重合触媒を併用する場合、重合触媒の併用量は、前記コアを成すコロイダルシリカおよびシェルを成すオルガノシロキサンの合計量100重量部に対して、0.05~10重量部程度が好ましい。

【0041】

また、特開平9-137062号公報に記載されている方法を用いて製造されたカチオン性コロイダルシリカコア-シリコーンシェル体も使用可能である。すなわちこの方法は、アニオン性界面活性剤を用いて乳化重合を行い反応を終了させた後、ノニオン性界面活性剤および/または両性界面活性剤を混和化性界面活性剤として添加し、さらにカチオン性界面活性剤を添加してカチオン性に転換する方法である。

【0042】

このような乳化重合により製造されたコロイダルシリカコア-シリコーンシェル体を含むシリコーンエマルジョンは、350nm以下の平均粒子径を有し、きわめて安定なエマルジョンである。シャンプーやリンス、コンディショナー、トリートメントさらにはヘアスタイリングといった水性毛髪化粧料に配合する場合の配合安定性も特に良好である。

【0043】

(A)成分のコロイダルシリカコア-シリコーンシェル体と併用して使用される(B)成分のポリオルガノシロキサンとしては、平均組成式 $R^1_a SiO_{(4-a)}/2$ (式中 R^1 は置換もしくは非置換の同一または異種の1価の炭化水素基、 a は1.80~2.20の数)で表されるジメチルシリコーンが挙げられる。その粘度は、25で5~50,000,000mPa・sであり、好ましくは、20~30,000,000mPa・sの範囲である。粘度が5mPa・s未満であると、毛髪への滑らかさ付与の効果が小さく、粘度が50,000,000mPa・sを越えるポリオルガノシロキサンは、実質上製造が困難である。使用は単一粘度のシリコーン、あるいは粘度の違うシリコーンをブレンド

10

20

30

40

50

ド使用しても構わない。

【0044】

また、アミノ変性シリコーンとしては、(1)約0.02ないし約3.0ミリ当量/gのアミノ含量を有し、かつ次の単位(a)及び(b)：

(a) $R_a Q_b SiO_{(4-a-b)/2}$ 単位；及び

(b) $R_c SiO_{(4-c)/2}$ 単位；[式中、 $R_a Q_b SiO_{(4-a-b)/2}$ 単位対 $R_c SiO_{(4-c)/2}$ 単位のモル比は約1：2ないし約1：65の範囲であり；aは0～2の範囲の数であり；bは1～3の範囲の数であり；a+bは3またはそれ以下であり、cは1～3の範囲の数であり；Rは1ないし約6個の炭素原子をもつ1価炭化水素基または置換炭化水素基であり；そしてQは一般式 $-R^1 NHZ$ (式中、 R^1 は炭素及び水素原子；炭素、水素及び酸素原子；または炭素、水素及びイオウ原子を含んでなる二価の連結基であり；そしてZは水素原子、1～4個の炭素原子を含むアルキル基及び $-CH_2CH_2NH_2$ 基からなる群から選んだ原子または基である)をもつ極性基である)を含んでなるアミノ官能性ポリオルガノシロキサンが挙げられる。

10

【0045】

この他に使用されるポリオルガノシロキサンの具体例としては、メチルフェニルシリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、アルキル変性シリコーンなどが挙げられ、単独または2種以上を混合して使用することができる。中でも、ジメチルシリコーンおよびアミノ変性シリコーンが毛髪に滑らかさを付与する効果が大きいことから好ましく用いられる。これらのポリオルガノシロキサンは、公知の方法により製造することができる。

20

【0046】

ポリオルガノシロキサンを毛髪化粧料に配合する形態としては、オイル状のシリコーンを直接配合しても問題はないが、シャンプーやリンス、コンディショナー、トリートメントさらにはヘアスタイリングといった水性毛髪化粧料に配合する場合には、エマルジョンの形態にて配合するのが好ましい。つまり、水および各種界面活性剤を用いて乳化を行い、水に分散させた形態で配合を行う。この場合、得られるエマルジョンは粒子径によりマクロエマルジョン(分散粒子径400nm以上)、マイクロエマルジョン(分散粒子径100nm以下)、及び中間粒子径のミニエマルジョン(分散粒子径100～400nm)に区別されるが、使用に関する制限は無く、全てのエマルジョンが対象となる。

30

【0047】

しかし、シャンプーへの添加は、配合安定性を考慮した場合ミニエマルジョンとマイクロエマルジョンが好ましく、また、リンス、コンディショナー、トリートメント、ヘアスタイリング剤にはマクロエマルジョン、ミニエマルジョン、マイクロエマルジョンが好ましい。

【0048】

上記シリコーンエマルジョンを製造する方法は、公知の方法で行えばよく、例えば、オクタメチルテトラシロキサンのような環状シロキサンや水酸基封鎖ジメチルシロキサンをモノマーとして行う乳化重合法や、コロイドミル、ラインミル、ホモミキサ、ホモジナイザ、といった乳化機械に加え、アンカーミキサとホモミキサ、あるいはアンカーミキサとディスパーミキサが一体になった乳化機を用いて乳化する方法などが挙げられるが、これらに限定されるわけではない。

40

【0049】

シリコーンエマルジョンを製造する際に使用する界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、ノニオン性、両性界面活性剤のすべてが使用でき、単独または2種以上を混合して使用することができる。

【0050】

アニオン性界面活性剤としては、ドデシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、ポリオキシエチレンラウリルサルフェート、ラウリルサルフェート、テトラデセンズルホン酸、ヒドロキシテトラデセンズルホン酸およびそのナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩などが挙げられる。

50

【 0 0 5 1 】

カチオン性界面活性剤としては、ラウリルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ステアリルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ジオクチルジメチルアンモニウムヒドロキシド、ジステアリルジメチルアンモニウムヒドロキシド、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリ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、塩化ジココイルジ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、塩化ベンザルコニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウムなどが挙げられる。

【 0 0 5 2 】

ノニオン性界面活性剤としては、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脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステルなどが挙げられる。

10

【 0 0 5 3 】

両性界面活性剤としては、ラウリルアミンオキシド、ラウリルベタイン、ココアミドプロピルベタインなどが挙げられる。

【 0 0 5 4 】

本発明に用いられる (A) 成分のコロイダルシリカコア - シリコーンシェル体と (B) 成分のポリオルガノシロキサンとの重量比 (A) / (B) は、 $1 / 1000 \sim 4 / 1$ の範囲である。好ましくは、 $1 / 100 \sim 3 / 2$ であり、さらに好ましくは、 $1 / 20 \sim 1 / 1$ である。(A) / (B) の比率が $1 / 1000$ 未満であると、コロイダルシリカコア - シリコーンシェル体を配合しても十分なセット保持力の効果がなく、さらにポリオルガノシロキサン単独使用の場合と同程度の滑らかさの効果が得られない。また、配合比率が、 $4 / 1$ を越えると、セット保持力は十分なものの、ポリオルガノシロキサンの滑らかさを損なってしまうためである。

20

【 0 0 5 5 】

本発明に使用される (A) 成分のコロイダルシリカコア - シリコーンシェル体と (B) 成分のポリオルガノシロキサンの合計使用量は、毛髪化粧品全体の $0.1 \sim 10$ 重量% である。好ましくは $0.5 \sim 8$ 重量%、さらに好ましくは $1 \sim 6$ 重量% の範囲内である。配合量が 0.1 重量% 未満では、セット保持力および毛髪の滑らかさの効果が得られず、 10 重量% を越えると、シリコーンが毛髪に必要以上に堆積してしまい、べとつきを感じるばかりか、セット保持力を損なう原因となるためである。

30

【 0 0 5 6 】

本発明に係る毛髪化粧品組成物の調製に当たって、化粧品組成物の安定性を向上させるため、コアを成すコロイダルシリカとシェルを成すオルガノシロキサンとの乳化・エマルジョン化前もしくは乳化・エマルジョン化後に、ノニオン系界面活性剤を添加併用してもよい。なお、乳化・エマルジョン化前に添加する場合は、上記アニオン系もしくはカチオン系の界面活性剤の触媒作用を損なうおそれがあるので、アニオン系やカチオン系の界面活性剤 100 重量部当たり $0 \sim 500$ 重量部の範囲で併用することが好ましい。

【 0 0 5 7 】

ここで、ノニオン系界面活性剤としては、例えばポリオキシエチレン (6) ラウリルエーテル、ポリオキシエチレン (7) セチルエーテル、ポリオキシエチレン (20) ステアリルエーテル、ポリオキシエチレン (10) ベヘニルエーテルなどのポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン (3) オクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン (18) ノニルフェニルエーテルなどのポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、モノステアリン酸ポリエチレングリコール (14 E . O .)、ジステアリン酸ポリエチレングリコール (80 E . O .) などのポリエチレングリコール脂肪酸エステル、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (20 E . O .)、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (6 E . O .)、モノパルミチン酸ポリオキシエチレンソルビタン (20 E . O .)、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (6 E . O .)、トリオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン (20 E . O .) などのポリオキシエチレ

40

50

ンソルビタン脂肪酸エステル、モノパルミチン酸ソルビタン、ヤシ油脂肪酸ソルビタンなどのソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、モノオレイン酸ポリオキシエチレン(15)グリセリル、モノステアリン酸ポリオキシエチレン(15)グリセリルなどの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フィトステロール、ポリオキシエチレン(10)ポリオキシプロピレン(4)セチルエーテルなどのポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン(5)ステアリルアミンなどのポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレン(5)セチルエーテルリン酸ナトリウムなどのポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩が挙げられる。

【0058】

これらノニオン系界面活性剤のなかでも、得られるコアシェル体のエマルジョンの安定性が良好なことから、HLBが6~20の物を併用することが好ましい。

【0059】

本発明に係る毛髪化粧料組成物は、コロイダルシリカをコアとし、このコアをシリコーンのシェルがシロキサン結合を介して覆ったシェル体およびポリオルガノシロキサンを必須成分としている。したがって、コロイダルシリカコア-シリコーンシェル体の作用により、毛髪に対して良好なセット保持力を付与し、さらにはコロイダルシリカコア-シリコーンシェル体およびポリオルガノシロキサンの併用により、ポリオルガノシロキサンの単独使用よりもいっそう滑らかな感触を付与することができる。

【0060】

本発明に係る毛髪化粧料組成物としては、具体的にはシャンプー、リンス、コンディショナー、トリートメント、ヘアスタイリング剤、ムース、ヘアクリーム、ジェルなどが挙げられる。

【0061】

本発明のコロイダルシリカコア-シリコーンシェル体をリンス効果剤として用いる場合には、第4級アンモニウム塩の1種または2種以上を毛髪化粧料組成物中0.1~5重量%用いることが望ましい。0.1重量%未満であるとリンス効果が不十分であり、5重量%を超えると毛髪化粧料の粘性が高く、使用し難い。

【0062】

第4級アンモニウム塩としては、塩化セチルトリメチルアンモニウム、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、塩化ベヘニルジメチルヒドロキシエチルアンモニウム、塩化ステアリルジメチルアンモニウム、セチルトリエチルアンモニウムメチルサルフェートなどを挙げることができる。これらの中でも、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および塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウムが特に好ましい。

【0063】

また、本発明のコロイダルシリカコア-シリコーンシェル体をシャンプーなどの洗浄剤に用いる場合には、脂肪酸石鹸、-アシルスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、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、アルキルアミド硫酸塩、アルキルリン酸塩、アルキルアミドリン酸塩、アルキロイルアルキルタウリン塩、N-アシルアミノ酸塩などのアニオン性界面活性剤、モノステアリン酸グリセリン、モノオレイン酸グリセリンなどのグリセリン脂肪酸エステル、ステアリン酸ソルビタン、オレイン酸ソルビタンなどのソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヤシ油脂肪酸ソルビタン、モノパルミチン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタンなどの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ラウリルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテルなどのポリオキシエチレンアルキルエーテル、モノラウリン酸ポリエチレングリコール、ジステアリン酸ポリエチレングリコール、ジステアリン酸グリコールなどのポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ラウリン酸ジエタノールアミド、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミドなどのアルキルアルカノールアミドなどのノニオン性界面活性剤、ラウリ

10

20

30

40

50

ルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ステアリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン、ラウリン酸アミドプロピルベタインなどのベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体などの両性界面活性剤の1種または2種以上を、毛髪化粧品中5～40重量%の割合で使用することが望ましい。これらの界面活性剤の割合が5重量%未満であると、洗浄性および洗浄時の泡立ちが劣り、40重量%を越えると、得られる毛髪化粧料の粘性が高く、使用し難い。

【0064】

本発明の毛髪化粧品組成物には、目的に応じて流動パラフィン、スクワラン、ラノリン誘導体、高級アルコール、各種エステル油などの油分、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ソルビトールポリエチレングリコールなどの水溶性油分、ヒアルロン酸、コンドロイチン酸、ピロリドンカルボン酸などの保湿剤、カルボキシビニルポリマーなどの増粘剤、カチオン変性セルロースエーテル誘導体、ポリビニルピロリドン誘導体4級アンモニウム、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド、ポリアミド誘導体4級アンモニウム、ポリオキシエチレンポリアルキレン、ポリアミンなどのカチオン性高分子、紫外線吸収剤、香料などを、必要に応じて配合しても良い。

10

【0065】

次に、本発明の具体的実施例について説明する。

【0066】

実施例中の部および%は、特に断らない限り重量部および重量%である。原料として使用するコロイダルシリカおよびコロイダルシリカコア-シリコーンシェル体の平均粒径は、動的光散乱法を採用したレーザ粒径解析システムLPA-3000S/3100（大塚電子（株）製）で測定した。

20

【0067】

また、コロイダルシリカコア-シリコーンシェル体をグラフト重合体と見なした場合、換言すると、コロイダルシリカコアを幹ポリマー、シリコーンシェルを枝ポリマーとしたときのグラフト率およびグラフト効率を、以下の方法で求めた。

【0068】

すなわち、コロイダルシリカコア-シリコーンシェル体を含有するエマルジョンを、40/0.5mmHgで5時間減圧乾燥して得たコロイダルシリカコア-シリコーンシェル体（乾燥物）の一定量（Y）を、シクロヘキサン中に投入し、振とう機にセットして24時間振とうを行う。この振とうによって、遊離のポリオルガノシロキサンをシクロヘキサンに溶解し、遠心分離器を使用し、回転数2300rpmで30分間遠心分離して不溶分を採取する。次に、真空乾燥機で120℃、1時間乾燥して得た不溶分の重量（M）を測定し、次式によって、グラフト率およびグラフト効率をそれぞれ算出した。

30

【0069】

【数1】

$$\text{グラフト率} = \frac{M - Y \times \text{コアシェル体中のコア分率}}{Y \times \text{コアシェル体中のコア分率}} \times 100$$

40

【0070】

【数2】

$$\text{グラフト効率} = \frac{M - Y \times \text{コアシェル体中のコア分率}}{Y - Y \times \text{コアシェル体中のコア分率}} \times 100$$

【0071】

また、コロイダルシリカコア - シリコーンシェル体のシェル部割合は、以下の手順で算出した。なお、不揮発分 [%] は、2 g 単位の試料 3 個を、それぞれ 105 で 3 時間加熱した場合の値の平均値である。

10

【0072】

(1) コロイダルシリカ有効量 [部] の算出

コロイダルシリカ分散液使用量 [部] × コロイダルシリカ有効成分 [%] で求める。

(2) 理論不揮発分 [%] の算出

{ (コロイダルシリカ有効量 [部] + オルガノシロキサンの使用量 [部] + 乳化剤量 [部]) / 全使用原料 [部] } × 100 で求める。

(3) 未重合オルガノシロキサン量 [部] の算出

(全使用原料 [部] × (理論不揮発分 [%] - 不揮発分 [%])) / 100 で求める。

(4) 重合オルガノシロキサン量 [部] の算出

オルガノシロキサンの使用量 [部] - 未重合オルガノシロキサン量 [部] で求める。

20

(5) 重合率の算出

重合オルガノシロキサン量 [部] / オルガノシロキサンの使用量 [部] で求める。

(6) シェル部割合の算出

重合オルガノシロキサン量 [部] / (重合オルガノシロキサン量 [部] + コロイダルシリカ有効量 [部]) × 100 で求める。

【0073】

(コロイダルシリカコア - シリコーンシェルエマルジョンの調製)

酸性コロイダルシリカであるスノーテックス OL - 40 (日産化学工業 (株) 製, 平均粒子径 84 nm, SiO₂ 40.8%, Na₂O 0.0049%, pH 2.3; シリカ - 1 と略記) 500 部、イオン交換水 647.8 部、n - ドデシルベンゼンスルホン酸 (日産化学工業 (株) 製, ソフト王洗 5S) 8.2 部の混合系に、オクタメチルシクロテトラシロキサン 204 部を加え、ホモミキサによって予備撹拌を行った。その後、ホモジナイザに 300 kgf / cm² の圧力で 2 回通して、乳化・分散させた。

30

【0074】

次いで、コンデンサー、窒素ガス導入口および撹拌機を備えたセパラブルフラスコ内に、前記乳化・分散液を移し、撹拌混合しながら 85 で 5 時間加熱した後、5 で 48 時間冷却して重合を行った。次に、セパラブルフラスコ内に炭酸ナトリウム水溶液を加え、コロイダルシリカコア - シリコーンシェルエマルジョンを pH 7 に中和した。こうして得られたエマルジョンの 105 × 3 時間での不揮発分は 30.5% であり、また、オクタメチルシクロテトラシロキサンの重合率は 99.3% であった。

40

【0075】

さらに、レーザ粒径解析システムにより粒径解析を行ったところ、素材のコロイダルシリカのものである平均粒子径の 84 nm 付近にピークを持つ単一分散の粒子径分布が完全に消失し、150 nm 付近にピークを持つ単一分散の粒子径分布が新たに出現していた。また、電子顕微鏡で観察したところ、シリコーン粒子像のみが確認され、素材のコロイダルシリカ粒子像は全く観察されなかった。これらのことから、前記コロイダルシリカコア - シリコーンシェルエマルジョンの不揮発分が、コロイダルシリカコア - シリコーンシェル体であることが分かった。

【0076】

一方、前記コロイダルシリカコア - シリコーンシェルエマルジョンの一部を多量のアセ

50

トン中に投入し、コロイダルシリカコア - シリコンシェル体を析出させ濾取した後、真空乾燥機で50、12時間乾燥してコロイダルシリカコア - シリコンシェル体の凝集物を得た。この凝集物をグラフト重合体と見なした場合、そのグラフト率およびグラフト効率はそれぞれ41.7%であった。

【0077】

(シリコンエマルジョン - 1の調製)

ポリオキシエチレン(2)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム15部およびラウリル硫酸ナトリウム15部を、イオン交換水468.5部中に均一に分散させた。これに、25で動粘度が $85\text{ mm}^2/\text{s}$ の両末端水酸基封鎖ポリジメチルシロキサン500部を添加し、攪拌により予備混合した後、加圧ホモジナイザ(圧力 500 kgf/cm^2)で3回処理を行うことにより、両末端水酸基封鎖ポリジメチルシロキサンを含むエマルジョンを得た。このエマルジョンに硫酸1.5部を添加し、攪拌しながら15にて15時間反応を行った。

10

【0078】

次いで、10%炭酸ナトリウム水溶液をpHが7になるまで添加を行い、重合反応を停止させてシリコンエマルジョン - 1を得た。このエマルジョンの平均粒子径をレーザ粒径解析システムにより求めたところ、200nmであった。さらに、このエマルジョンを多量のイソプロピルアルコールに投入し、ポリマーを析出させ、残存するイソプロピルアルコールと水を完全に蒸発させてポリオルガノシロキサンを得た。このポリオルガノシロキサンの動粘度は、25で $1,000,000\text{ mm}^2/\text{s}$ であった。

20

【0079】

(シリコンエマルジョン - 2の調製)

25の動粘度が $1000\text{ mm}^2/\text{s}$ で、アミノ含有量が0.6ミリ当量/gである2 - アミノエチル - 3 - アミノプロピル基含有ポリジメチルシロキサン200部と、ポリオキシエチレン(9)ラウリルエーテル10部およびポリオキシエチレン(40)オクチルフェニルエーテルの70%水溶液5部を配合し、予備混合物を得た。次いで、水の最初の部分5.0部を該混合物にゆっくり添加した。得られた混合物を15分間攪拌して、均質で良好なエマルジョンを得た。

【0080】

次いで、水の残部776.5部を添加した。さらに、このエマルジョンに酢酸3.5部を添加して、pHを7.5に調整し、シリコンエマルジョン - 2を得た。このようにして得られたエマルジョンの平均粒子径をコールターカウンター製N4 PLUS粒径測定装置で測定したところ、20nmであった。

30

【0081】

(シリコンエマルジョン - 3の調製)

25の動粘度が $200\text{ mm}^2/\text{s}$ であるポリジメチルシロキサン360部と25の粘度が $20,000,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ であるポリオルガノシロキサンを240部を均一になるまで混合した。これに、ポリオキシエチレン(4)ラウリルエーテル13.3部、ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル10.9部、および水60部を加えて十分に混合した後、残部の水315.8部を加えて、ポリオルガノシロキサンを含有するシリコンエマルジョン - 3を得た。この平均粒子径をコールターカウンター製LS - 230で測定したところ、 $5\text{ }\mu\text{m}$ であった。

40

【0082】

(シリコンエマルジョン - 4の調製)

25の動粘度が $200\text{ mm}^2/\text{s}$ であるポリジメチルシロキサン327.3部と25の粘度が $20,000,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ であるポリオルガノシロキサン218.2部、および25の動粘度が $1000\text{ mm}^2/\text{s}$ で、アミノ含有量が0.6ミリ当量/gである2 - アミノエチル - 3 - アミノプロピル基含有ポリジメチルシロキサン54.5部を均一になるまで混合した。これに、ポリオキシエチレン(4)ラウリルエーテル13.3部、ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル10.9部、および水60部を加えて

50

十分に混合した後、残部の水 3 1 5 . 8 部を加えて、ポリオルガノシロキサンおよびアミノ変性シリコンを含有するシリコンエマルジョン - 4 を得た。この平均粒子径をコーンターカウンター製 LS - 2 3 0 で測定したところ 3 . 5 μm であった。

【 0 0 8 3 】

実施例 1 ~ 5 , 比較例 1 ~ 3 (シャンプー組成物)

上記調製したコロイダルシリカコア - シリコンシェルエマルジョン (以下、コアシェルエマルジョンと示す。) およびポリオルガノシロキサンを含有するシリコンエマルジョン - 1、シリコンエマルジョン - 2 を使用したシャンプー組成物を、表 1 に示す組成の通りに調製した。

【 0 0 8 4 】

これらのシャンプー組成物を、以下に示す評価方法・評価基準にしたがって試験評価した結果を、表 1 に併せて示す。

【 0 0 8 5 】

【表 1】

サンプル組成物構成成分	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2	比較例3
シリコーン(A)	0.03	1.3	0.7	2.7	1.3			6
シリコーン(B)	3.98	3.2	1.6	6.4			4	0.4
					8			
ポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム	10	10	10	10	10	10	10	10
ラウリン酸ジエタノールアミド	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
ポチオキシエチレンヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
グリセリン	1	1	1	1	1	1	1	1
ジステアリン酸ポリエチレングリコール	3	3	3	3	3	3	3	3
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
カチオン化セルロース	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
塩化ナトリウム	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75
パラベン	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
香料	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
精製水	76.59	76.1	78.3	71.5	71.3	80.6	76.6	74.2
シリコーン分%	2	2	1	4	2	-	2	2
(A) / (B)	0.5/99.5	20/80	20/80	20/80	20/80	-	0/100	90/10
評価特性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
安定性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
滑らかさ(櫛通り性)	3.3	3.7	3.5	3.8	3.6	2.5	2.9	2

【0086】

なお、使用したコアシェルエマルジョンおよびシリコーンエマルジョンは、以下に示す特性を有する。すなわち、コアシェルエマルジョンのD/Q比は1/1、シリコーン分は30%、平均粒子径は150nmである。シリコーンエマルジョン-1は、両末端水酸基

封鎖ポリジメチルシロキサンを含み、シリコン分50%、基油の動粘度100万 mm^2/s 、平均粒子径200nmである。また、シリコンエマルジョン-2は、末端トリメチルシリル基封鎖アミノ官能性シリコン(2-アミノエチル-3-アミノプロピル基含有ポリジメチルシロキサン、アミノ含有量0.6ミリ当量/g、動粘度1000 mm^2/s)を含み、シリコン分20%、平均粒子径20nmである。

【0087】

「滑らかさ」は、長さ25cmの毛髪10gを、表1の通りに調整したシャンプー組成物1gで1分間洗い、30秒間、40度の温水ですすいだ後ドライヤーで乾燥して、12人のパネリストにより評価を行い、下記の判断基準で点数付けした。なお、表1に示す値は、パネリスト12人の平均点である。

- 5 極めて滑らか
- 3 滑らか
- 1 普通

【0088】

「安定性」は、下記の判断基準で評価を行った。

- 50、6週間において安定
- 50、4週間において安定
- x 50、1週間で排水分離

【0089】

実施例6~10, 比較例4~6(コンディショナー組成物)

上記調製したコアシェルエマルジョンおよびポリオルガノシロキサンを含有するシリコンエマルジョン-3、シリコンエマルジョン-4を使用したコンディショナー組成物を、表2に示す組成の通りに調製した。

【0090】

これらのコンディショナー組成物を、以下に示す評価方法・評価基準にしたがって試験評価した結果を、表2に併せて示す。

【0091】

【表2】

10

20

コンディショナー組成物構成成分	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	比較例4	比較例5	比較例6
シリコーン(A) コアシェルエマルジョン	0.1	4	2	6	4			18
シリコーン(B) シリコーンエマルジョン-3	10	8	4	12			10	1
シリコーンエマルジョン-4					8			
ジステアリン酸エチレングリコール	3	3	3	3	3	3	3	3
セタノール	2	2	2	2	2	2	2	2
モノステアリン酸プロピレングリコール	3	3	3	3	3	3	3	3
モノステアリン酸グリセリン	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8
ポリオキシエチレン(3)ステアレート	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8
塩化セチルトリメチルアンモニウム	5	5	5	5	5	5	5	5
ポリオキシエチレン(20)セチルエーテル	2	2	2	2	2	2	2	2
1,3-ブチレングリコール	5	5	5	5	5	5	5	5
パラベン	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
香料	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
精製水	61.9	60	66	54	60	72	62	53
シリコーン分%	6	6	3	9	6	-	6	6
(A) / (B)	0.5/99.5	20/80	20/80	20/80	20/80	-	0/100	90/10
評価特性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
安定性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
滑らかさ(横通り性)	3.3	3.9	3.5	4	4.1	2	3	1.5

【0092】

なお、使用したコアシェルエマルジョンは、実施例1～5に使用したものと同一特性を有する。また、シリコーンエマルジョンは以下に示す特性を有する。すなわち、シリコーンエマルジョン-3は、基油組成が、ポリジメチルシロキサン(動粘度 $200\text{ mm}^2/\text{s}$) / ポリジメチルシロキサン(粘度 $2000\text{ 万 mPa}\cdot\text{s}$) = 6 / 4で、基油動粘度が $55\text{ 万 mm}^2/\text{s}$ 、非イオン性でシリコーン分60%、平均粒子径 $5\text{ }\mu\text{m}$ のものであり、シ

リコーンエマルジョン - 4 は、基油組成が、ポリジメチルシロキサン（動粘度 $200 \text{ mm}^2 / \text{s}$ ） / ポリジメチルシロキサン（粘度 $2000 \text{ 万 Pa} \cdot \text{s}$ ） / アミノ官能性シロキサン = $6 / 4 / 1$ で、基油動粘度が $40 \text{ 万 mm}^2 / \text{s}$ 、非イオン性でシリコーン分 60% 、平均粒子径 $3.5 \mu\text{m}$ のものである。ここで、アミノ官能性シロキサンは、末端トリメチルシリル基封鎖アミノ官能性シリコーン（2-アミノエチル-3-アミノプロピル基含有ポリジメチルシロキサン）で、アミノ含有量 0.6 ミリ当量 / g 、動粘度 $1000 \text{ mm}^2 / \text{s}$ である。

【0093】

「滑らかさ」は、長さ 25 cm の毛髪 10 g を、表 2 の通りに調製したコンディショナー組成物 1 g で 1 分間洗い、 30 秒間 40°C の温水ですすいだ後、ドライヤーで乾燥して 12 人のパネリストにより評価を行い、下記の判断基準で点数付けした。なお、表 2 の値は、パネリスト 12 人の平均点である。

5 極めて滑らか

3 滑らか

1 普通

【0094】

「安定性」は、下記の判断基準で評価を行った。

..... 50、6 週間において安定

..... 50、4 週間において安定

x 50、1 週間で排水分離

【0095】

実施例 11 ~ 15，比較例 7 ~ 9（ヘアブロー組成物）

上記調製したコアシェルエマルジョンおよびポリオルガノシロキサンを含有するシリコーンエマルジョン - 1、シリコーンエマルジョン - 2 を使用したヘアブロー組成物を、表 3 に示す組成の通りに調製した。

【0096】

これらのヘアブロー組成物を、以下に示す評価方法・評価基準にしたがって試験評価した結果を、表 3 に併せて示す。

【0097】

【表 3】

10

20

30

ヘアブロー組成物構成成分	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15	比較例7	比較例8	比較例9
シリコーン(A)	0.03	1.3	0.7	2	1.3			6
シリコーン(B)	4	3.2	1.6	4.8			4	0.4
シリコーンエマルジョン-2					8			
グリセリン	2	2	2	2	2	2	2	2
加水分解コラーゲン	1	1	1	1	1	1	1	1
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	2	2	2	2	2	2	2	2
エタノール	5	5	5	5	5	5	5	5
パラベン	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
香料	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
精製水	85.6	85.1	87.3	82.8	80.3	89.6	85.6	83.2
シリコーン分%	2	2	1	3	2	-	2	2
(A)/(B)	0.5/99.5	20/80	20/80	20/80	20/80	-	0/100	90/10
評価特性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
安定性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
滑らかさ(櫛通り性)	3.2	4	3.5	4.1	3.7	2	2.5	1.4
セット保持力	3	5	3	5	5	1	1	5

【0098】

なお、使用したコアシェルエマルジョン、シリコーンエマルジョン-1およびシリコーンエマルジョン-2は、いずれも実施例1~5に使用したものと同一特性を有する。

【0099】

「滑らかさ」は、長さ25cmの毛髪10gを表2の通りに調製したヘアブロー組成物

10

20

30

40

50

1 gで1分間洗い、30秒間40℃の温水ですすいだ後、ドライヤーで乾燥して、12人のパネリストにより評価を行い、下記の判断基準で点数付けした。なお、表3の値は、パネリスト12人の平均点である。

- 5 極めて滑らか
- 3 滑らか
- 1 普通

【0100】

「セット保持力」の評価では、長さ25cmの毛髪10gに、表3の通りに調製したヘアブロー組成物1gを均一に吹き付け塗布した後、この毛髪を外径1.2cmのカーラーに巻き、40℃の温風で60分間かけて乾燥した。次いで、カーラーから毛髪を外し、温度30℃、相対湿度80%雰囲気中に垂直に吊した直後の長さL1と、1時間放置後の長さL2を測定し、カールリテンションを次式から算出した。

$$\text{カールリテンション}(\%) = (25 - L2) / (25 - L1) \times 100$$

【0101】

セット保持力の評価は、下記の判断基準で点数付けを行った。

- 5 カールリテンション60%以上
- 3 カールリテンション30%以上、60%未満
- 1 カールリテンション30%未満

【0102】

「安定性」は下記の判断基準で評価を行った。

- 50、6週間において安定
- 50、4週間において安定
- × 50、1週間で排水分離

【0103】

以上説明したように、本発明によれば、コロイダルシリカコア-シリコーンシェル体とポリオルガノシロキサンを併用することで、毛髪に対して、高いセット保持力を付与できるばかりでなく、ポリオルガノシロキサンを単独で用いた場合よりも、優れた毛髪特性(滑らかさ、櫛通り性)を付与することができる。

10

20

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平 1 0 - 1 1 4 6 2 2 (J P , A)
特開平 0 5 - 3 1 0 5 3 3 (J P , A)
特開平 0 5 - 1 3 9 9 3 2 (J P , A)
特開平 0 6 - 0 8 0 5 5 9 (J P , A)
特開平 0 7 - 2 1 5 8 2 8 (J P , A)
特開昭 6 1 - 1 6 1 2 1 4 (J P , A)
特開昭 6 3 - 3 1 3 7 1 3 (J P , A)
特開平 0 1 - 1 6 5 5 0 9 (J P , A)
特開平 0 1 - 1 3 9 5 2 2 (J P , A)
特開平 0 1 - 1 1 3 3 1 1 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

A61K8/00 ~ 8/99

A61Q5/00 ~ 5/12