

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7297939号
(P7297939)

(45)発行日 令和5年6月26日(2023.6.26)

(24)登録日 令和5年6月16日(2023.6.16)

(51)国際特許分類

F I

C 0 8 L	83/14	(2006.01)	C 0 8 L	83/14
C 0 8 G	77/54	(2006.01)	C 0 8 G	77/54
A 6 1 K	8/898	(2006.01)	A 6 1 K	8/898
A 6 1 Q	5/02	(2006.01)	A 6 1 Q	5/02
A 6 1 Q	5/12	(2006.01)	A 6 1 Q	5/12

請求項の数 15 (全48頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2021-570374(P2021-570374)
(86)(22)出願日	令和1年5月29日(2019.5.29)
(65)公表番号	特表2022-534107(P2022-534107 A)
(43)公表日	令和4年7月27日(2022.7.27)
(86)国際出願番号	PCT/EP2019/064120
(87)国際公開番号	WO2020/239229
(87)国際公開日	令和2年12月3日(2020.12.3)
審査請求日	令和4年1月20日(2022.1.20)

(73)特許権者	390008969 ワッカー ケミー アクチエンゲゼルシャ フト Wacker Chemie AG ドイツ連邦共和国 ミュンヘン ハンス - ザイデル - プラッツ 4 Hanns - Seidel - Platz 4 , D - 8 1 7 3 7 Muenchen , Germany
(74)代理人	110001173 弁理士法人川口国際特許事務所
(72)発明者	グランドル, マルクス ドイツ国, 8 4 4 8 9 ・ブルクハウゼン 、ペーラーシュトラッセ・2
(72)発明者	ベール, ゲルハルト

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液

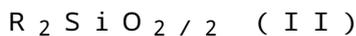
(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

水性分散液であって、平均して少なくとも1つの以下の一般式の構造単位



及び以下の式の単位を含有する予備架橋オルガノポリシロキサンを含む、水性分散液。



[式中、

Yは以下の式の基であり、



Rは同じであっても異なってもよく、1～18個の炭素原子を有するとともに、N、P、S、O、及びハロゲンの群からの1つ以上のヘテロ原子を含んでいてもよい1価の炭化水素基を表し、

R²は、3～18個の炭素原子を有するSiC結合した2価の直鎖又は分岐の炭化水素基を表し、R³は、水素原子、1～8個の炭素原子を有するアルキル基又はアシル基であり、R⁴は、1～6個の炭素原子を有する2価の炭化水素基を表し、k₁は、0、1、2又は3であり、k₂は、0、1、2又は3であり、

xは、0、1、2、3又は4であり、

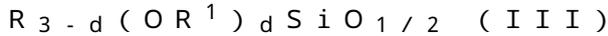
10

20

Z¹は、-OHであり、
 Z²は、-OHであり、
 ただし、k₁ + k₂の和が 1である。]

【請求項2】

前記予備架橋オルガノポリシロキサンが、以下の式のシロキサン単位を含むことを特徴とする、請求項1に記載の水性分散液。



[式中、

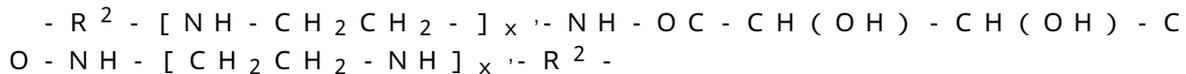
Rは、請求項1においてRに示された定義を有し、

R¹は同じであっても異なってもよく、水素原子を表すか、又は1～18個の炭素原子を有するとともに1個以上の別々の酸素原子によって割り込まれていてもよいアルキル基を表し、

dは0又は1である。]

【請求項3】

Yが以下の式の基であることを特徴とする、請求項1又は2に記載の水性分散液。



[式中、

x'は、0又は1であり、

R²は、式 - (CH₂)₃ - 又は式 - CH₂ - CH(CH₃) - CH₂ - の基である。]

【請求項4】

予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を製造するための方法であって、以下の式のアミノオルガノポリシロキサン(1)を含む水性分散液剤を



[式中、

Aは以下の一般式のアミノ基であり、



Rは同じであっても異なってもよく、1～18個の炭素原子を有するとともに、N、P、S、O、及びハロゲンの群からの1つ以上のヘテロ原子を含んでいてもよい1価の炭化水素基を表し、

R¹は同じであっても異なってもよく、水素原子を表すか、又は1～18個の炭素原子を有するとともに1つ以上の別々の酸素原子に割り込まれていてもよいアルキル基を表し、

R²は、3～18個の炭素原子を有するSiC結合した2価の直鎖又は分岐の炭化水素基を表し、

R³は、水素原子、1～8個の炭素原子を有するアルキル基、又はアシル基であり、

R⁴は、1～6個の炭素原子を有する2価の炭化水素基を表し、

dは、0又は1であり、

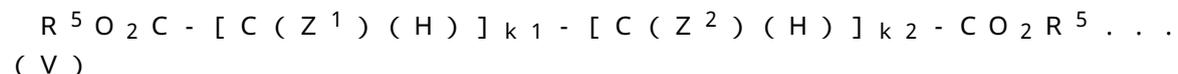
eは、0又は1であり、

pは、少なくとも1かつ最大で1000の整数であり、

qは、0又は1～2000の整数であり、

xは、0、1、2、3又は4である。]

以下の式の反応性エステル(2)と反応させることによって、予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を製造するための方法。



[式中、

R⁵は同じであっても異なってもよく、基当たり1～20個の炭素原子を有するとともに、N、P、S、O及びハロゲンの群からの1個以上のヘテロ原子を含んでいてもよ

10

20

30

40

50

いO結合した、飽和又は不飽和の、直鎖又は分枝の1価の炭化水素基を表し、

k₁は、0、1、2又は3であり、

k₂は、0、1、2又は3であり、

Z¹は、-OHであり、

Z²は、-OHであり、

ただし、k₁ + k₂の和が 1である。]

【請求項5】

Aが以下の式のアミノ基であることを特徴とする、請求項4に記載の方法。

-R² - [NH - CH₂CH₂ -]_x - NH₂

[ここで、xは0又は1であり、

R²は、式 - (CH₂)₃ - 又は式 - CH₂ - CH(CH₃) - CH₂ - の基である。]

10

【請求項6】

前記反応性エステル(2)が、酒石酸ジメチル及び酒石酸ジエチルであることを特徴とする、請求項4又は5に記載の方法。

【請求項7】

予備架橋オルガノポリシロキサンであって、平均して少なくとも1つの以下の一般式の構造単位

-SiRO_{2/2} - Y - SiRO_{2/2} (I)

及び以下の式の単位を含有する予備架橋オルガノポリシロキサン。

R₂SiO_{2/2} (II)

[式中、

Yは以下の式の基であり、

-R² - [NR³ - R⁴ -]_x - NR³ - OC - [C(Z¹)(H)]_{k₁} - [C(Z²)(H)]_{k₂} - CO - NR³ - [R⁴ - NR³]_x - R² -、

R、R²、R³、R⁴、k₁、k₂、Z¹及びZ²は、請求項1においてこれらに対し示された定義を有し、

ただし、k₁ + k₂の和が 1である。]

【請求項8】

以下の式のシロキサン単位を含むことを特徴とする、請求項7に記載の予備架橋オルガノポリシロキサン。

R_{3-d}(OR¹)_dSiO_{1/2} (III)、

[式中、

R及びYは請求項1においてこれらに対し示された定義を有し、

d及びR¹は請求項2においてこれらに対し示された定義を有する。]

30

【請求項9】

予備架橋オルガノポリシロキサンを製造する方法であって、以下の式のアミノオルガノポリシロキサンを

(R¹O)_dA_eR_{3-d-e}SiO(SiARO)_p(SiR₂O)_qSiR_{3-d-e}A_e(OR¹)_d (IV)、

以下の式の反応性エステルと反応させ、

R⁵O₂C - [C(Z¹)(H)]_{k₁} - [C(Z²)(H)]_{k₂} - CO₂R⁵ . . . (V)

[式中、

A、R、R¹、R⁵、k₁、k₂、Z¹及びZ²は請求項4においてこれらに対し示された定義を有し、

ただし、k₁ + k₂の和が 1である。]

得られた予備架橋オルガノポリシロキサンはその後任意に水中で乳化されることを特徴とする、予備架橋オルガノポリシロキサンを製造する方法。

【請求項10】

請求項1、2若しくは3に記載された予備架橋オルガノポリシロキサン、請求項4、5

50

若しくは 6 に記載されたように製造された予備架橋オルガノポリシロキサン、又は請求項 7 若しくは 8 に記載された予備架橋オルガノポリシロキサン、又は請求項 9 に記載されたように製造された予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を含む化粧品組成物。

【請求項 1 1】

コンディショニング剤を含むことを特徴とする、請求項 1 0 に記載の化粧品組成物。

【請求項 1 2】

ケラチン繊維を処理するための、請求項 1 0 又は 1 1 に記載の化粧品組成物の使用。

【請求項 1 3】

ケラチン繊維の調整のための、請求項 1 0 又は 1 1 に記載の化粧品組成物の使用。

【請求項 1 4】

ケラチン繊維が毛髪であることを特徴とする、請求項 1 2 又は 1 3 に記載の使用。

【請求項 1 5】

請求項 1 0 又は 1 1 に記載の化粧品組成物を、ケラチン繊維に施し、次いで任意に水ですすぐことにより、ケラチン繊維を処理する方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液、予備架橋オルガノポリシロキサン、及び予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を含む化粧品組成物に関する。本発明はさらに、予備架橋オルガノポリシロキサン及びその水性分散液の製造方法に関する。本発明はさらに、化粧品組成物の使用に関する。

【背景技術】

【0002】

オルガノポリシロキサンは、例えば、ヘアケア製品のような化粧品組成物において、それらのコンディショニング特性、例えば、柔らかさ及び滑らかさの改善、髪をとかす際の力の減少、光沢特性、知覚された色の改善、色の保護特性、静電現象減少、毛髪への熱負荷に関連する保護特性、又は撥水性を理由として使用される。

【0003】

毛髪のようなケラチン材料の手入れのために選択されたオルガノポリシロキサンの概要は、M. D. Berthiaume, Society of Cosmetic Chemists (編), monograph, Silicones in Hair Care, 1997 及び J. Sejpka, Silicone in Haarpflegeprodukten, [Silicones in Haircare Products] in: SOEFW - Journal, 118 巻, No. 17, 1992, 1065 - 1070 頁に見られる。

【0004】

日々の生活において、毛髪は、毛髪表面の損傷につながり、そのため損傷のない毛髪と比較して、滑らかさ、柔らかさ、光沢、及び他のパラメータのような化粧特性を損なう多くの外部の影響に曝される。毛髪表面の損傷は、例えば、化学的又は機械的処理、紫外線照射、又は熱によって引き起こされることがある。毛髪の表面損傷に付随するのは、キューティクルを覆う脂質層（これは、損傷を受けていない地毛の高い疎水性の質の理由である）の破壊及び部分的除去である（R. A. Lodge, B. Bhusan, Wetting Properties of Human Hair by Means of Dynamic Contact Angle Measurement, Journal of Applied Polymer Science, 102 巻, 5255 - 5265, 2006, Wiley）。損傷を受けていない毛髪と比較すると、損傷を受けた毛髪は大幅に親水性である。なぜなら、表層脂質層の破壊に続く効果的な毛髪表面は親水性のアミノ酸をベースとするタンパク質マトリックスであるからである。

【0005】

US 7, 223, 385 B2 号、US 7, 485, 289 B2 号、US 7, 220, 4

10

20

30

40

50

08B2号及びUS7,504,094B2号は、構造(I)又は(II)の特定のアミノシリコン、及びコンディショニング剤又は増粘剤をも含む、毛髪を処理するための化粧品組成物を記載している。構造(I)又は(II)のアミノシリコンは、末端アルコキシ/ヒドロキシル基を有し、及びアミノエチルアミノプロピル-アルコキシシロキサン単位又はアミノエチルアミノプロピル-メチルシロキサン単位を有し、架橋されていないジメチルポリシロキサンである。

【0006】

US5,039,738A号から知られているのは、水性エマルジョン中のアミノオルガノシロキサンを、シュウ酸ジアルキル、ピロ炭酸ジアルキル又はそれらの混合物と反応させることによって、変性アミノオルガノシロキサンを製造する方法である。記載したエマルジョンで処理した布では黄変が減少していることが明らかになった。

10

【0007】

WO2015/024079A1号には、アミノオルガノポリシロキサン、カチオン性界面活性剤、及び式R'-O-CO-R-CO-O-R'(ここでR'はC8~C30の基を構成する)のジカルボン酸のジアルキルエステルを含有する化粧品組成物が記載されている。

【0008】

WO2004/039930A2号によると、ポリカルボン酸及びアミノオルガノシロキサンから構成される組成物で処理された布は、縮み及びしわに対して強化された抵抗性を示す。

20

【0009】

アミノオルガノポリシロキサンと、少なくとも1つのカルボン酸無水物基を含むアルコキシシラン又はシロキサンである架橋成分から構成される架橋可能組成物がUS5,399,652A号に記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【文献】米国特許第7,223,385号明細書

米国特許第7,485,289号明細書

米国特許第7,220,408号明細書

米国特許第7,504,094号明細書

米国特許第5,039,738号明細書

国際公開第2015/024079号

国際公開第2004/039930号

米国特許第5,399,652号明細書

【非特許文献】

【0011】

【文献】M.D.Berthiaume, Society of Cosmetic Chemists (編), monograph, Silicones in Hair Care, 1997

40

J. Sejpka, Silicone in Haarpflegeprodukten, [Silicones in Haircare Products] in: SOEFW-Journal, 118巻, No. 17, 1992, 1065-1070頁

R.A.Lodge, B.Bhusan, Wetting Properties of Human Hair by Means of Dynamic Contact Angle Measurement, Journal of Applied Polymer Science, 102巻, 5255-5265, 2006, Wiley

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

50

その目的は、予備架橋オルガノポリシロキサン、より具体的には、予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を提供することであり、これは、好ましくは、水の除去時にエラストマーフィルムを形成し、化粧品組成物に使用することができる。さらなる目的は、毛髪などのケラチン繊維を調整するために、より具体的にはそれに容易な 通りを提供するために使用することができる、毛髪などのケラチン繊維を処理するための、好ましくはケラチン繊維にクレンジング及び手入れを提供するための化粧品組成物を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0013】

この目的は本発明によって達成される。

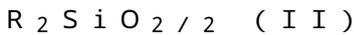
10

【0014】

本発明の主題は、平均して少なくとも1つの以下の一般式の構造単位、好ましくは少なくとも2つの構造単位、より好ましくは少なくとも3つの構造単位



及び以下の式の単位を含有する予備架橋オルガノポリシロキサンを含む、水性分散液、好ましくは水性エマルジョンである。



[式中、

Yは以下の式の基であり、



20

Rは同じであっても異なってもよく、1～18個の炭素原子を有するとともに、N、P、S、O、及びハロゲンの群からの1つ以上のヘテロ原子を含んでいてもよい1価の炭化水素基を表し、

R²は、3～18個の炭素原子を有するSiC結合した2価の直鎖又は分岐の炭化水素基、好ましくは3～10個の炭素原子を有するアルキレン基を表し、

R³は、水素原子、1～8個の炭素原子を有するアルキル基又はアシル基、例えば、アセチル基を表し、好ましくは水素原子であり、

R⁴は、1～6個の炭素原子を有する2価の炭化水素基、好ましくは1～6個の炭素原子を有するアルキレン基を表し、

30

k₁は、0、1、2又は3であり、

k₂は、0、1、2又は3であり、

xは、0、1、2、3又は4、好ましくは0又は1であり、

Z¹は、-OH、H又は-NHR³であり、

Z²は、-OH、H又は-NHR³であり、

ただし、k₁ + k₂の和が 1であり、少なくとも1つの基Z¹又はZ²基がヒドロキシル基又はNHR³基、好ましくはヒドロキシル基であり、そのため架橋基Yは少なくとも1つのヒドロキシル基又はNHR³基を含む。]

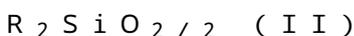
【0015】

本発明のさらなる主題は、平均して少なくとも1つの以下の一般式の構造単位、好ましくは少なくとも2つの構造単位、より好ましくは少なくとも3つの構造単位、

40



及び以下の式の単位を含有する予備架橋オルガノポリシロキサンである。



[式中、

Yは以下の式の基であり、



R、R²、R³、R⁴、k₁、k₂、Z¹及びZ²は上でこれらに対して示された定義を有し、

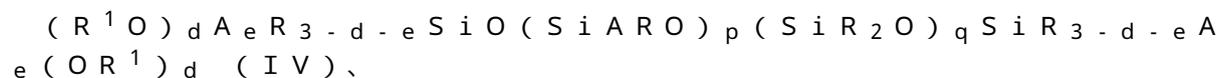
50

ただし、 $k_1 + k_2$ の和が 1 であり、少なくとも 1 つの基 Z^1 又は基 Z^2 がヒドロキシル基又は NHR^3 基、好ましくはヒドロキシル基であり、

そのため架橋基 Y は少なくとも 1 つのヒドロキシル基又は NHR^3 基、好ましくは少なくとも 1 つのヒドロキシル基を含む。]

【0016】

本発明のさらなる主題は、以下の式のアミノオルガノポリシロキサン (1) を含む水性分散液剤、好ましくは水性エマルジョンを



[式中、

A は以下の一般式のアミノ基であり、



R は同じであっても異なってもよく、1 ~ 18 個の炭素原子を有するとともに、N、P、S、O、及びハロゲンの群からの 1 つ以上のヘテロ原子を含んでいてもよい 1 価の炭化水素基を表し、

R^1 は同じであっても異なってもよく、水素原子を表すか、又は 1 ~ 18 個の炭素原子を有するとともに 1 つ以上の別々の酸素原子に割り込まれていてもよいアルキル基を表し、

R^2 は、3 ~ 18 個の炭素原子を有する SiC 結合した 2 価の直鎖又は分岐の炭化水素基、好ましくは 3 ~ 10 個の炭素原子を有するアルキレン基を表し、

R^3 は、水素原子、1 ~ 8 個の炭素原子を有するアルキル基又はアシル基、例えば、アセチル基を表し、好ましくは水素原子であり、

R^4 は、1 ~ 6 個の炭素原子を有する 2 価の炭化水素基、好ましくは 1 ~ 6 個の炭素原子を有するアルキレン基を表し、

d は、0 又は 1 であり、

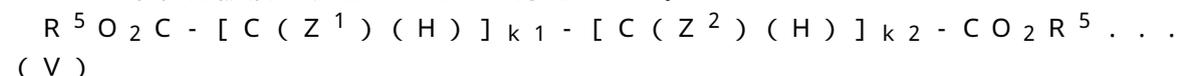
e は、0 又は 1 であり、

p は、少なくとも 1、好ましくは少なくとも 2、より好ましくは少なくとも 3、かつ最大で 1000、好ましくは最大で 10 の整数であり、

q は、0 又は 1 ~ 2000、好ましくは 50 ~ 1000 の整数であり、

x は、0、1、2、3 又は 4、好ましくは 0 又は 1 である。]

以下の式の反応性エステル (2) と反応させることによって、予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を製造するための方法である。



[式中、

R^5 は同じであっても異なってもよく、基当たり 1 ~ 20 個の炭素原子を有するとともに、N、P、S、O 及びハロゲンの群からの 1 個以上のヘテロ原子を含んでいてもよい O 結合した、飽和又は不飽和の、直鎖又は分岐の 1 価の炭化水素基を表し、

k_1 は、0、1、2 又は 3 であり、

k_2 は、0、1、2 又は 3 であり、

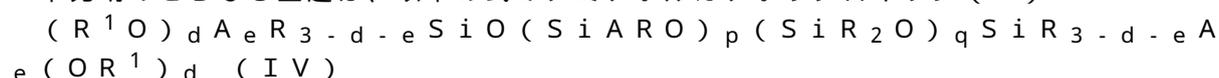
Z^1 は、-OH、H 又は $-NHR^3$ であり、

Z^2 は、-OH、H 又は $-NHR^3$ であり、

ただし、 $k_1 + k_2$ の和が 1 であり、少なくとも 1 つの基 Z^1 又は Z^2 がヒドロキシル基又は NHR^3 基、好ましくはヒドロキシル基である。]

【0017】

本発明のさらなる主題は、以下の式のアミノオルガノポリシロキサン (1)



を以下の式の反応性エステル (2) と反応させ、



(V)

[式中、

A、R、R¹、R⁵、d、e、k₁、k₂、Z¹及びZ²は、上でこれらに対して示された定義を有し、

ただし、k₁ + k₂の和が 1 であり、少なくとも1つの基Z¹又は基Z²がヒドロキシル基又はNHR³基、好ましくはヒドロキシル基である。]

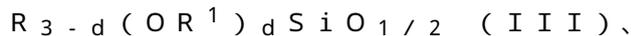
得られた予備架橋オルガノポリシロキサンは、その後任意に水中で乳化されることを特徴とする、予備架橋オルガノポリシロキサンを製造する方法である。

【0018】

本発明の方法において、使用される式(IV)のアミノオルガノポリシロキサン(1)は、好ましくはeが0であり、したがってペンダントアミノ基Aのみを含み、かつ反応性エステル(2)との反応において式(I)の構造単位に従って架橋を形成するものである。

【0019】

eが0の場合、本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンは、式(I)の構造単位及び式(II)のシロキサン単位だけでなく、好ましくは以下の式のシロキサン単位も含む。



式中、R、R¹及びdは上でこれらに対し示された定義を有する。

【0020】

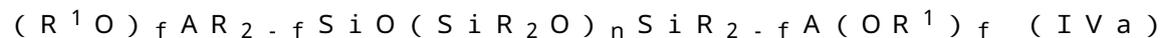
しかし、末端アミノ基Aも含み、換言すればeが1である式(IV)のアミノオルガノポリシロキサン(1)を用いることもできる。

【0021】

eが0である式(IV)のアミノオルガノポリシロキサン(1)と、eが1である式(IV)のアミノオルガノポリシロキサン(1)の混合物を使用することも可能である。この場合、反応性エステル(2)との反応では、2つの末端アミノ基間(式(VI))、あるいは末端アミノ基とペンダントアミノ基間(式(VII))の架橋がさらに形成され得る。

【0022】

さらに、アミノオルガノポリシロキサン(1)に加えて、以下の式の末端アミノ基のみを含むアミノオルガノポリシロキサン(1a)を使用することができる。



式中、A、R及びR¹は、上でこれらに示された定義を有し、

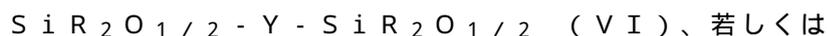
fは、0又は1であり、

nは、1 ~ 1000、好ましくは50 ~ 1000の整数であり、

ただし、平均して少なくとも1つのアミノ基Aが存在する。

【0023】

その結果として、架橋として、式(I)の構造単位に加えて、本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンは以下の式のさらなる構造単位



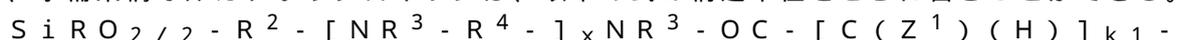
(VI)及び(VII)の混合物を含むことができ、R及びYは上でこれらに示された定義を有する。

【0024】

本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンは、好ましくは、dが0又は1、好ましくは1である式(III)のシロキサン単位を含む。

【0025】

本発明で使用されるアミノオルガノポリシロキサン(1)又は任意に使用されるアミノオルガノポリシロキサン(1a)中の、ペンダントアミノ基A及び任意の末端アミノ基Aは、場合により反応性エステル(2)と架橋を形成せずに反応することもでき、したがって、予備架橋オルガノポリシロキサンは、以下の式の構造単位をさらに含むことができる。



10

20

30

40

50

$[C(Z^2)(H)]_{k2} - CO_2R^5$ (VII Ia)

及び/又は

$SiR_2O_{1/2} - R^2 - [NR^3 - R^4 -]_x NR^3 - OC - [C(Z^1)(H)]_{k1} - [C(Z^2)(H)]_{k2} - CO_2R^5$ (VII Ib)、

式中、R、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 $k1$ 、 $k2$ 、 x 、 Z^1 及び Z^2 は上でこれらに示された定義を有する。

【0026】

本発明の目的のために、式(IV)は、p単位 - (SiARO - 及びq単位 - SiR₂O - が、例えば、アミノオルガノポリシロキサン分子中において、ブロック又はランダムな形態で、任意の所望の方法で分布し得ることを意味すると理解すべきである。

10

【0027】

式(IV)及び(Iva)によってそれぞれ表現されていないが、本発明に使用されるアミノオルガノポリシロキサン(1)及び任意に使用されるアミノオルガノポリシロキサン(1a)は、式(IXa)及び/又は(IXb)及び/又は(IXc)のシロキサン単位を含むこともできる。

$RSiO_{3/2}$ 、 $(OR^1)SiO_{3/2}$ 、 $SiO_{4/2}$ (IXa - c)

式中、

R及び R^1 は上でこれらに対し示された定義を有し、そのため本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンは式(IXa - c)のシロキサン単位を含むこともできる。

【0028】

20

好ましくは、Rは、1~18個の炭素原子を有する1価の、飽和又は不飽和の炭化水素基である。

【0029】

炭化水素基Rの例は、メチル、エチル、n-プロピル、イソプロピル、1-n-ブチル、2-n-ブチル、イソブチル、tert-ブチル、n-ペンチル、イソペンチル、ネオペンチル、tert-ペンチル基などのアルキル基；n-ヘキシル基などのヘキシル基；n-ヘプチル基などのヘプチル基；n-オクチル基及び2,2,4-トリメチルペンチル基などのイソオクチル基などのオクチル基；n-ノニル基などのノニル基；n-デシル基などのデシル基；n-ドデシル基などのドデシル基；n-オクタデシル基などのオクタデシル基；シクロペンチル、シクロヘキシル、シクロヘプチル基及びメチルシクロヘキシル基などのシクロアルキル基；ビニル、5-ヘキセニル、シクロヘキセニル、1-プロペニル、アリル、3-ブテニル及び4-ペンテニル基などのアルケニル基；フェニル、ナフチル、アントリル及びフェナントリル基などのアリール基；o-、m-、p-トリル基などのアルカリル基；キシリル基やエチルフェニル基；ベンジル基、 α -及び β -フェニルエチル基などのアラルキル基である。

30

【0030】

基Rとして好ましいのは、メチル、エチル、オクチル及びフェニル基であり、より好ましくはメチル及びエチル基である。

【0031】

置換された基Rの例は、3,3,3-トリフルオロ-n-プロピル基、2,2,2,2',2',2'-ヘキサフルオロイソプロピル基、ヘプタフルオロイソプロピル基などのハロアルキル基、及びo-、m-及びp-クロロフェニル基などのハロアリール基である。

40

【0032】

置換された基Rのさらなる例は、ポリエチレンオキシ、ポリプロピレンオキシ又はポリエチレンオキシ/ポリプロピレンオキシ基などのポリアルキレンオキシ基である。

【0033】

基 R^1 の例は、Rについて上述したアルキル基、及びメトキシエチル、エトキシエチル及びヘキソキシ(hexoxy)エチル基であり、好ましくは基 R^1 は水素並びにメチル及びエチル基である。

【0034】

50

好ましくは、 R^5 は、1個以上の酸素原子によって割り込まれた C_{1-20} 炭化水素基である。基Rの例は基 R^5 にも有効である。より好ましくは、 R^5 は、メチル基又はエチル基などの C_{1-4} アルキル基である。

【0035】

基Aの例は、以下の通りである。

- $(CH_2)_3NH_2$
- $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$
- $CH_2CH(CH_3)CH_2-NH-(CH_2)_2-NH_2$
- $(CH_2)_3-NH$ (シクロヘキシル)
- $(CH_2)_3-NHCH_3$
- $(CH_2)_3-N(CH_3)_2$
- $(CH_2)_3-NHCH_2CH_3$
- $(CH_2)_3-N(CH_2CH_3)_2$
- $(CH_2)_4-NH_2$
- $CH_2CH(CH_3)CH_2-NH_2$
- $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NHCH_3$
- $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-N(CH_3)_2$
- $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NHCH_2CH_3$
- $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-N(CH_2CH_3)_2$
- $(CH_2)_3[-NH-CH_2CH_2]_2-NH_2$

10

及びその部分的又は完全にアセチル化された形態、例えば、

- $(CH_2)_3-NH$ (アセチル)
- $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH$ (アセチル)、及び
- $(CH_2)_3-N$ (アセチル) - $(CH_2)_2-NH$ (アセチル)

20

【0036】

基Aの好ましい例は、以下の通りである。

- $(CH_2)_3NH_2$
- $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$
- $CH_2CH(CH_3)CH_2-NH-(CH_2)_2-NH_2$
- $(CH_2)_3-NHCH_3$

30

【0037】

好ましくは、Aは、以下の式のアミノ基である。

- $R^2-[NH-CH_2CH_2-]_{x'}-NH_2$ 、

式中、

x' は、0又は1であり、

R^2 は、式 $-(CH_2)_3-$ 又は $-CH_2-CH(CH_3)-CH_2-$ の基である。

【0038】

基Aの特に好ましい例は、以下の通りである。

- $(CH_2)_3NH_2$
- $(CH_2)_3-NH-(CH_2)_2-NH_2$ 及び
- $CH_2CH(CH_3)CH_2-NH-(CH_2)_2-NH_2$

40

【0039】

アミノオルガノポリシロキサン(1)のさらなる例は、アミン油のような商業的に慣習の官能化シロキサン(例として3-(2-アミノエチル)アミノプロピル官能基を有するアミン油)、及びアミノ基を含むグリコール油、フェニル油又はフェニルメチル油である。

【0040】

本発明の分散液の製造においては、1種のアミノオルガノポリシロキサン(1)又は異なる種のアミノオルガノポリシロキサン(1)を使用することができる。

【0041】

本発明の分散液を製造するのに用いられるアミノオルガノポリシロキサン(1)は、好

50

ましくは25 で1 m P a . s ~ 5 0 0 0 0 0 0 m P a . s、より好ましくは25 で5 0 m P a . s ~ 1 0 0 0 0 0 0 m P a . s、非常に好ましくは25 で1 0 0 m P a . s ~ 5 0 0 0 0 0 m P a . sの粘度を有する。

【0042】

本発明の分散液を製造するのに用いられるアミノオルガノポリシロキサン(1)は、例えば、US7,129,369B2号に記載されているように調製することができる。

【0043】

本発明の分散液は、好ましくは、本発明の予備架橋オルガノポリシロキサン、乳化剤(3)、及び水(4)を含む。

【0044】

本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンの分散液は、任意に、反応に直接関与しないさらなる物質を用いて製造することができる。

【0045】

触媒の添加又はpHの変化なしに乾燥させると、本発明の分散液は、シリコーン網目構造、好ましくは弾性シリコーン網目構造を形成する。本発明の分散液は、水の除去後に弾性膜を形成することが好ましい。

【0046】

本発明の方法において、アミノオルガノポリシロキサン(1)及び任意に(1a)と反応性エステル(2)との本発明に従う反応では、好ましくは金属含有触媒も使用されない。したがって、本発明の分散液は、好ましくは触媒を含まない。

【0047】

本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンの製造においては、アミノオルガノポリシロキサン(1)及び反応性エステル(2)が使用され、これらの成分は好ましくは室温で互いに反応する。この反応を補助するために金属を含有する追加の触媒は不要であり、したがって、好ましくは、周期表の遷移族V I I Iからの遷移金属及びその化合物、並びに周期表の主要な第I I I、第I V及び第V族からの金属及びそれらの化合物は使用されず、この定義では、元素C、S i、N、及びPは金属であるとはみなされない。

【0048】

さらに、前記反応は好ましくは中性の範囲、すなわち、約4~8のpH範囲で進行し、これは成分自体の結果として生じる。さらに、高い反応性の結果として、目標とする化学反応は不要であり、好ましくは加熱も不要である。

【0049】

本発明の分散液の製造において、架橋剤として1種のエステル(2)、又は架橋剤として異なる種のエステル(2)を使用することができる。

【0050】

使用される好ましいエステル(2)は以下の式の酒石酸塩である。



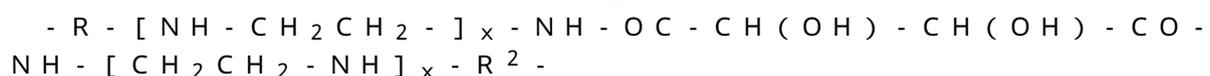
式中、R⁵は上でそれについて示された定義を有し、好ましくはC₁~4アルキル基であり、より具体的にはメチル基又はエチル基である。

【0051】

したがって、エステル(2)の好ましい例は、ジエチルL-酒石酸塩、ジエチルD-酒石酸塩及びメソジエチル酒石酸塩のようなジエチル酒石酸塩、及びジメチルL-酒石酸塩、ジメチルD-酒石酸塩及びメソジメチル酒石酸塩のようなジメチル酒石酸塩であり、特に好ましくはジエチルL-酒石酸塩のようなジエチル酒石酸塩である。

【0052】

したがって、好ましくは、Yは以下の式の基である。



式中、0又は1であり、

R²は式-(CH₂)₃-又は式-CH₂-CH(CH₃)-CH₂-の基である。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 3 】

架橋剤(2)の使用、又は直鎖、分枝又は樹脂状のアミノオルガノポリシロキサン(1)の使用に依存して、予備架橋オルガノポリシロキサンは、直鎖画分を有する分枝状若しくは高度に分枝されることさえある、又は高度に架橋された構造を有することができる。

【 0 0 5 4 】

本発明の方法において、アミノオルガノポリシロキサン及びエステルの特性及び量は、得られる分散液中でオルガノポリシロキサンが予備架橋されるように選択される。

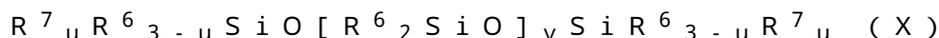
【 0 0 5 5 】

使用される好ましいアミノオルガノポリシロキサン(1)は、ペンダントアミノ基A中に平均して少なくとも1つの第1級アミノ官能基を含有し、したがって本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンを与えるものである。さらに、第1級アミノ官能基と共に末端アミノ基Aのみを含むアミノオルガノポリシロキサン(1a)を用いることもできる。アミノオルガノポリシロキサン(1a)を用いる場合には、それらはアミノオルガノポリシロキサン(1)100重量部当たり10~300重量部の量で使用されることが好ましい。

10

【 0 0 5 6 】

さらに、アミノオルガノポリシロキサン(1)及び非官能性オルガノポリシロキサン(1b)の混合物が使用される場合、本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンも得られる。ここで、非官能性オルガノポリシロキサン(1b)は、アミノ基Aを有さないオルガノポリシロキサンであり、好ましくは以下の一般式の直鎖オルガノポリシロキサンである。



20

式中、 R^6 はRの定義を有し、

R^7 は、 R^6 の定義を有するか、HO-基であり、

uは、0又は1であり、

vは、0又は1~2000の整数である。

【 0 0 5 7 】

好ましくは、 R^6 は1価の C_{1-18} 炭化水素基であり、より好ましくは C_{1-18} アルキル基である。

【 0 0 5 8 】

非官能性オルガノポリシロキサン(1b)の例は、ジアルキルポリシロキサン、好ましくはジメチルポリシロキサンである。

30

【 0 0 5 9 】

非官能性オルガノポリシロキサン(1b)が使用される場合は、それらはアミノオルガノポリシロキサン(1)100重量部当たり100~800重量部の量で使用されることが好ましい。

【 0 0 6 0 】

本明細書での架橋の程度は、アミノオルガノポリシロキサン(1)中のアミノ基Aに対する反応性エステル(2)の等価の-OR⁵に用いられる比に依存する。

【 0 0 6 1 】

アミノオルガノポリシロキサン(1)及び反応性エステル(2)から構成される本発明の分散液を製造するためには、本明細書におけるエステル(2)は、アミノオルガノポリシロキサン(1)中のアミノ基A相当量当たり、0.6~1.0当量の-OR⁵、より好ましくは0.65~2当量の-OR⁵、非常に好ましくは0.7~1.5当量の-OR⁵の量で使用されることが好ましく、ここでA及びR⁵は上でこれらに示された定義を有する。

40

【 0 0 6 2 】

本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンの分散液は、アミノオルガノポリシロキサン(1)をエステル(2)、乳化剤(3)及び水(4)と互いに十分に混合することによって製造される。製造は、バッチ式で行われることもあれば、連続的に行われることもある。

【 0 0 6 3 】

本発明の分散液を製造するために使用される成分を混合する方法は特に重要ではなく、種々の順序で実施し得る。例えば、成分(1)と成分(2)を互いに予め混合した後、乳

50

化剤（単数又は複数）を添加し、その後水（４）を組み込むことができる。もう一つの可能性は、乳化装置に順序正しく成分（１）～（４）を計量供給することである。特殊な場合には、例えば、使用されるアミノオルガノポリシロキサン（１）及び任意の（１a）非官能性オルガノポリシロキサン（１b）の粘度又は反応性を理由として、エステル（２）をアミノオルガノポリシロキサンと混合し、その後、異なるアミノオルガノポリシロキサン又は非官能性オルガノポリシロキサンを取り込むことが有利であり得、又は成分の処理のためのより好ましいレオロジー特性がどのように生じるかに依存して、その逆が有利であり得る。

【 0 0 6 4 】

さらに、アミノオルガノポリシロキサン（１）の完成したエマルジョンに架橋剤としてエステル（２）を導入することにより、エマルジョン中のアミノオルガノポリシロキサンの所望の反応及び架橋を達成することもできる。VOCを含まない生成物（これらは揮発性有機化合物を含まない生成物である）を得るために、副生成物アルコールのR⁵OH（ここで、R⁵は、上でそれについて示された定義を有する）は、蒸留、膜技術又は他の分離技術などの適切な既知の手段によって完全に又は部分的に除去され得る。

【 0 0 6 5 】

本発明の分散液の製造において、水（４）は、いずれの場合も、分散液の全ての成分の総重量に基づいて、好ましくは１～９９重量％、より好ましくは２５～９５重量％の量で使用される。

【 0 0 6 6 】

本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液は、水中油系として使用される。

【 0 0 6 7 】

予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を製造するための乳化剤（３）として、それを用いて水性分散液、より具体的にはオルガノポリシロキサンの水性エマルジョンを現在までに製造することも可能であった現在までに知られている全てのアニオン性、非イオン性、カチオン性又は両性乳化剤を、個々に、及び異なる乳化剤の混合物として使用することができる。

【 0 0 6 8 】

アニオン性乳化剤の例は以下の通りである。

【 0 0 6 9 】

１．アルキル硫酸塩、特に、炭素原子８～１８個の鎖長を有するアルキル硫酸塩、疎水性基中に８～１８個の炭素原子を有し、１～４０個のエチレンオキシド（EO）及び／又はプロピレンオキシド（PO）単位を有するアルキル及びアルカリルエーテル硫酸塩。

【 0 0 7 0 】

２．スルホン酸塩、特に、８～１８個の炭素原子を有するアルキルスルホン酸塩、８～１８個の炭素原子を有するアルキルアールスルホン酸塩、タウライド、スルホコハク酸と一価アルコール又は４～１５個の炭素原子を有するアルキルフェノールとのエステル及びモノエステル、これらのアルコール又はアルキルフェノールは、１～４０個のEO単位により任意にエトキシ化されていてもよい。

【 0 0 7 1 】

３．アルキル基、アール基、アルカリル基、又はアラルキル基中に８～２０個の炭素原子を有するカルボン酸のアルカリ金属塩及びアンモニウム塩。

【 0 0 7 2 】

４．リン酸の部分エステル、並びに該エステルのアルカリ金属塩及びアンモニウム塩、特に、有機基中に８～２０個の炭素原子を有するアルキル及びアルカリルリン酸塩、アルキル又はアルカリル基中に８～２０個の炭素原子を有し、１～４０個のEO単位を有する、アルキルエーテルリン酸塩及びアルカリルエーテルリン酸塩。

【 0 0 7 3 】

非イオン性乳化剤の例は以下の通りである。

【 0 0 7 4 】

5. 5 ~ 50%、好ましくは8 ~ 20%のビニルアセテート単位をさらに含み、500 ~ 3000の重合度を有するポリビニルアルコール。

【0075】

6. アルキルポリグリコールエーテル、好ましくは、3 ~ 40個のEO単位及び炭素数8 ~ 20のアルキル基を有するアルキルポリグリコールエーテル。

【0076】

7. アルキルアリーールポリグリコールエーテル、好ましくは5 ~ 40個のEO単位、及びアルキル及びアリーール基中に8 ~ 20個の炭素原子を有するアルキルアリーールポリグリコールエーテル。

【0077】

8. エチレンオキシド/プロピレンオキシド(EO/PO)ブロックコポリマー、好ましくは8 ~ 40個のEO/PO単位を有するブロックコポリマー。

【0078】

9. 炭素数8 ~ 22のアルキル基を有するアルキルアミンと、エチレンオキシド又はプロピレンオキシドとの付加化合物。

【0079】

10. 6 ~ 24個の炭素原子を有する脂肪酸。

【0080】

11. 一般式 $R'' - O - Z_0$ のアルキルポリグリコシド(式中、 R'' は、平均して8 ~ 24個の炭素原子を有する直鎖又は分岐の飽和又は不飽和アルキル基であり、 Z_0 は平均 $n = 1 \sim 10$ のヘキソース又はペントース単位を含むオリゴグリコシド基又はそれらの混合物である)。

【0081】

12. 天然物質及びその誘導体、例えば、レシチン、ラノリン、サポニン、セルロース、並びに、そのアルキル基のそれぞれが最大4個の炭素原子を有するセルロースアルキルエーテル及びカルボキシアルキルセルロース。

【0082】

13. 特に、元素O、N、C、S、P及び/又はSiを含む極性基含有直鎖オルガノ(ポリ)シロキサン、より具体的には最大24個の炭素原子、及び/又は最大40個のEO及び/又はPO基を備えるアルコキシ基を有するこれらのシロキサン。

【0083】

カチオン性乳化剤の例は以下の通りである。

【0084】

14. 8 ~ 24個の炭素原子を有する一級脂肪族アミン、二級脂肪族アミン、及び三級脂肪族アミンと、酢酸、スルホン酸、塩酸、及びリン酸との塩。

【0085】

15. 四級アルキルアンモニウム、及びアルキルベンゼンアンモニウム塩、特に、そのアルキル基が6 ~ 24個の炭素原子を有するものであって、より具体的にはハロゲン化物、硫酸塩、リン酸塩、及び酢酸塩。

【0086】

16. アルキルピリジニウム塩、アルキルイミダゾリニウム塩、及びアルキルオキサゾリニウム塩、より具体的にはそのアルキル鎖が最大18個の炭素原子を有するものであって、特にハロゲン化物、硫酸塩、リン酸塩及び酢酸塩。

【0087】

特に適切な両性乳化剤は以下の通りである。

【0088】

17. N-アルキル-ジ(アミノエチル)グリシン又はN-アルキル-2-アミノプロピオン酸塩のような長鎖置換を有するアミノ酸。

【0089】

18. $C_8 \sim C_{18}$ アシル基を有するN-(3-アシルアミドプロピル)-N,N-ジメ

10

20

30

40

50

チルアンモニウム塩、及びアルキルイミダゾリウムベタインなどのベタイン、又はN、N-ジメチルグリシンの四級アルキル誘導体又は置換アルキル誘導体。

【0090】

水性分散液用の予備架橋されたオルガノポリシロキサンを製造するための好ましい乳化剤は、非イオン性乳化剤であり、より具体的には上記6. に挙げたアルキルポリグリコールエーテルである。

【0091】

構成成分(3)は、上記の乳化剤の1種、又は上記の乳化剤の2種以上の混合物からなることができ、それは純粋な形態で、又は水若しくは有機溶媒中の1種以上の乳化剤の溶液の形態で使用することができる。

【0092】

本発明の分散液の製造において、乳化剤(3)は、いずれの場合も、アミノオルガノポリシロキサン(1)及びエステル(2)の総重量に基づいて、好ましくは0.1~60重量%、より好ましくは0.5~30重量%の量で使用される。

【0093】

アミノオルガノポリシロキサン(1)若しくはエステル(2)、又はそれ自身が生成された予備架橋オルガノポリシロキサンが乳化剤として作用する場合、別の乳化剤(3)を加える必要はない。

【0094】

分散液を製造するための乳化手順は、好ましくは120 未満、より好ましくは5~100、非常に好ましくは10~80 の温度で実施される。温度の上昇は、乳化操作に必要な機械的剪断エネルギーの導入によることが好ましい。化学的操作を加速するために温度を上げる必要はない。また、分散液は、周囲の雰囲気の下で製造されることが好ましいが、より高い圧力又はより低い圧力でも実施され得る。

【0095】

分散液の製造におけるアミノオルガノポリシロキサン(1)とエステル(2)との反応は、好ましくは数分~数日で進行する。

【0096】

分散液の製造において縮合副産物として得られたアルコールは、生成物中に残留してもよいし、又は減圧蒸留、膜技術、又は、例えば、抽出によって除去されてもよい。

【0097】

本発明の分散液中の光散乱によって測定される平均粒径は、好ましくは0.001~50 μmの範囲にあり、より好ましくは0.005~20 μmであり、非常に好ましくは0.01~10 μmの範囲にある。

【0098】

pH値は、1~14、好ましくは3~9、より好ましくは4~8で変動し得る。

【0099】

本発明の主題は、本発明による、予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液、好ましくは水性エマルジョンを含む化粧品組成物である。

【0100】

本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.2~65重量%、より好ましくは0.5~50重量%の量の予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を含む。

【0101】

本発明の化粧品組成物は、化粧品に許容される媒体として水を含むことが好ましい。

【0102】

本発明の化粧品組成物は、好ましくは、コンディショニング剤を含む。コンディショニング剤という用語は、K. Krummel、Stephane Chiron、J. Jachowicz、14章、「The Chemistry and Manufacture of Cosmetics」、II巻、Formulating、3版、Mitche

10

20

30

40

50

11 L. Schlossmann, 2000, pp. 359 - 396に類似して、毛髪の表面を修飾し、毛の状態に影響を及ぼす化粧品成分を指すために使用される。コンディショニング剤を含む化粧品組成物は、毛髪の柔らかさ、解きほぐしやすさのより容易さ、湿った状態及び乾燥した状態で髪をとかす際の力の減少、毛髪の手入れ、静電帯電の防止、毛髪を通して及び毛髪表面に沿ったより容易な滑り効果、毛髪の光沢の改善、毛髪の耐変色性の保持、毛髪の切断の減少、毛髪の形状の保持、及び健康な地毛と関連するさらなる美容的特性を変更又は改善するために使用される。

【0103】

本発明の化粧品組成物は、上述の効果の1つ以上、特に 通り及びシリコンの毛髪への沈着を改善する。

10

【0104】

コンディショニング剤の例及びそのINCI名は、パーソナルケア製品協議会（編）の「International Cosmetic Ingredient Dictionary & Handbook」に記載されている。

【0105】

参考までに、2010年のワールドワイドウェブベースの「wINCI Web Based International Cosmetic Ingredient Dictionary & Handbook (<http://online.personalcarecouncil.org/jsp/Home.jsp>)又はInternational Cosmetic Ingredient Dictionary & Handbook、13版、パーソナルケア製品協議会（旧：化粧品・トイレタリー・香料協会（CTFA））」を使用することができる。

20

【0106】

使用されるコンディショニング剤は、以下の群から選択されるものが好ましい。

カチオン性ポリマー、
カチオン性界面活性剤、
非高分子第四級アンモニウム化合物、
式(I)の構造単位を含む予備架橋オルガノポリシロキサンとは異なるオルガノポリシロキサン及びオルガノポリシロキサンコポリマー、
脂肪酸エステル及び脂肪酸アルコール、
天然又は合成油及びワックス、及び
パンテノール、脂質、タンパク質及び加水分解タンパク質、並びに
これらの混合物

30

【0107】

コンディショニング剤の好ましい例は、カチオン性ポリマーである。これらはカチオン性基をペンダント状又は末端に有する、又はイオン化によってカチオン性基に変換され得る基をペンダント状又は末端に有するポリマーを意味すると理解される。

【0108】

第四級アンモニウム基を有するカチオン性ポリマーを用いることが好ましい。

【0109】

好ましく使用されるカチオン性ポリマーの例は、ポリクォータニウムという名称の下でInternational Cosmetic Ingredient Dictionary & Handbookに公表されており、各ポリマーは、例えば、ポリクォータリウム-1のような個々の数値略号によって識別される。

40

【0110】

カチオン性ポリマーのさらなる例は、修飾された多糖の第四級アンモニウム基含有誘導体、例えば、INCI名カシミアヒドロキシプロピルトリモニウムクロライド、修飾されたセルロース及びノ又はデンプンの誘導体、例えば、INCI名グアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロライドを有するプロピレングリコールエーテル変性クラスタマメ（グアー）ガム、又はヒドロキシエチルセルロースとトリメチルアンモニウム置換エポキシド

50

との反応生成物の高分子第四級アンモニウム塩、例えば、セルロース、2-ヒドロキシエチル2-(2-ヒドロキシ-3-(トリメチルアンモニウム)プロポキシ)エチル2-ヒドロキシ-3-(トリメチルアンモニウム)プロピルエーテルクロライド、例えば、セルロース、2-ヒドロキシエチル2-ヒドロキシ-3-(トリメチルアンモニウム)プロピルエーテル、クロライド、例えば、セルロース、2-ヒドロキシエチル2,3-ヒドロキシ-3-(トリメチルアンモニウム)プロピルエーテルクロライド、例えば、セルロース、2-[2-ヒドロキシ-3-(トリメチルアンモニウム)プロポキシ]エチルエーテル、クロライド、例えば、INCI名ポリクォータニウム-10を有するセルロース、2-[2-ヒドロキシ-3-トリメチルアンモニウム)プロポキシ]エチルエーテルクロライドである。

10

【0111】

カチオン性ポリマーのさらなる例は、第四級アンモニウム基含有アクリル酸ポリマー誘導体、アクリル酸コポリマー誘導体、メタクリル酸誘導体及びメタクリル酸コポリマー誘導体であり、例は、INCI名ポリクォータニウム-37を有するポリマーである。

【0112】

カチオン性ポリマーのさらなる例としては、ジメチルジアリルアンモニウムクロライドとアクリル酸の第四級アンモニウム基含有コポリマーであり、例はINCI名ポリクォータニウム-22を有するポリマーである。

【0113】

カチオン性ポリマーのさらなる例は、ビニルピロリドン、ビニルイミダゾール及びビニルイミダゾリン、並びにメタクリル酸の誘導体の第四級アンモニウム基含有コポリマーであり、例はINCI名ポリクォータニウム-86を有するポリマーである。

20

【0114】

カチオン性ポリマーのさらなる例は、アクリルアミド及びジメチルジアリルアンモニウムクロライドの第四級アンモニウム基含有ポリマーであり、例はINCI名ポリクォータニウム-7を有するポリマーである。

【0115】

カチオン性ポリマーのさらなる例は、硫酸ジエチルとビニルピロリドン及びジメチルアミノエチルメタクリレートとの反応生成物の第四級アンモニウム基含有コポリマーであり、例はINCI名ポリクォータニウム-11を有するポリマーである。

30

【0116】

カチオン性ポリマーが使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づき、好ましくは0.01~5重量%、より好ましくは0.05~4重量%、特に好ましくは0.10~3重量%の量のカチオン性ポリマーを含む。

【0117】

コンディショニング剤のさらなる好ましい例は、カチオン性界面活性剤である。好ましく使用されるカチオン性界面活性剤の例は、カチオン性乳化剤の例の下の14.~16.節に列挙された材料に対応する。

【0118】

例は、セチルトリメチルアンモニウム塩又はベヘニルトリメチルアンモニウム塩である。存在するアニオン性対イオンは、例えば、塩化物、臭化物、メト硫酸塩であることができる。好ましく使用されるカチオン性界面活性剤のINCI名は、例えば、セトリモニウムクロライド、セトリモニウムメトサルフェート、ベヘントリモニウムクロライド、ベヘントリモニウムメトサルフェート、ステアルトリモニウムブロマイドである。

40

【0119】

カチオン性界面活性剤が使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.1~7重量%、より好ましくは0.15~6重量%、特に好ましくは0.2~5重量%の量のカチオン性界面活性剤を含む。

【0120】

コンディショニング剤のさらなる例は、非高分子第四級アンモニウム化合物である。こ

50

の用語は、カチオン型で存在するか、又はイオン化によってカチオン基に変換され得る非高分子アンモニウム化合物を指す。

【0121】

好ましく使用される非高分子第四級アンモニウム化合物の例は、INCI名ジステアリルジモニウムクロライドを有するジメチルジオクタデシルアンモニウムクロライド、INCI名ステアラミドプロピルジメチルアミンを有するN-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]オクタデカンアミド、又はINCI名ジココイルエチルヒドロキシエチルモニウムメトサルフェート又はクォータニウム-87を有する化合物である。

【0122】

コンディショニング剤のさらに好ましい例は、水性分散液中に存在する式(I)の構造単位を有する予備架橋オルガノポリシロキサンとは異なるオルガノポリシロキサン及びオルガノポリシロキサンコポリマーである。オルガノポリシロキサンは、油、ワックス、ガム、若しくは樹脂の形態で、又はエマルションの形態で存在することができる。

10

【0123】

式(I)の構造単位を有する予備架橋オルガノポリシロキサンとは異なるこのようなオルガノポリシロキサンの例は以下の通りである。

【0124】

式 $[R^*_2SiO]_x$ の環状オルガノポリシロキサン(式中、 x は4~8の整数である。)、

以下の一般式の直鎖状オルガノポリシロキサン

$R^*_3SiO[R^*_2SiO]_ySiR^*_3$ 又は

$HOSiR^*_2O[R^*_2SiO]_ySiR^*_2OH$ 、

(式中、 y は0又は1~2000の整数である。)、及び

一般式 $R^*_tSiO(4-t)/2$ の樹脂状オルガノポリシロキサン

(式中、 R^* の定義は、いずれの場合も、上でこれらに示された R 、 R^1 又は A 、好ましくは R 及び R^1 の定義を有し、

t は、0、1、2又は3であり、

そのため、オルガノポリシロキサン樹脂は、M単位、D単位、T単位及び/又はQ単位で構成され、主として又は専らD単位及びT単位の組合せと、主として又は専らM単位及びQ単位の組合せの両方が好ましく、D単位及びT単位で主として又は専ら構成される樹脂の場合、T単位は $T/[M+D+T+Q]$ のモル比0.45~1、より好ましくは0.55~1.0で存在し、両場合のM単位及びQ単位の数は0であることが好ましく、M単位及びQ単位で主として又は専ら構成されるオルガノポリシロキサン樹脂の場合、Q単位は $Q/[M+D+T+Q]$ のモル比0.25~0.9、より好ましくは0.35~0.7で存在することが好ましく、両場合のD単位及びT単位の数はゼロであることが好ましい。

20

30

【0125】

油の形態で存在するオルガノポリシロキサンの例は、粘度0.65~2000000 mPas(25)及びINCIの名称ジシロキサン及びジメチコンを有するポリジメチルシロキサンである。

【0126】

油又はワックスの形態で存在するオルガノポリシロキサンのさらなる例は官能化オルガノポリシロキサン(例は少なくとも1つのアルキル基がメチルとは異なるポリアルキシロキサンであり、例はINCI名ステアリルジメチコン、セチルジメチコン又はC26~28アルキルジメチコンを有するオルガノポリシロキサンである。)又は、例えば、ポリアリーールシロキサン若しくはポリアリーールアルキルシロキサン(例はINCI名フェニルトリメチコン、トリメチルシロキシフェニルジメチコン又はジメチルフェニルジメチコンを有するオルガノポリシロキサンである。)又は、例えば、アミノプロピル、アミノプロピル-アミノエチル、アミノプロピル-アミノイソブチル基のような有機官能基を有するオルガノポリシロキサン(例はアモジメチコンを有するオルガノポリシロキサン)又は、例えば、ポリエチレングリコール基又はポリアルキレングリコール基を有するオルガノポリ

40

50

シロキサン（例はINCI名PEG-12ジメチコン、PEG/PPG-25, 25-ジメチコン又はセチルPEG/PPG-15/15ブチルエーテルジメチコンを有するオルガノポリシロキサンである。）である。

【0127】

オルガノポリシロキサンのさらなる例は、INCI名トリメチルシロキシシリケート又はポリメチルシルセスキオキサンを有するシリコーン樹脂である。

【0128】

このようなオルガノポリシロキサン又はオルガノポリシロキサンコポリマーが使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.1~40重量%、より好ましくは0.2~30重量%、特に好ましくは0.3~20重量%の量で、水性分散液中に存在する式(I)の構造単位を有する予備架橋オルガノポリシロキサンとは異なるオルガノポリシロキサン及びオルガノポリシロキサンコポリマーを含む。

10

【0129】

コンディショニング剤のさらなる好ましい例は、脂肪酸エステル及び脂肪酸アルコールである。

【0130】

脂肪酸アルコールの例は、INCI名ステアリルアルコールを有する脂肪アルコール1-オクタデカノール、INCI名セチルアルコールを有する1-ヘキサデカノール、又はINCI名セテアリルアルコール、ミリスチルアルコール、カプリルアルコール、ラウリルアルコール、デシルアルコール及びオレイルアルコールを有する脂肪アルコールなどのC8~C28炭素鎖を有するアルコールである。

20

【0131】

コンディショニング特性に加えて、脂肪酸アルコールはまた、化粧品組成物において構造化、増粘効果を果たす。

【0132】

脂肪酸エステルのさらなる例は、INCI名パルミチン酸、オレイン酸、リノール酸、リノール酸、カプリル酸、ミリスチン酸、ステアリン酸を有する脂肪酸のエステルであり、例はINCI名パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸エチルヘキシル、ミリスチン酸イソプロピル、ステアリン酸イソプロピルを有する脂肪酸エステルである。

30

【0133】

脂肪酸エステル及び脂肪酸アルコールが使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.1~15重量%、より好ましくは0.3~12重量%、特に好ましくは0.5~10重量%の量の脂肪酸エステル及び脂肪酸アルコールを含む。

【0134】

コンディショニング剤のさらなる好ましい例は、天然又は合成油及びワックスである。

【0135】

好ましい油及びワックスの例は、直鎖又は分枝の、飽和又は不飽和のC4~C60炭素鎖を有する炭化水素であり、例えば、INCI名イソドデカン、水和ポリイソブチレン、水和ポリデセン、パラフィン及びイソパラフィンを有する油及びワックスである。

40

【0136】

好ましい油及びワックスのさらなる例は、カルナウバワックス、蜜蝋、羊毛脂、マイクロクリスタリンワックス、ホホバ油、米油、カレンジュラ油、ヒマワリ油、大豆油、ヤシ油、オリーブ油及びアーモンド油である。

【0137】

天然又は合成の油及びワックスが使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.1~10重量%、より好ましくは0.2~7重量%、特に好ましくは0.3~5重量%の量の油及びワックスを含む。

【0138】

50

コンディショニング剤のさらなる好ましい例は、パンテノール、セラミドなどの脂質、加水分解コラーゲン、加水分解コムギタンパク質及び加水分解シルクなどのタンパク質及び加水分解タンパク質である。

【0139】

化粧品組成物は、任意に、例えば、界面活性剤、増粘剤、ゲル化剤、フィルム形成剤、保湿剤、UVフィルター、パール光沢顔料、ビタミン、酸化防止剤、カフェイン、活性ふけ防止剤成分又は防腐剤などの、化粧品に慣用の添加剤をさらに含む。

【0140】

化粧品学で慣用のさらなる添加剤の例及びそのINCI名は、パーソナルケア製品協議会の「International Cosmetic Ingredient Dictionary & Handbook」に記載されている。

10

【0141】

化粧品組成物は、任意に界面活性剤などの化粧品に慣用の添加剤をさらに含む。

【0142】

化粧品学で慣用の界面活性剤の例は、K. Schrader, A. Domsch, Cosmetology - Theory and Practice, II巻, II-8 ~ II-22頁, Verlag fuer chemische Industrie, 2005、及び乳化剤の例の下の1. ~ 18. 節にも記載されている。

【0143】

好ましく使用されるアニオン性界面活性剤の例は、アニオン性乳化剤の例の下の1. ~ 3. 節に挙げた材料に相当する。

20

【0144】

好ましく使用されるアニオン性界面活性剤のINCI名は、例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウレス硫酸アンモニウム、ラウレス硫酸ナトリウム、2-スルホラウリン酸二ナトリウム、ラウリルスルホコハク酸二ナトリウム又はラウレス-スルホコハク酸二ナトリウムである。

【0145】

アニオン性界面活性剤が使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは1 ~ 30重量%、より好ましくは5 ~ 25重量%、特に好ましくは7 ~ 20重量%の量のアニオン性界面活性剤を含む。

30

【0146】

好ましく使用される非イオン性界面活性剤の例は、非イオン性乳化剤の例の5. ~ 13. 節に挙げた材料に相当する。

【0147】

好ましく使用される非イオン性界面活性剤のINCI名は、例えば、ココグルコシド、ラウリルグルコシド、デシルグルコシド、PEG-40水素化ヒマシ油、ポリソルベート80又はPEG-7グリセリルココエートである。

【0148】

非イオン性界面活性剤が使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは1 ~ 15重量%、より好ましくは2 ~ 12重量%、特に好ましくは3 ~ 10重量%の量の非イオン性界面活性剤を含む。

40

【0149】

好ましく使用される両性界面活性剤の例は、非イオン性乳化剤の例の下の17. ~ 18. 節に列挙された材料に相当する。さらに好ましい例は、アルキルアミドベタイン、アンホ酢酸アルキル及びアンホプロピオン酸アルキルの種類からの化合物である。好ましく使用される非イオン性界面活性剤のINCI名は、例えば、ココミドプロピルベタイン、セチルベタイン、ココミドMEA、ココミドDEA、ココミドMIPA、ココアンホ酢酸ナトリウム及びココアンホプロピオン酸ナトリウムである。

【0150】

両性界面活性剤が使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品

50

組成物の総重量に基づいて、好ましくは1～15重量%、より好ましくは2～12重量%、特に好ましくは3～10重量%の量の両性界面活性剤を含む。

【0151】

化粧品組成物は、任意に増粘剤などのさらなる化粧品慣用添加剤を含む。

【0152】

好ましく使用される増粘剤の例は、デンプン、セルロース、アラビアガム及びグアーガムなどの修飾多糖であり、例はINCI名セルロースガム、グアーガム、キサンタンガム又はカシアガムを有するポリマーである。

【0153】

増粘剤のさらなる例は、疎水性に修飾された非イオン性セルロース誘導体であり、例はINCI名ヒドロキシエチルセルロースを有するセルロース誘導体である。

10

【0154】

増粘剤のさらなる例は、架橋アクリル酸及びメタクリル酸ポリマー並びに架橋アクリル酸及びメタクリル酸ポリマーの誘導体であり、例はINCI名カルボマーを有するポリマーである。

【0155】

増粘剤のさらなる例は、界面活性剤との併用で増粘効果を達成する薬剤である。例としては、脂肪酸のモノグリセリド、エトキシ化脂肪酸のモノ/ジグリセリド、及びエトキシ化脂肪アルコールが挙げられる。界面活性剤との併用で増粘効果を達成する、好ましく使用される増粘剤のINCI名は、PEG-120メチルグルコースジオレート、PEG-150ジステアレート、ミリスチルグリコール、PEG-200グリセリルパルミテート、ラウレス-4又はPEG-200グリセリルパルミテートである。

20

【0156】

増粘剤のさらなる例は塩であり、例はINCI名塩化ナトリウムを有する塩である。

【0157】

増粘剤が使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.1～10重量%の量の増粘剤を含む。

【0158】

化粧品組成物は、任意にフィルム形成剤などのさらなる化粧品慣用添加剤を含む。

【0159】

フィルム形成剤の好ましい例はポリマーである。

30

【0160】

好ましく使用されるフィルム形成ポリマーの例は、パーソナルケア製品協議会の「International Cosmetic Ingredient Dictionary & Handbook」に記載されている。

【0161】

好ましいフィルム形成ポリマーの例は、アクリル酸ポリマー誘導体、アクリル酸コポリマー誘導体、メタクリル酸誘導体及びメタクリル酸コポリマー誘導体である。

【0162】

好ましいアニオン性ポリマーの例は、酢酸ビニルと1種以上のアクリル酸モノマー、メタクリル酸モノマー及びそれらのエステルとのコポリマーであり、例はINCI名アクリレート/VAコポリマーを有するポリマーである。

40

【0163】

好ましいフィルム形成ポリマーのさらなる例は、ビニルピロリドンと1種以上のアクリル酸モノマー、メタクリル酸モノマー及びそれらのエステルとのコポリマーであり、例はINCI名アクリレート/VPコポリマーを有するポリマーである。

【0164】

好ましいフィルム形成ポリマーのさらなる例は、tert-ブチルアクリルアミドと1種以上のアクリル酸モノマー、メタクリル酸モノマー及びそれらのエステルとのコポリマーであり、例はINCI名アクリレート/t-ブチルアクリルアミドコポリマーを有する

50

ポリマーである。

【0165】

好ましいフィルム形成ポリマーのさらなる例は、酢酸ビニル、クロトン酸及びネオデカン酸ビニルモノマーのコポリマーであり、例はINCI名VA/クロトン酸/ネオデカン酸ビニルコポリマーを有するポリマーである。

【0166】

好ましいフィルム形成ポリマーのさらなる例は、酢酸ビニル、クロトン酸及びネオデカン酸ビニルモノマー及びビニルシリコンのコポリマーであり、例はINCI名クロトン酸/ビニルC8~C12イソアルキルエステル/VA/ビス-ビニルジメチコンコポリマーを有するポリマーである。

【0167】

フィルム形成ポリマーが使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.1~15重量%、より好ましくは0.2~10重量%、特に好ましくは0.3~7重量%の量のフィルム形成ポリマーを含む。

【0168】

化粧品組成物は、任意に保湿剤などのさらなる化粧品慣用添加剤を含む。

【0169】

好ましく使用される保湿剤の例は、グリセロール、ソルビトール、キシリトール、ポリエチレングリコール、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール又はポリプロピレングリコールである。

【0170】

保湿剤が使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.1~10重量%、より好ましくは0.2~8重量%、特に好ましくは0.3~6重量%の量の保湿剤を含む。

【0171】

化粧品組成物は、任意に、パール化剤などのさらなる化粧品慣用添加剤を含む。

【0172】

好ましく使用されるパール化剤の例は、パール光沢顔料又はジステアリン酸グリコールである。

【0173】

パール光沢付与剤が使用される場合、本発明の化粧品組成物は、いずれの場合も、化粧品組成物の総重量に基づいて、好ましくは0.1~7重量%、より好ましくは0.2~6重量%、特に好ましくは0.3~5重量%の量のパール光沢付与剤を含む。

【0174】

化粧品組成物は、好ましくは、本発明による予備架橋オルガノポリシロキサン少なくとも1つの水性分散液を、化粧品上許容される媒体、好ましくは水中で、任意に少なくとも1種のコンディショニング剤及び任意にさらなる化粧品慣用添加剤と混合することによって製造される。

【0175】

個々の成分は、高温/高温、高温/低温又は低温/低温工程で互いに混合することができる。

【0176】

本発明の化粧品組成物の製造において、本発明による予備架橋オルガノポリシロキサンの分散液は、好ましくは最高50の温度で、より好ましくは最高40の温度で、非常に好ましくは最高35の温度で添加される。これらは好ましくは少なくとも5の温度、より好ましくは少なくとも10の温度で添加される。

【0177】

本発明の化粧品組成物は、エマルション、懸濁液、溶液、クリーム、ローション、ムース、スティック、棒状石鹸、ペースト、又はゲルの形態で存在することができる。

【0178】

10

20

30

40

50

エマルションの形態の本発明の化粧品組成物は、W/Oエマルション（油中水型エマルション）、O/Wエマルション（水中油型エマルション）の形態で、又は多重エマルションとして存在することができる。

【0179】

目的が、半透明又は透明な外観を有するエマルションの形態の、本発明による予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を含む化粧品組成物を製造する場合、粒径<700nmを有する、より好ましくは粒径<400nmを有する、特に好ましくは粒径<300nmを有する本発明による予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を用いることが好ましい。

【0180】

本発明のさらなる主題は、毛髪などのケラチン繊維を処理するための本発明の化粧品組成物の使用である。この化粧品組成物は、毛髪などのケラチン繊維のクレンジング及び手入れに好ましく使用される。

【0181】

毛髪のクレンジング及び手入れのための製品の例は、ヘアシャンプー、ヘアリンス（リンス-オフコンディショナー）、ヘアトリートメント、ヘアマスク、ヘア美容液、ヘアムース、ヘアスタイリングスプレー、ヘアクリーム、ヘアゲル、ヘアオイル、ヘアエンドフルイド、ヘアカラーである。

【0182】

本発明のさらなる主題は、より具体的には、通りを容易にする目的で、毛髪などのケラチン繊維を調整するための本発明の化粧品組成物の使用である。

【0183】

本発明のさらなる主題は、ケラチン繊維、好ましくは毛髪に本発明の化粧品組成物を塗布し、次いで任意に水ですすぐことによって、ケラチン繊維、好ましくは毛髪を処理するための方法である。

【実施例】

【0184】

以下に記載する実施例では、特に明記しない限り、部及びパーセントの全データは重量に基づく。さらに、全ての粘度データは25の温度に基づく。以下の実施例は、別に規定する場合を除き、周囲の雰囲気圧力、換言すれば約1020hPa、及び室温、換言すれば約20で又は追加の加熱又は冷却を行わずに反応物を室温で組み合わせたときに生じる温度で実施する。

【0185】

<アミノシリコーン油エマルションE1~E7の製造>

<アミノシリコーン油エマルションE1の製造>

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunke l / IKA 社製) を用いて、4000rpmで、商標Lutensol TO 10 (BASF社製) で市販されているイソトリデシルデカエトキシレート80%水溶液4.9g及び完全脱塩水1.4gを予備混合する。3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.13及び粘度4000mm²/秒(25)を有するヒドロキシノメトキシ末端コポリマー34.8gを4000rpmで剪断しながら3回に分けて添加し、予備エマルションとして比較的安定した固めの相を形成する。このエマルションを完全脱塩水57.8gで穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルションを形成し、80%酢酸0.20g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。本製品は粘度が低く、固形分40%及びpH5の滑らかな白色のシリコーン油エマルションである。粒径分布は単峰性で、D50は110nmである。このエマルションは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

【0186】

<アミノシリコーン油エマルションE2の製造>

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunke l / IKA

10

20

30

40

50

社製)を用いて、4000rpmで、商標Lutensol TO 10(BASF社製)で市販されているイソトリデシルデカエトキシレート 80% 水溶液5.5g及び完全脱塩水5.5gを予備混合する。3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.25及び粘度 $4000\text{mm}^2/\text{秒}$ (25)を有するヒドロキシノメトキシ末端コポリマー34.8gを4000rpmで剪断しながら3回に分けて添加し、予備エマルジョンとして比較的安定した固めの相を形成する。このエマルジョンを完全脱塩水53.0gで穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルジョンを形成し、 80% 酢酸0.25g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。本製品は粘度が低く、固形分 40% 及びpH6.5の滑らかな白色のシリコーン油エマルジョンである。粒径分布は二峰性で、D50は110nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

10

【0187】

<アミノシリコーン油エマルジョンE3の製造>

Ultra-Turrax T 50乳化装置(Janke & Kunkel/IKA社製)を用いて、4000rpmで、商標Lutensol TO 5(BASF社製)で市販されているイソトリデシルペンタエトキシレート1.5g、商標Lutensol TO 8で市販されているイソトリデシルオクタエトキシレート3.0g、及び完全脱塩水5.0gの混合物を予備混合する。3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.6及び粘度 $1000\text{mm}^2/\text{秒}$ (25)を有するトリメチルシリル末端コポリマー26.1gを4000rpmで剪断しながら3回に分けて添加し、予備エマルジョンとして比較的安定した固めの相を形成する。このエマルジョンを完全脱塩水62.7gで穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルジョンを形成し、 80% 酢酸0.75g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。

20

【0188】

本製品は粘度が低く、固形分 31.5% 及びpH6.5の滑らかな、部分的に透明の青色シリコーン油エマルジョンである。

【0189】

粒径分布は単峰性で、D50は56nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

30

【0190】

<アミノシリコーン油エマルジョンE4の製造>

Ultra-Turrax T 50乳化装置(Janke & Kunkel/IKA社製)を用いて、4000rpmで、商標Lutensol TO 10(BASF社製)で市販されているイソトリデシルデカエトキシレート 80% 水溶液5.5g及び完全脱塩水5.5gを予備混合する。3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.13及び粘度 $4000\text{mm}^2/\text{秒}$ (25)を有するヒドロキシノメトキシ末端コポリマー12.6g及び粘度 $6000\text{mm}^2/\text{秒}$ (25)のトリメチルシリル末端ポリジメチルシロキサン22.2gの混合物を4000rpmで剪断しながら3回に分けて添加し、予備エマルジョンとして比較的安定した固めの相を形成する。このエマルジョンを完全脱塩水53.2gで穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルジョンを形成し、 80% 酢酸0.08g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。

40

【0191】

本製品は粘度が低く、固形分 40% 及びpH5の滑らかな白色のシリコーン油エマルジョンである。粒径分布は二峰性で、D50は219nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

【0192】

<アミノシリコーン油エマルジョンE5の製造>

Ultra-Turrax T 50乳化装置(Janke & Kunkel/IKA

50

社製)を用いて、4000rpmで、商標Lutensol TO 10(BASF社製)で市販されているイソトリデシルデカエトキシレートの80%水溶液5.5g及び完全脱塩水5.5gを予備混合する。3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.6及び粘度2100mm²/秒(25)を有するトリメチルシリル末端コポリマー10.2g及び粘度60000mm²/秒(25)のトリメチルシリル末端ポリジメチルシロキサン24.6gの混合物を6000rpmで剪断しながら3回に分けて添加し、予備エマルジョンとして比較的安定した固めの相を形成する。このエマルジョンを完全脱塩水53.0gで穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルジョンを形成し、80%酢酸0.30g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。

10

【0193】

本製品は粘度が低く、固形分40%及びpH5の滑らかな白色のシリコーン油エマルジョンである。粒径分布は単峰性で、D50は186nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

【0194】

<アミノシリコーン油エマルジョンE6の製造>

Ultra-Turrax T 50乳化装置(Janke & Kunkel/IKA社製)を用いて、4000rpmで、商標Lutensol TO 10(BASF社製)で市販されているイソトリデシルデカエトキシレートの80%水溶液5.5g及び完全脱塩水5.5gを予備混合する。3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.6及び粘度2100mm²/秒(25)を有するトリメチルシリル末端コポリマー17.1g及び粘度60000mm²/秒(25)のトリメチルシリル末端ポリジメチルシロキサン17.7gの混合物を6000rpmで剪断しながら3回に分けて添加し、予備エマルジョンとして比較的安定した固めの相を形成する。このエマルジョンを完全脱塩水52.8gで穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルジョンを形成し、80%酢酸0.49g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。

20

【0195】

本製品は粘度が中程度であり、固形分40%及びpH5の滑らかな白色のシリコーン油エマルジョンである。粒径分布は多峰性で、D50は171nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

30

【0196】

<アミノシリコーン油エマルジョンE7の製造>

Ultra-Turrax T 50乳化装置(Janke & Kunkel/IKA社製)を用いて、4000rpmで、商標Lutensol TO 10(BASF社製)で市販されているイソトリデシルデカエトキシレートの80%水溶液5.5g及び完全脱塩水5.5gを予備混合する。ヒドロキシ/メトキシ末端3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.13及び粘度4000mm²/秒(25)を有するコポリマー17.4g及びアミン価0.04及び粘度13100mm²/秒(23)の(3-アミノプロピル)ジメチルシリル末端ポリジメチルシロキサン17.4gの混合物を6000rpmで剪断しながら3回に分けて添加し、予備エマルジョンとして比較的安定した固めの相を形成する。このエマルジョンを完全脱塩水53.2gで穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルジョンを形成し、80%酢酸0.23g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。

40

【0197】

本製品は粘度が低く、固形分40%及びpH5の滑らかな白色のシリコーン油エマルジョンである。粒径分布は二峰性で、D50は115nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

【0198】

50

[実施例 1 ~ 6]

以下の実施例 1 ~ 6 は、本発明の化粧品組成物を製造するために使用される、本発明による予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液の合成のための製造方法を表す。

【 0 1 9 9 】

[実施例 1 : エマルション B 1]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunkel / IKA 社製) を用いて、5000 rpm で、アミノシリコーン油エマルション E 1 98.9 g を L - 酒石酸ジエチル 1.1 g と共に 1 分間かけて均質化する。

【 0 2 0 0 】

これにより、粘度が低く、固形分 41% 及び pH 5 の滑らかな白色シリコーン油エマルション B 1 が得られる。粒径分布は単峰性で、D50 は 110 nm である。このエマルションは 50 で 4 週間保存後もまだ均一で安定である。

10

【 0 2 0 1 】

エマルションを蒸発させると、25 で 24 時間の乾燥時間後に、粘着性表面を有し、ガラス及びアルミニウムに弱く付着する白色で不透明のゼラチン状フィルムが生成する。

【 0 2 0 2 】

[実施例 2 : エマルション B 2]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunkel / IKA 社製) を用いて、5000 rpm で、アミノシリコーン油エマルション E 2 98.9 g を L - 酒石酸ジエチル 1.1 g と共に 1 分間かけて均質化する。

20

【 0 2 0 3 】

これにより、粘度が低く、固形分 41% 及び pH 6.5 の滑らかな白色シリコーン油エマルション B 2 が得られる。粒径分布は二峰性で、D50 は 110 nm である。このエマルションは 50 で 4 週間保存後もまだ均一で安定である。

【 0 2 0 4 】

エマルションを蒸発させると、25 で 24 時間の乾燥時間後に、非粘着性表面を有し、ガラス及びアルミニウムに十分に付着する白色で不透明の弾性フィルムが生成する。

【 0 2 0 5 】

[実施例 3 : エマルション B 3]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunkel / IKA 社製) を用いて、5000 rpm で、アミノシリコーン油エマルション E 3 98.9 g を L - 酒石酸ジエチル 1.1 g と共に 1 分間かけて均質化する。

30

【 0 2 0 6 】

これにより、粘度が低く、固形分 41% 及び pH 6.5 の滑らかな白色シリコーン油エマルション B 3 が得られる。粒径分布は二峰性で、D50 は 110 nm である。このエマルションは 50 で 4 週間保存後もまだ均一で安定である。

【 0 2 0 7 】

エマルションを蒸発させると、25 で 24 時間の乾燥時間後に、非粘着性表面を有し、ガラス及びアルミニウムに十分に付着する白色で不透明の弾性フィルムが生成する。

【 0 2 0 8 】

[実施例 4 : エマルション B 4]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunkel / IKA 社製) を用いて、5000 rpm で、アミノシリコーン油エマルション E 4 98.9 g を L - 酒石酸ジエチル 1.1 g と共に 1 分間かけて均質化する。

40

【 0 2 0 9 】

これにより、粘度が低く、固形分 33% 及び pH 6.5 の滑らかな半透明のシリコーン油エマルション B 4 が得られる。粒径分布は単峰性で、D50 は 56 nm である。このエマルションは 50 で 4 週間保存後もまだ均一で安定である。

【 0 2 1 0 】

エマルションを蒸発させると、25 で 24 時間の乾燥時間後に、非粘着性表面を有し

50

、ガラス及びアルミニウムに十分に付着する白色で不透明の弾性フィルムが生成する。

【0211】

[実施例5：エマルジョンB5]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunckel / IKA 社製) を用いて、5000 rpm で、アミノシリコーン油エマルジョン E5 98.9 g を L-酒石酸ジエチル 1.1 g と共に 1 分間かけて均質化する。

【0212】

これにより、粘度が低く、固形分 41% 及び pH 5 の滑らかな白色シリコーン油エマルジョン B5 が得られる。粒径分布は単峰性で、D50 は 186 nm である。このエマルジョンは 50 で 4 週間保存後もまだ均一で安定である。

10

【0213】

エマルジョンを蒸発させると、25 で 24 時間の乾燥時間後に、粘着性表面を有し、ガラス及びアルミニウムに弱く付着する白色で不透明のゼラチン状フィルムが生成する。

【0214】

[実施例6：エマルジョンB6]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunckel / IKA 社製) を用いて、5000 rpm で、アミノシリコーン油エマルジョン E6 98.9 g を L-酒石酸ジエチル 1.1 g と共に 1 分間かけて均質化する。

【0215】

これにより、粘度が中程度であり、固形分 41% 及び pH 5 の滑らかな白色シリコーン油エマルジョン B4 が得られる。粒径分布は多峰性で、D50 は 171 nm である。このエマルジョンは 50 で 4 週間保存後もまだ均一で安定である。

20

【0216】

エマルジョンを蒸発させると、25 で 24 時間の乾燥時間後に、粘着性表面を有し、ガラス及びアルミニウムに弱く付着する白色で不透明のゼラチン状フィルムが生成する。

【0217】

[実施例7：エマルジョンB7]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunckel / IKA 社製) を用いて、5000 rpm で、アミノシリコーン油エマルジョン E7 98.9 g を L-酒石酸ジエチル 1.1 g と共に 1 分間かけて均質化する。

30

【0218】

これにより、粘度が低く、固形分 41% 及び pH 5 の滑らかな白色シリコーン油エマルジョン B4 が得られる。粒径分布は二峰性で、D50 は 115 nm である。このエマルジョンは 50 で 4 週間保存後もまだ均一で安定である。

【0219】

エマルジョンを蒸発させると、25 で 24 時間の乾燥時間後に、粘着性表面を有し、ガラス及びアルミニウムに弱く付着する白色で不透明のゼラチン状フィルムを生成する。

【0220】

[実施例8]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunckel / IKA 社製) を用いて、4000 rpm で、商標 Lutensol TO 10 (BASF 社製) で市販されているイソトリデシルデカエトキシレートの 80% 水溶液 4.9 g 及び完全脱塩水 2.4 g を予備混合する。3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価 0.13 及び粘度 4000 mm²/秒 (25) を有するヒドロキシ/メトキシ末端コポリマー 34.4 g を 4000 rpm で剪断しながら 3 回に分けて添加し、予備エマルジョンとして比較的安定した固めの相を形成する。この固めの相をさらに完全脱塩水 4.9 g で予備希釈する。この時点で、L-酒石酸ジエチル 1.1 g を 4000 rpm でさらに導入する。

40

【0221】

完全脱塩水 51.2 g で穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルジョンを

50

形成し、80%酢酸0.20g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。

【0222】

これにより、粘度が低く、固形分40%及びpH5の滑らかな白色のシリコーン油エマルジョンB8が得られる。粒径分布は単峰性で、D50は105nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

【0223】

エマルジョンを蒸発させると、25で24時間の乾燥時間後に、粘着性表面を有し、ガラス及びアルミニウムに弱く付着する白色で不透明のゼラチン状フィルムが生成する。

【0224】

[実施例9]

Ultra-Turrax T 50乳化装置(Janke & Kunkel/IKA社製)を用いて、4000rpmで、商標Lutensol TO 10(BASF社製)で市販されているイソトリデシルデカエトキシレートの80%水溶液5.5g及び完全脱塩水5.5gを予備混合する。3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.13及び粘度4000mm²/秒(25)を有するコポリマー33.76g及びL-酒石酸ジエチル1.04gの混合物を4000rpmで剪断しながら3回に分けて添加し、予備エマルジョンとして比較的安定した固めの相を形成する。完全脱塩水53.1gで穏やかに剪断しながら少しずつ希釈し、所望のエマルジョンを形成し、80%酢酸0.20g及び2-フェノキシエタノール0.9gを添加する。

【0225】

これにより、粘度が低く、固形分40%及びpH5の滑らかな白色のシリコーン油エマルジョンB9が得られる。粒径分布は二峰性で、D50は134nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

【0226】

エマルジョンを蒸発させると、25で24時間の乾燥時間後に、粘着性表面を有し、ガラス及びアルミニウムに弱く付着する白色で不透明のゼラチン状フィルムが生成する。

【0227】

[実施例10]

3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルメチルシロキシ単位及びジメチルシロキシ単位から構成され、アミン価0.13及び粘度4000mm²/秒(25)を有するヒドロキシ/メトキシ末端コポリマー97.0g及びL-酒石酸ジエチル3.0gの混合物を、IKA製の攪拌装置上のパドル攪拌器で完全に均質化する。その直後に、以下に述べるようにフィルムを流延する。これにより透明な弾性フィルムが得られる。

【0228】

[比較実験V1及びV2]

以下の比較実験V-1及びV-2は、本発明でない水性エマルジョンの合成のための製造方法を表す。

【0229】

[比較実験V1(本発明でないコハク酸ジエチルによる架橋)]

Ultra-Turrax T 50乳化装置(Janke & Kunkel/IKA社製)を用いて、5000rpmで、アミノシリコーン油エマルジョンE199.91gをコハク酸ジエチル0.9gと共に1分間かけて均質化する。

【0230】

これにより、粘度が低く、固形分40%及びpH5の滑らかな白色シリコーン油エマルジョンV1が得られる。粒径分布は単峰性で、D50は110nmである。このエマルジョンは50で4週間保存後もまだ均一で安定である。

【0231】

エマルジョンを蒸発させると、25で24時間の乾燥時間後に、ガラス及びアルミニウムに弱く付着する白色で不透明のペースト状の層が生じる。

10

20

30

40

50

【0232】

[比較実験V2(US5,039,738Aのように本発明でないシウ酸ジエチルによる架橋)]

Ultra-Turrax T 50 乳化装置 (Janke & Kunkel / IKA 社製) を用いて、5000 rpm で、アミノシリコン油エマルション E1 99.91 g をシウ酸ジエチル 0.9 g と共に 1 分間かけて均質化する。

【0233】

これにより、粘度が低く、固形分 40% 及び pH 5 の滑らかな白色シリコン油エマルション V2 が得られる。粒径分布は単峰性で、D50 は 110 nm である。このエマルションは 50 で 4 週間保存後もまだ均一で安定である。

10

【0234】

エマルションを蒸発させると、25 で 24 時間の乾燥時間後に、ガラス及びアルミニウムに弱く付着する白色で不透明のペースト状の層が生じる。

【0235】

<水の除去後の弾性フィルムのレオロジー>

レオロジー測定用フィルムの製造

内径 40 mm のテフロン (登録商標) リングを直径 65 mm の円形ガラス板上に置き、鑄型とする。このリングに、測定中のエマルション 2.5 g を気泡が生じないようにガラス板上に量り取る。次に、流延したエマルションを 25 及び 101.425 kPa で乾燥させる。乾燥用の流延エマルションを含む鑄型は、均一な厚さのフィルムが生じるように、同じ高さにされた平らな表面上に位置することを確実にすべきである。この場合、乾燥後、厚さ約 0.5 mm のフィルムが得られる。

20

【0236】

25 で 1 週間の待機時間の後、得られたフィルムをレオロジー解析する。測定は、Anton Paar 社の MCR 302 レオメータを使用し、PP12.5 プレート/プレート測定システム及びギャップ高さ 0.5 mm を採用して行った。この機器を、Physikalisch-Technische Bundesanstalt 社の標準油 10000 を用いて較正した。測定温度は 25.00 + / - 0.05 である。

【0237】

貯蔵弾性率 G' 、損失弾性率 G'' 及び損失係数 $\tan \delta$ について表 1 に示す値は、正弦波変形を適用して剪断応力 及び位相シフト角 を測定することにより算出することができる。表 1 に示す測定値は、周波数 1 Hz、変形 0.1% で測定した。変形下では、測定試料は線状粘弾性測定範囲にある。以下の関係が適用される： $\tan \delta = G'' / G'$ 。 $\tan \delta < 1$ の場合、試料の弾性特性が優勢であり、 $\tan \delta > 1$ の場合、試料の粘性特性が優勢である。

30

【0238】

発明例 B1 ~ B10、比較実験 V-1 及び V-2 並びに非架橋アミノシリコン油エマルション E1 ~ E7 の弾性フィルムについてのレオロジー測定の結果を表 1 にまとめた。

【0239】

40

【表 1】

表 1: 弾性フィルムのレオロジーデータ

(実施/比較) 例	貯蔵弾性率 G' [Pa]	損失弾性率 G'' [Pa]	tan δ
B1	20 600	5930	0.29
B2	10 600	2630	0.25
B3	37 900	7890	0.21
B4	2060	1290	0.63
B5	15 600	1880	0.12
B6	29 100	5080	0.18
B7	9020	4010	0.45
B8	13 200	4190	0.32
B9	13 200	4190	0.32
B10	53 200	16 300	0.31
V-1	231	725	3.13
V-2	11 900	7860	0.66
E1	53	319	6.05
E2	405	723	1.78
E3	18.1	248	13.6
E4	12	211	18.1
E5	1.3	19.6	15.3
E6	100	451	4.5
E7	143	765	5.4

【0240】

表 1 は、L - 酒石酸ジエチルを架橋剤成分とする発明のエマルション B 1 ~ B 9 が、 $\tan \delta < 1$ であるため、水の除去後に弾性フィルムを形成することを示す。実施例 10 では、同様に弾性フィルムが形成される。

【0241】

本発明でないエマルション V 2 (架橋剤としてシュウ酸ジエチルを含む) も同様に、水の除去時に弾性フィルムを形成する。

【0242】

対照的に、L - 酒石酸ジエチルではなくコハク酸ジエチルを含む本発明でないエマルション V 1 は、フィルムを形成しない。これは損失係数 3.13 で示される。

【0243】

蒸発させた純粋なアミノシリコン油エマルション E 1 ~ E 7 も同様に、全ての場合に $\tan \delta$ が 1 より大きいので、水の除去時にフィルム形成を示さない。このことは、フィルム形成を達成するためには架橋剤の添加が必要であることを示している。

【0244】

これらの結果は驚くべきことに、本発明によるヒドロキシ官能性架橋剤 L - 酒石酸ジエチルの添加の結果としてフィルム形成が起こるが、コハク酸ジエチルのような本発明でない非官能化ジエステルの添加によっては、フィルム形成が起こらないことを示す。

【0245】

<化粧品組成物の効果を評価するための試験方法>

地毛

化粧品組成物の塗布挙動及び髪をとかす際の力及び柔らかさに関するその効果を、Kerling International Haarfabrik GmbHから入手可能な白人の毛について評価した。使用する前に、損傷を受けていない地毛の一房の髪を洗浄し、適切な場合にはさらなる処理工程で、脱色によって損傷を与える。

【0246】

基本洗浄

洗浄のために、損傷を受けていない一房の髪を等量のトルエンとイソブチルケトンとから構成される溶媒混合物に1時間入れて振り混ぜる。溶媒混合物を除去した後、ラウリル硫酸アンモニウム溶液(25%)、STEPAN社製STEPANOL(R) ALS 25、3mlでこの一房の髪を各場合に2回洗浄し、その後30の温度の完全脱塩水で洗浄する。歯の粗い を使って、一房の髪のもつれをほどく。一房の髪を、続いて、完全脱塩水の大きなビーカー内に1時間入れ、取り出し、さらに、完全脱塩水の流水下ですすぐ。基本清掃後、さらに使用する前に、23及び50%湿度で一房の髪を少なくとも12時間を調整し、 でとかしてから使用する。

10

【0247】

毛髪の脱色 - 損傷を受けた毛髪の発生

損傷を受けた髪は、洗浄した地毛の一房を脱色することで生じる。これは、30%の過酸化水素及び25%のアンモニアから構成される溶液(比率33.5:1)に、各場合において5つの毛髪の房を30分間置くことによつて行う。その後、毛髪を完全脱塩水で完全にすすぎ落とし、ラウリル硫酸アンモニウム溶液(25%)、STEPAN社製のSTEPANOL(R) ALS 25 3mlで2回洗浄し、30の完全脱塩水で洗浄する。その後、毛髪の房を完全脱塩水の大きなビーカー内に1時間入れ、取り出し、さらに完全脱塩水の流水下ですすぐ。さらなる処理の前に、23及び50%湿度で、脱色した房を少なくとも12時間調整し、 でとかしてから使用する。

20

【0248】

髪をとかす際の力の測定

重さ2g、長さ20cmのKerling International Haarfabrik GmbH(毛髪の房の損傷度B、二重引き抜き)の損傷を受けた白人の毛髪の房を用いて、湿った毛髪及び乾燥した毛髪に対するとかす際の力を測定した。とかす際の力はInstron 3343引張-伸び機を使用し、Y.K.Kamath及びHans-Dietrich Weigmann、J.Soc.Cosmet.Chem.、37、111-124、1986のダブルコム方法により測定した。最初に、未処理の毛髪の房の測定域に沿って、湿った状態及び乾燥した状態で髪をとかす際の力を決定する。次いで、毛髪の房を本発明の化粧品組成物で処理し、このとかす手順中の力の吸収を決定する。報告された測定値は、処理した毛髪の房と未処理の毛髪の房の間に生じる測定域に沿ったとかす際の力(仕事)の減少である。5つの毛髪の房からの平均値を得る。とかす際の力の減少をパーセントとして報告する。

30

40

【0249】

滑らかさ/柔らかさ(引張試験による)

毛髪の柔らかさは、重さ2g及び長さ20cmのKerling International Haarfabrik GmbH(白人の毛、二重引き抜き)の毛髪の房を用いて測定した。Instron 3343引張試験機を用いて、必要な引張力を毛束の曲げ剛性及び表面粗さのパラメータと関連づけて、乾燥状態の毛髪の柔らかさを決定した。これら2つのパラメータは、毛髪の柔らかさと相関する。この目的のために、未処理の毛髪の房を、あるオフセット量で互いに反対に横たわる5つの棒からなる測定機構に固定した。この初期位置の毛髪の房の形状は一種の二重Sである。この準備に続き、毛髪の房を一方方向に測定機構から抜き、必要な力を測定域に沿って仕事として評価する。次に、毛髪の

50

房を本発明の化粧品組成物で処理し、測定機構から毛髪の房を引っ張る際の力の吸収を、測定域に沿って決定する。報告された測定値は、処理した毛髪の房と未処理の毛髪の房の間に生じる測定域に沿った張力（仕事）の減少である。張力（仕事）の大幅な減少は、良好な柔らかい感触／高度な滑らかさに相当する。5つの毛髪の房から平均を得る。

【0250】

柔らかさ（パネルテストによる）

毛髪の房の柔らかさを評価するために、その触覚特性を専門家（訓練されたパネリスト）によって評価する。毛髪の房は、シャンプーし、処理した毛髪と、未処理の毛髪を比較するなど、いずれの場合も対で比較する。評価された房の対の数は少なくとも3つ、パネリストの数は少なくとも5人である。評価は、重さ2g及び長さ20cmのKerling International Haarfabrik GmbH（白人の毛髪、二重引き抜き）の毛髪の房に基づいた。

10

【0251】

洗髪手順、シャンプー

洗浄した湿った毛髪の房に、毛髪1g当たり0.2gのシャンプーを施す。シャンプーを毛先の方向に30秒間もむ。次いで、毛髪の房を完全脱塩水の流水で30秒間すすぎ、粗い歯の を用いてもつれをほどく。この手順を2回繰り返す。最後の機会に、すすぎの処理を60秒に延長する。その後、50%の大気湿度及び23 の温度で毛髪の房を少なくとも12時間乾燥させる。

【0252】

洗浄手順、コンディショナー

洗浄した湿った毛髪の房に、毛髪1g当たり0.3gのリンソフコンディショナーを施す。リンソフコンディショナーを毛先の方向に120秒間もむ。その後、毛髪の房に完全脱塩水の流水で60秒間すすぎ、粗い歯の でもつれをほどく。この手順を繰り返す。その後、50%の大気湿度及び23 の温度で毛髪の房を少なくとも12時間乾燥させる。

20

【0253】

ppmで表される毛髪表面に沈着したSi量（シリコン沈着）の決定

エネルギー分散型X線蛍光分光計（AMETEK、XEPOS）を用いて、毛髪表面に沈着したシリコン量を決定する。毛束を直径12mmの円形測定領域を有する特別に製造された試料ホルダーに置く。測定領域の毛髪表面は滑らかで、毛髪を平行に並べる。パラジウム管（17.05kV、2.0mA）を用いてヘリウム雰囲気下で試料を励起する。励起時間は300秒である。対照試料（地毛の房）については、定期的な測定を行う。逸脱した場合は、ガラス錠を用いてドリフト補正を行う。使用した較正標準は、50~2000ppmの範囲でポリジメチルシロキサンを塗った毛髪の房であった（原子吸光分光法による対照）。

30

【0254】

シリコン沈着の有効性を決定するために、洗髪された毛束上のppmで表されるSiの量 = ブランク値の決定を最初に行う。同じ毛束を、続いて、例えば、シャンプーで洗うことによって処理する。ppmで表されるSi量 = 試料値を再度決定する。以下の減算：試料値 - ブランク値を行うことによって、ppmで表される沈着したSi量を求める。各毛髪の房は、表側及び裏側を中心に測定する。報告された結果は、3つの毛髪の房からの平均値である。

40

【0255】

界面活性剤溶液中で毛髪の房を攪拌することによるシャンプーのシミュレーション

多くの利用者は、毛髪の柔らかさの改善、湿った状態で髪をとかず際の力の減少及び毛髪の色保持のような美容効果が、その後のシャンプーによる複数回の洗浄にもかかわらず、ヘアコンディショニング製品の適用後も持続することを望んでいる。本発明の化粧品組成物による毛髪処理後の美容効果の持続性を評価するために、連続シャンプーのシミュレーションを構成する方法を開発した。この目的のために、ねじ付きの蓋を備えた100

50

m l 瓶中の処理された毛髪を、ラウリルアンモニウム溶媒和物の5パーセント溶液50 m l と混合し(この溶液は40 に調整され、Stepan 製のStepanol (R) ALS 25を希釈することにより得られた)、処理した房を、40 に調整したインキュベーションシェーカー(Heidolph Unimax 1010+インキュベーター1000)中で、250 rpmの速度で、義務付けられた時間振盪する。振盪後、30の温度の完全脱塩水で1分間すすぎ、乾燥させる。

【0256】

色保護/色測定

染色された本物の毛髪を使用して、ケラチン繊維に対する色保護効果について、本発明の化粧品組成物を評価した。これは、Kerling International Hairfabrik GmbHからの損傷を受けた白人の毛髪(欧州人の毛髪の間隙なくくつついた房、脱色段階A、混合物79)で構成された、重さ4 g及び長さ20 cmの毛髪を用いて行った。この毛髪を赤く染色させた。使用したシェードは、Wella社のKoleston Perfect (R) 77/44又はL'Oreal社のMajirel Mix Rougeであった。ヘアカラーペースト50 m l を6パーセントの過酸化水素溶液80 m l と混合した。ペーストは毛髪(ペースト1.6 g/毛髪g)に均等に施した。室温で40分の接触時間の後、カラリングペーストを毛髪から洗い流した。界面活性剤溶液(Stepanol (R) ALS 25、Stepan製、活性成分5%に希釈)で毛髪を処理し、房を乾燥させた後、Koleston Perfect (R) 77/44を使用して染色操作を繰り返した。

【0257】

色の測定は、Byk-Gardner社のSpectro Guide比色計を用いて、毛束の滑らかな表面で行う。色パラメータL、a、b(Lab色空間)を記録する。

【0258】

本発明の化粧品組成物を用いた毛髪処理による色保護の評価

染色された毛髪ではシャンプーで洗った後に知覚される色が変化する。知覚される色の変化は、以下のように定義される E 値によって説明することができる。

$$E = ((L_1 - L_0)^2 + (a_1 - a_0)^2 + (b_1 - b_0)^2)^{1/2}$$

L₀、a₀、b₀は、染色された未処理の毛束の色の値である。

【0259】

L₁、a₁及びb₁は、界面活性剤溶液中で毛髪を攪拌することによって、シャンプーをシミュレーションした後の毛束の色の値である。低い E 値は、色の変化が比較的少ないか、持続性が向上していることを示す指標である。

【0260】

<化粧品組成物の例>

[実施例A1~A4(リンスオフコンディショナー(リンス))A1~A4]

以下の実施例は、実施例1及び2のエマルションB1及びB2を含む、表2による本発明の化粧品組成物A1~A4を表す。活性成分含量、すなわち、化粧品組成物中の予備架橋オルガノポリシロキサン量は0.5%~2%である。

【0261】

準備説明書

水を導入し、攪拌しながら75 に加熱する。ヒドロキシエチルセルロース1.3部を加える。65 に達したら、ポリソルベート80を0.5部、ステアリルアルコールを0.5部、セチルアルコールを0.5部及びベントリモニウムクロライドを0.2部加える。75 に達し、成分が溶けるまで、混合物を攪拌する。次いで、混合物を冷却する。冷却の過程でクエン酸0.1部、及びEDTA四ナトリウム0.2部を加える。35 で、フェノキシエタノール、エチルヘキシルグリセリン0.9部を加える。さらに攪拌しながら、実施例のエマルションを加える。15分間攪拌しながら、組成物を均質化する。

【0262】

10

20

30

40

50

【表 2】

表 2: リンスオフコンディショナーA1~A4

構成成分 (INCI 名)	実施例 A1 [重量部]	実施例 A2 [重量部]	実施例 A3 [重量部]	実施例 A4 [重量部]
水	100 加える	100 加える	100 加える	100 加える
ヒドロキシエチルセルロース ¹⁾	1.3	1.3	1.3	1.3
セチルアルコール ²⁾	0.5	0.5	0.5	0.5
ポリソルベート 80 ³⁾	0.5	0.5	0.5	0.5
ベヘントリモニウム クロライド ⁴⁾	0.2	0.2	0.2	0.2
ステアリルアルコール ⁵⁾	0.5	0.5	0.5	0.5
クエン酸 ⁶⁾	0.1	0.1	0.1	0.1
EDTA 四ナトリウム ⁷⁾	0.2	0.2	0.2	0.2
実施例 1 のエマルジョン B1	5.71			
実施例 1 のエマルジョン B1		1.43		
実施例 2 のエマルジョン B2			5.71	
実施例 2 のエマルジョン B2				1.43
フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン ⁸⁾	0.9	0.9	0.9	0.9

【0263】

表 2 に示す原料は、以下の商標で入手可能である。

- 1) ヒドロキシエチルセルロース: Natrosol 250 HR、Ashland
- 2) セチルアルコール: セチルアルコール、Merck KGaA
- 3) ポリソルベート 80: Tween (商標) 80、Croda GmbH
- 4) ベヘントリモニウムクロライド: Genamin (R) KDMP、Clariant GmbH
- 5) ステアリルアルコール: ステアリルアルコール、Merck KGaA
- 6) クエン酸: クエン酸、Sigma
- 7) EDTA 四ナトリウム: EDTA (R) B 粉末、BASF 社
- 8) フェノキシエタノール、エチルヘキシルグリセリン: Euxyl PE 9010、Schuelke & Mayr

【0264】

[比較実験 V - A 1 ~ V - A 5 (リンスオフコンディショナー (リンス) V - A 1 ~ V - A 5、本発明でない)]

以下の比較実験 V - A 1 ~ V - A 5 は、非予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液を含む本発明でない化粧品組成物 V - A 1 ~ V - A 4、又は本発明でないシウ酸ジエチルを用いる予備架橋水性分散液を含む本発明でない化粧品組成物を表す。活性成分含量、すなわち、オルガノポリシロキサンの量は 0.5 ~ 2 重量% である。比較実験 V - A 1 ~ V - A 5 の化粧品組成物の調製には、実施例 A 1 ~ A 4 の手順を繰り返し、ただし実施例 1 及び 2 のエマルジョン B 1 及び B 2 (本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンのエマルジョン) の代わりに、非架橋エマルジョン E 1 及び E 2、又は本発明でない比較実験 V 2 のエマルジョンを用いる改変を行った。比較実験 E 1 及び E 2 のエマルジョンは、実施例 B 1 及び B 2 と初期粘度の点で類似しているが、架橋されていないオルガノポリシロ

キサンを含む。比較実験V2のエマルションは、本発明のL-酒石酸ジエチルではなく、本発明でないシュウ酸ジエチルで予備架橋されている。

【0265】

【表3】

表3: リンスオフコンディショナーV-A1~VA5

構成成分 (INCI名)	比較例 V-A1 [重量部]	比較例 V-A2 [重量部]	比較例 V-A3 [重量部]	比較例 V-A4 [重量部]	比較例 V-A5 [重量部]
水	ad 100				
ヒドロキシエチルセルロース ¹⁾	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
セチルアルコール ²⁾	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
ポリソルベート80 ³⁾	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
ベヘントリモニウムクロライド ⁴⁾	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
ステアリルアルコール ⁵⁾	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
クエン酸 ⁶⁾	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
EDTA四ナトリウム ⁷⁾	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
実施例1のエマルションE1	5.71				
実施例1のエマルションE1		1.43			
実施例2のエマルションE2			5.71		
実施例2のエマルションE2				1.43	
比較例V2のエマルションV2					5.71
フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン ⁸⁾	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9

【0266】

表3に示す原料は、以下の商標で入手可能である。

1) ヒドロキシエチルセルロース: Natrosol 250 HR、Ashland

2) セチルアルコール: セチルアルコール、Merck KGaA

3) ポリソルベート80: Tween (商標) 80、Croda GmbH

4) ベヘントリモニウムクロライド: Genamin (R) KDMP、Clariant GmbH

5) ステアリルアルコール: ステアリルアルコール、Merck KGaA

6) クエン酸: クエン酸、Sigma

7) EDTA四ナトリウム: EDTA (R) B粉末、BASF社

8) フェノキシエタノール、エチルヘキシルグリセリン: Euxyl PE 9010、Schuelke & Mayr

【0267】

準備説明書

水を導入し、攪拌しながら75 に加熱する。ヒドロキシエチルセルロース1.3部を加える。65 に達したら、ポリソルベート80を0.5部、ステアリルアルコールを0.5部、セチルアルコールを0.5部及びベヘントリモニウムクロライドを0.2部加える。75 に達し、成分が溶けるまで、混合物を攪拌する。次いで、混合物を冷却する。冷却の過程でクエン酸0.1部、及びEDTA四ナトリウム0.2部を加える。35 で、フェノキシエタノール、エチルヘキシルグリセリン0.9部を加える。さらに攪拌しな

がら、比較実験のための表3によるエマルジョンを加える。15分間攪拌しながら、組成物を均質化する。

【0268】

<発明例A1～A4のリンソフコンディショナーと比較実験V-A1～V-A4との比較>

列挙された実施例及び比較実験は、実施例A1～A4の場合、本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液が使用され、一方、比較実験V-A1～V-A4は、いずれの場合も対応する非予備架橋オルガノポリシロキサンの類似の水性分散液を使用した点で異なる。活性成分の含量、すなわち、化粧品組成物中のオルガノポリシロキサンの量は0.5重量%である。

10

【0269】

以下の実施例/比較実験は、直接比較において関連する。

実施例A1 - 比較実験V-A1

実施例A2 - 比較実験V-A2

実施例A3 - 比較実験V-A3

実施例A4 - 比較実験V-A4

【0270】

<損傷を受けた毛髪のリンソフコンディショナーによる処理後及び界面活性剤水溶液中で毛髪を攪拌することによる複数回のシャンプーのシミュレーション後の湿った状態で髪をとかす際の力(持続効果)>

20

[実施例A2 - 比較実験V-A2]

リンソフコンディショナー(実施例A2)における本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンの水性分散液B1の使用は、例えば、非予備架橋オルガノポリシロキサンE1を含む例V-A2の本発明でないリンソフコンディショナーと比較して、湿った状態で髪をとかす際の力の減少のようなコンディショニング特性の改善につながる。本発明のリンソフコンディショナーのさらなる目的は、毛髪の複数回のシャンプー後でも、手入れ特性が保持されることである。この例では、リンソフコンディショナーで処理した毛束を界面活性剤溶液中で4時間攪拌することにより、シャンプーの操作をシミュレートする。この処理の詳細については、試験方法の項において先に記載されている。

【0271】

表4に(実施)例A2及びV-A2のリンソフコンディショナーについて、湿った状態で髪をとかす際の力の決定の結果を以下に示す。

30

【0272】

表4: リンソフコンディショナー/本発明でないコンディショナーと比較した、本発明のリンソフコンディショナーによる処理後、及び水性界面活性剤溶液中で毛髪を4時間攪拌することによる複数回のシャンプーのシミュレーション後の、損傷を受けた白人の毛髪に対する湿った状態で髪をとかす際の力の減少の結果。全ての結果は、未処理の毛髪の房に対する比較を指す。

【0273】

【表4】

40

実施例/ 比較例	コンディショナー処理後の 湿った状態で髪をとかす際の 力の減少 [%]	コンディショナー処理及び 水性界面活性剤中での毛髪の その後の攪拌後の湿った状態で髪を とかす際の力の減少(持続性試験) [%]
A2	89	47
V-A2	85	34

【0274】

50

予備架橋オルガノポリシロキサン B 1 (実施例 A 2) の水性エマルジョンを含む発明の
 リンス・オフコンディショナーを用いた処理により、89%において、毛髪の房に対する
 湿った状態で髪をとかす際の力の大幅な減少を測定することができる。特に、非常に高いコ
 ンディショニング効果は、界面活性剤溶液中での処理された毛髪の攪拌後に保持され、こ
 れは、47%という持続的な湿った状態で髪をとかす際の力の減少に反映される。エマル
 ジョン E 1 (比較例 V - A 2) を含む本発明でないリンスオフコンディショナーで処理さ
 れた毛髪は、85%という湿った状態で髪をとかす際の力のわずかな減少を示す。しかし
 、界面活性剤処理後、湿った状態で髪をとかす際の力の減少は34%であり、実施例 A 2
 と比較してはるかに低い。界面活性剤溶液中の毛髪の処理は、シャンプーによる複数回
 の洗髪のシミュレーションを表し、本発明のリンスオフコンディショナーがより良好な洗髪
 抵抗性を示し、コンディショニング特性が、本発明でないリンスオフコンディショナーに
 よる毛髪処理の場合よりも長く保持されることを実証する。

10

【0275】

< 損傷を受けた毛髪のリンスオフコンディショナーによる処理後及び界面活性剤水溶液
 中で毛髪を4時間攪拌することによる複数回のシャンプーのシミュレーション後のシリコ
 ーン沈着の比較 >

実施例 A 2 - 比較実験 V - A 2

実施例 A 4 - 比較実験 V - A 4

【0276】

湿った状態で髪をとかす際の力の減少の決定と類似して、コンディショナーを用いた処
 理による損傷を受けた毛髪へのシリコン沈着の効率を検討した。また、界面活性剤溶液
 中で毛髪を4時間攪拌することによる洗髪シミュレーションを行った後、毛髪表面にどの
 程度のコンディショニングオルガノポリシロキサンが残存するかについても検討した。結
 果を表5にまとめた。シリコン沈着の決定は試験方法の項において先に記載されている。

20

【0277】

【表5】

表5: リンスオフコンディショナー/シリコン沈着

実施例/ 比較例	シリコン沈着 [ppm]	界面活性剤水溶液中での毛髪の 攪拌後のシリコン沈着 (持続性試験) [ppm]
A2	65	55
V-A2	47	41
A4	79	42
V-A4	67	32

30

【0278】

表5は、発明例 A 2 および A 4 では、それぞれ、本発明でない比較実験 V - A 2 および
 V - A 4 と比較して、シャンプー後であっても、シリコンの沈着が長持ちすることを示
 している。

40

【0279】

< 赤く染色した毛髪のリンスオフコンディショナーによる処理及び界面活性剤水溶液中
 で毛髪を10分間攪拌することによる複数回のシャンプーのシミュレーション後の色の保
 持 >

[実施例 A 2 - 比較実験 V - A 2]

Wellaヘアカラー Koleston Perfect (R) 77 / 44 (試験方法
 の項における先の記述参照) を用いて、赤く染色した毛髪について色の保護を決定した。
 染色毛を、続いて、実施例 A 2 のように本発明のリンスオフコンディショナー、又は比較

50

実験 V - A 2 のように本発明でないコンディショナーで処理した。これら 2 種類のコンディショナーによる処理後の毛髪の色は同じであった。施したコンディショナーの色保護効果を評価するために、毛髪を、複数回のシャンプーのシミュレーションに対応する界面活性剤溶液中で各場合 10 分間振盪した。その後、色の変化を、初期の色と比較して決定した（表 6 参照）。色の測定及び色の保護の評価については、試験方法の項において先に記載されている。

【 0 2 8 0 】

表 6：リンスオフコンディショナー / 非予備架橋オルガノポリシロキサンの分散液を含まない本発明でないコンディショナーによる処理と比較した、本発明のリンスオフコンディショナーによる染色毛の処理、及び界面活性剤水溶液中で毛髪を 10 分間攪拌することによる複数回のシャンプーのその後のシミュレーション後の色保護測定の結果。全ての結果は、新しく染色した毛髪と比較したものである。

10

【 0 2 8 1 】

【表 6】

実施例/比較例	ΔE	ΔL
A2	5.7	3.6
V-A2	8.0	6.2

【 0 2 8 2 】

界面活性剤溶液中で毛髪を振盪して複数回のシャンプーをシミュレートした結果の色の变化は、本発明のコンディショナー A 2 による毛髪処理では、 $E = 5.7$ であり、 $E = 8.0$ である本発明でないコンディショナー V - A 2 の場合よりも低い。本発明のコンディショナー A 2 による毛髪処理では、明度の変化は $L = 3.6$ であり、 $L = 6.2$ の本発明でないコンディショナー V - A 2 による毛髪処理の場合よりも低い。両パラメータは、本発明の予備架橋オルガノポリシロキサンが、未架橋オルガノポリシロキサンよりも良好な色保護を生じることが強調される。

20

【 0 2 8 3 】

< シュウ酸ジエチルで予備架橋されたオルガノポリシロキサンを含むコンディショナー（本発明ではない）と比較した、本発明のエステルで予備架橋されたオルガノポリシロキサンを含むコンディショナーの手入れ特性及び色保護効果 >

30

【 0 2 8 4 】

< 発明例 A 1 及び A 3 のリンスオフコンディショナーと比較実験 V - A 5（シュウ酸ジエチル架橋）との比較 >

記載された実施例及び比較実験は、実施例 A 1 及び A 3 の場合では本発明のエステルで予備架橋されたオルガノポリシロキサンの水性分散液を使用し、一方比較実験 V - A 5 では、類似のオルガノポリシロキサンであるがシュウ酸ジエチルで予備架橋された（本発明ではない）ものを使用した点で異なる。活性成分含量、すなわち、化粧品組成物中のオルガノポリシロキサンの量は 2 重量% である。

【 0 2 8 5 】

< 損傷を受けた毛髪のリンスオフコンディショナーによる処理後及び界面活性剤水溶液中で毛髪を 4 時間攪拌することによる複数回のシャンプーのシミュレーション後の湿った状態で髪をとかず際の力 >

40

リンスオフコンディショナーにおける本発明の水性分散液 B 1 の使用は、本発明によらずにシュウ酸ジエチルで予備架橋された対応するオルガノポリシロキサン分散液 V - A 5 と比較して、コンディショニング特性の改善、例えば、湿った状態で髪をとかず際の力の減少につながる。本発明のリンスオフコンディショナーのさらなる目的は、毛髪の複数回のシャンプー後でも、手入れ特性が保持されることである。この例でのシャンプーの操作を、リンスオフコンディショナーで処理した毛束を界面活性剤溶液中で 4 時間攪拌することによってシミュレートする。この処理の詳細については、試験方法の項において先に記

50

載されている。

【0286】

結果は、以下に、実施例A1のリンソフコンディショナー、及び比較実験V-A5について、表7に示す。

【0287】

表7：リンソフコンディショナー/本発明でないコンディショナーと比較した、本発明のリンソフコンディショナーによる処理後、及び界面活性剤水溶液中で毛髪を4時間攪拌することによる複数回のシャンプーのシミュレーション後の湿った状態で髪をとかす際の力の減少の結果。全ての結果は、未処理の毛髪の房に対する比較に関する。

【0288】

【表7】

10

実施例/比較例	湿った状態で髪をとかす際の力の減少[%]	界面活性剤水溶液中で毛髪を攪拌した後の湿った状態で髪をとかす際の力の減少[%]
A1	85	48
V-A5	82	26

【0289】

予備架橋オルガノポリシロキサンB1の水性エマルジョンを含むリンソフコンディショナーを用いた処理により、85%という毛髪の房に対する湿った状態で髪をとかす際の力の大幅な減少を測定することができる。特に、非常に高いコンディショニング効果は、処理された毛髪の界面活性剤溶液中での攪拌後に保持され、これは、実施例A1に対する湿った状態で髪をとかす際の力の48%という減少に反映される。比較実験V-A5のように本発明でないリンソフコンディショナーで処理された毛髪は、82%という湿った状態で髪をとかす際の力の減少を示すが、界面活性剤処理後、湿った状態で髪をとかす際の力の減少は26%まで低下する。界面活性剤溶液中の毛髪の処理は、シャンプーによる複数回の洗髪のシミュレーションを表し、本発明のリンソフコンディショナーがより良好な洗髪抵抗性を示し、コンディショニング特性が、本発明でないリンソフコンディショナーによる毛髪処理の場合よりも長く保持されることを実証する。

20

【0290】

[実施例A5：毛髪染色における前処理のための発明のエマルジョンの使用]

毛を酸化性の染料で染色すると、毛髪繊維に重度の損傷が生じる。毛髪内部の構造だけでなく、毛髪表面も地毛に比べて、毛髪染色手順によって改質され、これは柔らかい毛の感覚及び通りなどの美容特性に悪影響である。これらの負の影響は、染色操作の前に、本発明の化粧配合物で毛髪を前処理することによって打ち消すことができる。

30

【0291】

前処理は高度に脱色した毛髪（欧州人の毛髪の隙間なくくっついた房、脱色レベルA）を0.1パーセントのエマルジョンB1水溶液（実施例1から）に1分間浸漬することにより行った。その後、この水溶液から毛髪を取り出し、ヘアドライヤーで5分間乾燥させる。この前処理後、ヘアカラーL'Oreal Majirel Mix Rougeを用いて、試験方法の項において先に記載したように毛髪を染色する。

40

【0292】

22 及び50%の大気湿度で毛髪を染色させ、乾燥させた後、パネルテストにおいて前処理した毛髪の柔らかさを染色操作前に処理しなかった毛髪の柔らかさと比較した。前処理した毛髪は一貫して柔らかいと評価された。染色操作後の前処理した毛髪と未処理の毛髪の色には視覚的に知覚できる相違はなかった。続いて、複数回のシャンプーをシミュレートするために、前処理した毛髪及び前処理されていない毛髪の両方を、（試験方法の項で）先に記載したように界面活性剤水溶液中で10分間攪拌した。毛髪を乾燥させた後、毛髪の房の柔らかさを評価するパネル試験を繰り返した。同様に界面活性剤処理後、前

50

処理した毛髪は一貫して柔らかいと評価された。これは、本発明の化粧品エマルション / 組成物による毛髪の前処理後の美容効果の高い持続性を示す。

【 0 2 9 3 】

また、界面活性剤処理後の染色毛髪の色の変化 E を、Byk - Gardner 社の Spectro Guide 比色計を用いて初期の値との比較により決定した。前処理した毛髪房の場合、E = 4 . 6 の色の変化は、E = 7 . 3 の未処理の毛髪の場合よりも小さい。本発明の化粧品エマルション / 組成物による毛髪の前処理は、より良好な色の保持をもたらす。

【 0 2 9 4 】

[実施例 A 6 及び A 7 並びに比較実験 V - A 6]

化粧品組成物：シャンプー

以下の実施例は、実施例 4 のエマルション B 4 及び実施例 7 のエマルション B 7 を含む本発明の化粧品組成物を示す。比較例 V A 6 は、粘度 $60000 \text{ mm}^2 / \text{秒}$ (25) のジメチコン (ジメチルポリシロキサン ; B e l s i l (R) D M 5 1 0 2 E 、 W a c k e r C h e m i e A G から入手可能) のエマルションを含む標準的な市販のシャンプー配合物である。

【 0 2 9 5 】

活性成分含量、すなわち、化粧品組成物中のオルガノポリシロキサンの量は 1 . 3 % である。

【 0 2 9 6 】

シャンプーの組成を表 8 にまとめた。

【 0 2 9 7 】

準備説明書

水 3 2 . 1 1 部を導入し、攪拌しながら 5 0 に加熱する。この間、グアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロライド 0 . 2 0 部、ラウリル硫酸ナトリウム 6 . 0 6 部、ラウレス硫酸ナトリウム 2 9 . 9 0 部、クエン酸 0 . 0 5 部及びココミドプロピルベタイン 5 . 0 部を加える。5 0 に達し、成分が溶液中に存在するまで、混合物を攪拌する。次いで、混合物を冷却する。別の容器に水 2 0 . 0 部を入れ、攪拌しながら C a r b o m e r 0 . 6 0 部を加え、混合物が均一になるまで攪拌する。次に乳酸 0 . 0 6 部を加える。この混合物を最初の混合物に加える。4 0 で、フェノキシエタノール、エチルヘキシルグリセリン 0 . 9 5 部を加える。さらに攪拌しながら、C 1 2 ~ 1 3 乳酸アルキル 0 . 3 0 部、本発明のエマルション B 4 及び B 7 3 . 7 1 部、又は本発明でないジメチコンエマルション B e l s i l (R) D M 5 1 0 2 E 2 . 6 0 部、水酸化ナトリウム 0 . 4 0 部及び塩化ナトリウム 0 . 6 6 部を加える。p H 6 . 5 は水酸化ナトリウムを加えることにより必要に応じて設定できる。

【 0 2 9 8 】

10

20

30

40

50

【表 8】

表8: シャンプー配合物A6、A7及びV-A6

構成成分 (INCI名)	実施例A6 [重量部]	実施例A7 [重量部]	比較実験V-A6 [重量部]
クエン酸 ¹⁾	0.05	0.05	0.05
コイカミドプロピル ベタイン ²⁾	5.00	5.00	5.00
ラウレス硫酸ナトリウム ³⁾	29.90	29.90	29.90
グアーヒドロキシプロピル トリモニウムクロライド ⁴⁾	0.20	0.20	0.20
ラウリル硫酸ナトリウム ⁵⁾	6.06	6.06	6.06
水(DI水)	32.11	32.11	32.11
Carbomer ⁶⁾	0.60	0.60	0.60
乳酸 ⁷⁾	0.06	0.06	0.06
水(DI水)	20.00	20.00	20.00
フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン ⁸⁾	0.95	0.95	0.95
C12~13乳酸アルキル ⁹⁾	0.30	0.30	0.30
実施例4のエマルションB4	3.71		
実施例7のエマルションB7		3.71	
Belsil® DM 5102 E ¹⁰⁾ (ジメチコンエマルション)			2.60
水酸化ナトリウム ¹¹⁾	0.40	0.40	0.40
塩化ナトリウム ¹²⁾	0.66	0.66	0.66

1) クエン酸: クエン酸, Sigma

2) コカミドプロピルベタイン: Genagen CAB 818 30%, Clariant

3) ラウレス硫酸ナトリウム: Genapol® LRO 26.5%, Clariant

3) ジステアリン酸グリコール: Genapol® PMS, Clariant GmbH

4) グアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロライド: N-Hance® BF 13, Ashland

5) ラウリル硫酸ナトリウム: Texapon K 12 G, BASF

6) Carbomer: Carbopol 980, Lubrizol

7) 乳酸: L-(+)乳酸, 90%, Bernd Kraft GmbH

8) フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン: Euxyl PE 9010, Schülke & Mayr

9) C12~13 乳酸アルキル: Ceraphyl™ 41 ester, Ashland

10) Belsil® DM 5102 E, Wacker Chemie AG から入手可能

11) 水酸化ナトリウム: 水酸化ナトリウム, Sigma-Aldrich

12) 塩化ナトリウム: 塩化ナトリウム超純粋, Bernd Kraft GmbH

【0299】

[発明例 A 6 及び A 7 のシャンプーと比較実験 V - A 6 との比較]

記載された実施例及び比較実験は、実施例 A 6 及び A 7 では予備架橋オルガノポリシロキサン¹⁾の水性分散液を用いた点で異なる。比較試験 V - A 6 では、市販の水性ジメチルポリシロキサンエマルション Belsil (R) DM 5102 E (Wacker Chemie AG) が使用され、これは活性コンディショニング成分として、粘度 6000 mm²/秒のジメチコン (ジメチルポリシロキサン) を含む。活性成分含量、すなわち、化粧品組成物中のオルガノポリシロキサンの量は 1.3 重量% である。

【0300】

10

20

30

40

50

シャンプーの美容効果の結果を表9にまとめた。

【0301】

表9：シャンプー/湿った状態で髪をとかす際の力の低下に関する結果。シャンプーによる処理後の柔らかさ及び損傷を受けた毛髪上に沈着したシリコンの量の改善。全ての結果は、未処理の毛髪の房との比較である。

【0302】

【表9】

実施例/比較例	湿った状態で髪をとかす際の力の減少 [%]	柔らかさの改善 [%]	毛髪表面でのシリコンの沈着 [ppm]
実施例 A6	67	28	126
実施例 A7	68	55	140
比較実験 V-A6*)	20	2	46

10

*) Belsil® DM 5102 E (ジメチコンエマルジョン), Wacker Chemie AG から入手可能

【0303】

本発明のエマルジョンを含む実施例 A 6 及び A 7 のシャンプーは、市販のジメチコンエマルジョンを含む比較実験 V - A 6 のシャンプーと比較して、湿った状態で髪をとかす際の力の大幅に大きい減少、有意に改善された柔らかさ（引張試験による）及び毛髪上のシリコンのかなり多い沈着を示す。

20

【0304】

[実施例 A 8 及び A 9 : 化粧品組成物 - シャンプー]

以下の実施例 A 8 は、実施例 4 のエマルジョン B 4 を含む化粧品組成物を表し、実施例 A 9 は、エマルジョン B 1 をジメチルポリシロキサンエマルジョン B e l s i l (R) D M 5 1 0 2 E (W a c k e r C h e m i e A G から入手可能) と組み合わせる含む化粧品組成物である。活性成分含量、すなわち、化粧品組成物中のオルガノポリシロキサンの量は 1 . 3 % である。

30

【0305】

シャンプーの組成を表 1 0 にまとめた。

【0306】

準備説明書

グアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロライド 0 . 3 0 部を水に分散させる。ラウレス硫酸ナトリウム 4 1 . 5 0 部をゆっくりと攪拌し、混合物を段階的に 7 5 に加熱する。加熱の過程で、5 0 で P E G - 1 5 0 ジステアリン酸塩 0 . 2 0 部を加え、6 5 でジステアリン酸グリコール 0 . 5 0 部を加える。その後、混合物を冷却する。3 5 に達したら、フェノキシエタノール、エチルヘキシルグリセリン 0 . 9 0 部及び実施例に対応するエマルジョンを加え、さらに 5 分間攪拌する。最後にココミドプロピルベタイン 1 3 . 4 部を加え、1 0 分間攪拌を続ける。

40

【0307】

実施例 A 8 及び A 9 のシャンプー配合物で処理した後の損傷を受けた毛髪の房の柔らかさの改善（未処理の毛髪の房との比較）を決定した。結果を表 1 1 にまとめた。

【0308】

50

【表 1 0】

表 10: シャンプー配合物 A8 及び A9
(重量部で表された量)

構成成分 (INCI 名)	実施例 A8	実施例 A9
水(水 VES)	100 を加える	100 を加える
グアーヒドロキシプロピルトリモニウム クロライド ¹⁾	0.30	0.30
ラウレス硫酸ナトリウム ²⁾	41.50	41.50
ジステアリン酸グリコール ³⁾	0.50	0.50
PEG-150 ジステアリン酸塩 ⁴⁾	0.20	0.20
実施例 1 のエマルション B1	1.43	
Belsil® DM 5102 E ⁵⁾ (ジメチコンエマルション)	1.60	
実施例 4 のエマルション B4		3.71
ココミドプロピルベタイン ⁶⁾	13.33	13.33
フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン ⁷⁾	0.90	0.90

1) グアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロリド: N-Hance® 3196, Ashland.

2) ラウレス硫酸ナトリウム: Genapol® LRO 26.5%, Clariant GmbH

3) ジステアリン酸グリコール: Hallstar® EGDS, The Hallstar Company

4) PEG-150 ジステアリン酸塩: Eumulgin® EO 33, BASF AG

5) Belsil® DM 5102 E, Wacker Chemie AG から入手可能

6) コカミドプロピルベタイン: Genagen® CAB 30%, Clariant GmbH

7) フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン: Euxyl PE 9010, Schülke & Mayr

【0309】

【表 1 1】

表 11: シャンプー/柔らかさの改善。全ての結果は
未処理の毛髪の房との比較である。

実施例	柔らかさの改善 [%]
A8	45
A9	46

【0310】

実施例 A 8 及び A 9 のシャンプーで処理された損傷を受けた毛髪は、(引張試験による) 柔らかさを評価するための試験において損傷を受けた未処理の毛髪よりも有意に柔らかいと評価される。

【0311】

[実施例 A 1 0 : 化粧品組成物 - シャンプー]

以下の実施例は、実施例 7 のエマルション B 7 を含む化粧品組成物を表す。活性成分含量、すなわち、化粧品組成物中のオルガノポリシロキサンの量は 1.0 % である。

【 0 3 1 2 】

シャンプーの組成を表 1 2 にまとめた。

【 0 3 1 3 】

【表 1 2】

表 12: シャンプー配合物 A10
(重量部で表される数字)

構成成分 (INCI 名)	実施例 A10
水(水 FD)	100 を加える
ポリクオタニウム-10 ¹⁾	0.10
ラウレス硫酸ナトリウム ²⁾	52.80
PEG-150 ジステアリン酸塩 ³⁾	0.25
ココミド MEA ⁴⁾	1.00
実施例 7 のエマルション B7	2.85
ココミドプロピルベタイン ⁵⁾	10.06
フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン ⁶⁾	0.95

10

1) ポリクオタニウム-10: UCARE ポリマー-JR 400, Dow Chemical.

2) ラウレス硫酸ナトリウム: Genapol® LRO 26.5%, Clariant GmbH

3) PEG-150 ジステアリン酸塩: Eumulgin® EO 33, BASF AG

4) コカミド MEA: Comperlan 100, BASF AG

5) コカミドプロピルベタイン: Genagen® CAB 30%, Clariant GmbH

7) フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン: Euxyl PE 9010, Schülke & Mayr

20

30

【 0 3 1 4 】

実施例 A 1 0 のシャンプーで処理された損傷を受けた毛髪は、損傷を受けた未処理の毛髪よりも柔らかい(パネル試験による)。

【 0 3 1 5 】

[実施例 A 1 1 ~ A 1 4]

以下の実施例は、実施例 4 ~ 7 のエマルション B 4、B 5、B 6 及び B 7 を含む、表 1 3 に従った本発明の化粧品組成物 A 1 1 ~ A 1 4 を表す。活性成分含量、すなわち、化粧品組成物中の予備架橋オルガノポリシロキサンの量は 2 % である。

40

【 0 3 1 6 】

50

【表 13】

表 13: リンスオフコンディショナーA11~A14

構成成分 (INCI 名)	実施例 A11 [重量部]	実施例 A12 [重量部]	実施例 A13 [重量部]	実施例 A14 [重量部]
水	100 を 加える	100 を 加える	100 を 加える	100 を 加える
ヒドロキシエチル セルロース ¹⁾	1.3	1.3	1.3	1.3
セチルアルコール ²⁾	0.5	0.5	0.5	0.5
ポリソルベート 80 ³⁾	0.5	0.5	0.5	0.5
ベヘントリモニウム クロライド ⁴⁾	0.2	0.2	0.2	0.2
ステアリルアルコール ⁵⁾	0.5	0.5	0.5	0.5
クエン酸 ⁶⁾	0.1	0.1	0.1	0.1
EDTA 四ナトリウム ⁷⁾	0.2	0.2	0.2	0.2
実施例 4 のエマルション B4	5.71			
実施例 5 のエマルション B5		5.71		
実施例 6 のエマルション B6			5.71	
実施例 7 のエマルション B7				5.71
フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン ⁸⁾	0.9	0.9	0.9	0.9

表 13 に記載された原料は以下の商標で入手可能である。

- 1) ヒドロキシエチルセルロース: Natrosol 250 HR, Ashland
- 2) セチルアルコール: セチルアルコール, Merck KGaA
- 3) ポリソルベート 80: Tween™ 80, Croda GmbH
- 4) ベヘントリモニウムクロライド: Genamin® KDMP, Clariant GmbH
- 5) ステアリルアルコール: ステアリルアルコール, Merck KGaA
- 6) クエン酸: クエン酸, Sigma
- 7) EDTA 四ナトリウム: EDETA® B Pulver, BASF Corporation
- 8) フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン: Euxyl PE 9010, Schülke & Mayr

【0317】

準備説明書

水を導入し、攪拌しながら 75 に加熱する。ヒドロキシエチルセルロース 1.3 部を加える。65 に達したら、ポリソルベート 80 0.5 部、ステアリルアルコール 0.5 部、セチルアルコール 0.5 部及びベヘントリモニウムクロライド 0.2 部を加える。75 に達し、成分が溶けるまで、混合物を攪拌する。次いで、混合物を冷却する。冷却の過程でクエン酸 0.1 部、EDTA 四ナトリウム 0.2 部を加える。35 で、フェノキシエタノール、エチルヘキシルグリセリン 0.9 部を加える。さらに攪拌しながら、実施例のエマルションを加える。組成物を 15 分間攪拌しながら均質化する。

【0318】

< 損傷を受けた毛髪のリンスオフコンディショナーによる処理後及び界面活性剤水溶液中で毛髪を 4 時間攪拌することによる複数回のシャンプーのシミュレーション後の湿った

状態で髪をとかす際の力>

【0319】

表14：リンスオフコンディショナー／本発明のリンスオフコンディショナーによる処理後及び界面活性剤水溶液中で毛髪を4時間撪拌することによる複数回のシャンプーのシミュレーション後の湿った状態で髪をとかす際の力の減少の結果。全ての結果は、未処理の毛髪の房に対する比較に関する。

【0320】

【表14】

実施例	コンディショナー処理後に湿った状態で髪をとかす際の力の減少 [%]	コンディショナー処理および続く界面活性剤水溶液中での毛髪の撪拌後に湿った状態で髪をとかす際の力の減少(持続性試験) [%]
A11	78	37
A12	82	63
A13	83	69
A14	87	44

10

【0321】

予備架橋オルガノポリシロキサンB4、B5、B6、及びB7の水性エマルジョンを含むリンスオフコンディショナーを用いて処理することにより、78%～87%の範囲で毛髪の房に対する湿った状態で髪をとかす際の力の有意な減少を達成することができる。特に、非常に高いコンディショニング効果は、処理された毛髪を界面活性剤溶液中で撪拌した後に保持され、これは、実施例A11の37%、実施例A14の44%、並びに実施例A12及びA13の63%及び69%という値の湿った状態で髪をとかす際の力の減少に反映される。

20

【0322】

[実施例A15 - リンスオフコンディショナー]

以下の実施例は、実施例3のエマルジョンB3を含む、表15に従った本発明の化粧品組成物A15を表す。活性成分含量、すなわち、化粧品組成物中の予備架橋オルガノポリシロキサンの量は0.5%である。

30

【0323】

準備説明書

水を導入し、撪拌しながら75 に加熱する。ヒドロキシエチルセルロース1.3部を加える。65 に達したら、ステアラミドプロピルジメチルアミン0.5部、ポリソルベート80 1.0部、ステアリルアルコール3.0部、セチルアルコール2.0部及びベヘントリモニウムクロライド1.8部を加える。75 に達し、成分が溶けるまで、混合物を撪拌する。次いで、混合物を冷却する。冷却の過程でクエン酸0.2部、EDTA四ナトリウム0.2部を加える。35 で、フェノキシエタノール、エチルヘキシルグリセリン0.9部を加える。さらに撪拌しながら、実施例のエマルジョンを添加する。組成物を15分間撪拌しながら均質化する。

40

【0324】

50

【表 15】

表 15: リンスオフコンディショナーA15

構成成分 (INCI 名)	実施例 A15 [重量部]
水	100 を加える
ヒドロキシエチルセルロース ¹⁾	1.3
セチルアルコール ²⁾	2.0
ポリソルベート 80 ³⁾	1.0
ベヘントリモニウムクロライド ⁴⁾	1.8
ステアラミドプロピルジメチルア ミン ⁵⁾	0.5
ステアリルアルコール ⁶⁾	3.0
クエン酸 ⁷⁾	0.2
EDTA 四ナトリウム ⁸⁾	0.2
実施例 3 のエマルジョン B3	1.87
フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン ⁹⁾	0.9

表 15 に記載された原料は以下の商標で入手可能である。

- 1) ヒドロキシエチルセルロース: Natrosol 250 HR, Ashland
- 2) セチルアルコール: セチルアルコール, Merck KGaA
- 3) ポリソルベート 80: Tween™ 80, Croda GmbH
- 4) ベヘントリモニウムクロライド: Genamin® KDMP, Clariant GmbH
- 5) ステアラミドプロピルジメチルアミン, Incromine™ SB, Croda GmbH
- 6) ステアリルアルコール: ステアリルアルコール, Merck KGaA
- 7) クエン酸: クエン酸, Sigma
- 8) EDTA 四ナトリウム: EDETA® B Pulver, BASF Corporation
- 9) フェノキシエタノール, エチルヘキシルグリセリン: Euxyl PE 9010, Schülke & Mayr

【0325】

損傷を受けた毛髪を予備架橋オルガノポリシロキサン B 3 (実施例 3) の水性エマルジョンを含む、実施例 A 15 の本発明のリンスオフコンディショナーで処理することによって、(未処理の毛髪の房と比較して)毛髪の房に対する湿った状態で髪をとかず際の力の有意な減少を達成することができる。

フロントページの続き

(51)国際特許分類

A 6 1 K 8/04 (2006.01)

F I

A 6 1 K 8/04

ドイツ国、8 4 4 8 9・ブルクハウゼン、アム・エメッツベルガー・ホフ・1 5

(72)発明者 リンマー, ベルナー

ドイツ国、8 4 5 6 8・プライスキルヒェン、タールハム・4

(72)発明者 ゼルベルティンガー, エルンスト

ドイツ国、8 4 4 8 9・ブルクハウゼン、ニーダーンベーク・1 0・エフ

審査官 牟田 博一

(56)参考文献 特表2 0 0 2 - 5 3 7 4 3 4 (J P , A)

特開平8 - 7 3 7 4 7 (J P , A)

特表2 0 1 7 - 5 1 8 4 1 0 (J P , A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., D B名)

C 0 8 L 8 3 /

C 0 8 G 7 7 /