



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103347488 B

(45) 授权公告日 2016. 01. 13

(21) 申请号 201180066466. 6

(22) 申请日 2011. 12. 27

(30) 优先权数据

2010-294131 2010. 12. 28 JP

2010-294134 2010. 12. 28 JP

2011-103313 2011. 05. 02 JP

2011-103316 2011. 05. 02 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 07. 31

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2011/080346 2011. 12. 27

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/091073 JA 2012. 07. 05

(73) 专利权人 花王株式会社

地址 日本东京都

(72) 发明人 山崎直幸 土井康裕 寺崎博幸

(74) 专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司

公司 11322

代理人 龙淳

(51) Int. Cl.

A61K 8/73(2006. 01)

A61K 8/33(2006. 01)

A61K 8/39(2006. 01)

A61K 8/92(2006. 01)

A61Q 5/00(2006. 01)

A61Q 5/02(2006. 01)

A61Q 5/12(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102596166 A, 2012. 07. 18,

EP 2204386 A1, 2010. 07. 07,

审查员 邓丽娟

权利要求书7页 说明书85页

(54) 发明名称

毛发化妆品

(57) 摘要

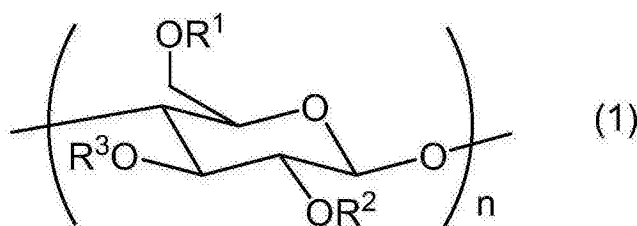
本发明涉及一种能够对处理干燥后的毛发赋予良好的手指通过性和没有发粘感、齐整性的毛发化妆品及其制造方法。所述毛发化妆品含有：阳离子化羟丙基纤维素(A)、在20℃下相对于100g水的溶解量为0~1g的油剂(B)、以及表面活性剂(C)，阳离子化羟丙基纤维素(A)具有来自脱水葡萄糖的主链，并且阳离子化乙烯氧基的取代度为0.01~2.9，丙烯氧基的取代度为0.1~4.0。

1. 一种毛发化妆品, 其中,

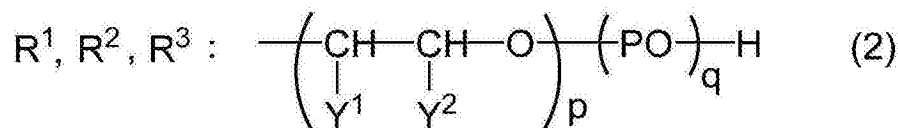
所述毛发化妆品含有: 阳离子化羟丙基纤维素 (A)、在 20℃ 下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的油剂 (B)、以及表面活性剂 (C), 所述阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的含量为 0.0001 质量% 以上且 10 质量% 以下, 所述油剂 (B) 的含量为 0.01 质量% 以上且 30 质量% 以下, 所述表面活性剂 (C) 的含量为 0.01 质量% 以上且 50 质量% 以下, 作为油剂 (B) 相对于阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的质量比, 油剂 (B) / 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 为 0.1 ~ 150,

所述阳离子化羟丙基纤维素 (A) 具有下述通式 (1) 所表示的来自脱水葡萄糖的主链, 并且阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.01 ~ 2.9, 丙烯氧基的取代度为 0.1 ~ 4.0,

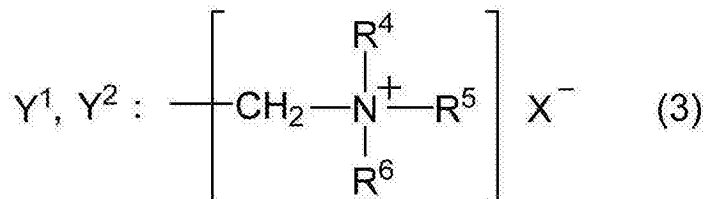
所述油剂 (B) 为选自下述通式 (4) 所表示的酯化合物、下述通式 (5) 所表示的二烷基碳酸酯化合物、以及下述通式 (6) 所表示的二烷基醚化合物中的 1 种以上的化合物,



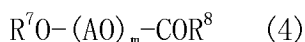
式中,  $R^1$ 、 $R^2$  和  $R^3$  分别独立地表示下述通式 (2) 所表示的具有阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的取代基,  $n$  表示脱水葡萄糖的平均聚合度并且为 50 ~ 5000,



式中,  $Y^1$  和  $Y^2$  一个为氢原子, 另一个表示下述通式 (3) 所表示的阳离子性基团, PO 表示丙烯氧基;  $p$  表示通式 (2) 中所含的阳离子化乙烯氧基  $\text{---} \text{CH}(Y^1) \text{---} \text{CH}(Y^2) \text{---} \text{O} \text{---}$  的数目,  $q$  表示丙烯氧基  $\text{---} \text{PO} \text{---}$  的数目, 并且分别为 0 或正整数; 在  $p$  和  $q$  都不为 0 的情况下, 阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的加成顺序不受限制, 进一步, 在  $p$  和 / 或  $q$  为 2 以上的情况下, 为嵌段结合或者无规结合的任一种,



式中,  $R^4$ 、 $R^5$  和  $R^6$  分别独立地表示碳原子数为 1 ~ 3 的直链或支链的烷基, X 表示阴离子性基团,



式中,  $R^7$  表示取代或非取代的含有至少 1 个芳香环的碳原子数为 6 ~ 20 的烃基,  $R^8$  表示碳原子数为 1 ~ 25 的直链或支链的烷基或烯基; AO 表示碳原子数为 2 ~ 4 的氧化烯基,  $m$  为 1 ~ 50 的数; 在  $m$  为 2 以上的情况下,  $m$  个 AO 基相同或者不同,



式中,  $R^9$  和  $R^{10}$  分别表示碳原子数为 6 ~ 22 的直链或支链的烷基和 / 或烯基,  $r$  和  $s$  分

别为 0 或 1 ~ 50 的数,



式中,  $R^{11}$ 和  $R^{12}$ 分别表示碳原子数为 6 ~ 22 的直链或支链的烷基和 / 或烯基。

2. 如权利要求 1 所述的毛发化妆品, 其中,

阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的含量为 0.001 ~ 10 质量%。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的毛发化妆品, 其中,

通式 (1) 中的脱水葡萄糖的平均聚合度  $n$  为 300 ~ 1500。

4. 如权利要求 1 或 2 所述的毛发化妆品, 其中,

作为表面活性剂 (C) 相对于阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的质量比, 表面活性剂 (C) / 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 为 0.1 ~ 2000。

5. 如权利要求 1 或 2 所述的毛发化妆品, 其中,

阳离子化羟丙基纤维素 (A) 是通过下述工序 (a-1) ~ (a-3) 而得到的,

工序 (a-1): 在含有纤维素的原料中添加阳离子化剂进行粉碎机处理的工序;

工序 (a-2): 在工序 (a-1) 中得到的粉碎机处理物中添加碱, 一边进行粉碎机处理一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应, 得到阳离子化纤维素的工序;

工序 (a-3): 使工序 (a-2) 中得到的阳离子化纤维素和氧化丙烯反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序。

6. 如权利要求 1 或 2 所述的毛发化妆品, 其中,

阳离子化羟丙基纤维素 (A) 是通过下述工序 (b-1) ~ (b-4) 而得到的,

工序 (b-1): 对含有纤维素的原料进行粉碎机处理, 得到含有结晶度为 10 ~ 50% 的纤维素的含有纤维素的原料的工序;

工序 (b-2): 对于工序 (b-1) 中得到的含有纤维素的原料, 添加每 1mol 构成该纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱、以及相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 20 ~ 100 质量%的水, 得到碱纤维素的工序;

工序 (b-3): 使工序 (b-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应, 得到羟丙基纤维素的工序;

工序 (b-4): 使工序 (b-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序。

7. 如权利要求 1 或 2 所述的毛发化妆品, 其中,

阳离子化羟丙基纤维素 (A) 是通过下述工序 (c-1) ~ (c-4) 而得到的,

工序 (c-1): 对含有纤维素的原料和每 1mol 的构成含有纤维素的原料中的纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱化合物的混合物, 在水分量相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 10 重量%以下的条件下进行粉碎机处理, 得到纤维素的平均粒径为 10 ~ 150  $\mu\text{m}$  的纤维素和碱混合粉碎物的工序;

工序 (c-2): 在工序 (c-1) 中得到的纤维素和碱混合粉碎物中添加水, 调节该纤维素和碱混合粉碎物中的水分量至相对于工序 (c-1) 中使用的含有纤维素的原料中的纤维素为 30 ~ 100 质量%, 得到碱纤维素的工序;

工序 (c-3): 使工序 (c-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应, 得到羟丙基纤维素的工序;

工序 (c-4) :使工序 (c-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应,得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序。

8. 权利要求 1 ~ 7 中任一项所述的毛发化妆品的制造方法,其中,

具有工序 (a-1) ~ (a-3)、工序 (b-1) ~ (b-4)、或者工序 (c-1) ~ (c-4),

工序 (a-1) :在含有纤维素的原料中添加阳离子化剂进行粉碎机处理的工序;

工序 (a-2) :在工序 (a-1) 中得到的粉碎机处理物中添加碱,一边进行粉碎机处理一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应,得到阳离子化纤维素的工序;

工序 (a-3) :使工序 (a-2) 中得到的阳离子化纤维素和氧化丙烯反应,得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序;

工序 (b-1) :对含有纤维素的原料进行粉碎机处理,得到含有结晶度为 10 ~ 50% 的纤维素的含有纤维素的原料的工序;

工序 (b-2) :对于工序 (b-1) 中得到的含有纤维素的原料,添加每 1mol 构成该纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱、以及相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 20 ~ 100 质量%的水,得到碱纤维素的工序;

工序 (b-3) :使工序 (b-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应,得到羟丙基纤维素的工序;

工序 (b-4) :使工序 (b-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应,得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序;

工序 (c-1) :对含有纤维素的原料和每 1mol 的构成含有纤维素的原料中的纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱化合物的混合物,在水分量相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 10 重量%以下的条件下进行粉碎机处理,得到纤维素的平均粒径为 10 ~ 150  $\mu\text{m}$  的纤维素和碱混合粉碎物的工序;

工序 (c-2) :在工序 (c-1) 中得到的纤维素和碱混合粉碎物中添加水,调节该纤维素和碱混合粉碎物中的水分量至相对于工序 (c-1) 中使用的含有纤维素的原料中的纤维素为 30 ~ 100 质量%,得到碱纤维素的工序;

工序 (c-3) :使工序 (c-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应,得到羟丙基纤维素的工序;

工序 (c-4) :使工序 (c-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应,得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序。

9. 权利要求 1 ~ 7 中任一项所述的毛发化妆品的制造方法,其中,

所述毛发化妆品的制造方法具有下述工序 (I) ~ 工序 (III),

工序 (I) :将阳离子化羟丙基纤维素 (A) 和阴离子表面活性剂 (C') 混合,得到混合物的工序;

工序 (II) :将油剂 (B) 与由工序 (I) 得到的混合物混合,得到乳液的工序;

工序 (III) :将由工序 (II) 得到的乳液和表面活性剂 (C) 以及水混合,得到毛发化妆品的工序。

10. 权利要求 1 ~ 6 中任一项所述的毛发化妆品作为香波的用途。

11. 权利要求 1 ~ 6 中任一项所述的毛发化妆品作为护发素的用途。

12. 权利要求 1 ~ 6 中任一项所述的毛发化妆品作为护发剂的用途。

13. 权利要求 1 ~ 6 中任一项所述的毛发化妆品作为护理剂的用途。

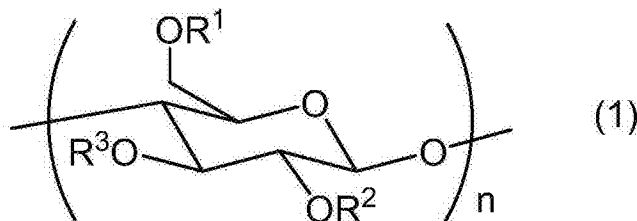
14. 权利要求 1 ~ 6 中任一项所述的毛发化妆品作为免冲洗护理剂的用途。

15. 一种组合物作为毛发化妆品的用途, 其中,

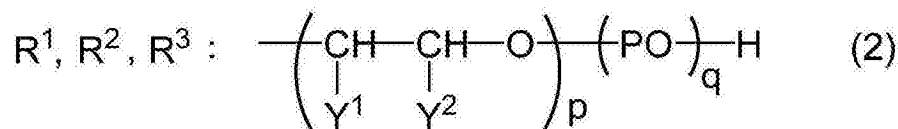
所述组合物含有: 阳离子化羟丙基纤维素 (A)、在 20℃ 下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的油剂 (B)、以及表面活性剂 (C), 所述阳离子化羟丙基纤维素 (A) 具有下述通式 (1) 所表示的来自脱水葡萄糖的主链, 并且阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.01 ~ 2.9, 丙烯氧基的取代度为 0.1 ~ 4.0, 所述阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的含量为 0.0001 质量% 以上且 10 质量% 以下, 所述油剂 (B) 的含量为 0.01 质量% 以上且 30 质量% 以下, 所述表面活性剂 (C) 的含量为 0.01 质量% 以上且 50 质量% 以下,

作为油剂 (B) 相对于阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的质量比, 油剂 (B) / 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 为 0.1 ~ 150,

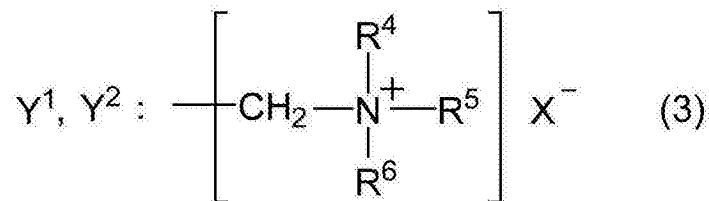
所述油剂 (B) 为选自下述通式 (4) 所表示的酯化合物、下述通式 (5) 所表示的二烷基碳酸酯化合物、以及下述通式 (6) 所表示的二烷基醚化合物中的 1 种以上的化合物,



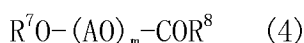
式中,  $R^1$ 、 $R^2$  和  $R^3$  分别独立地表示下述通式 (2) 所表示的具有阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的取代基,  $n$  表示脱水葡萄糖的平均聚合度并且为 50 ~ 5000,



式中,  $Y^1$  和  $Y^2$  一个为氢原子, 另一个表示下述通式 (3) 所表示的阳离子性基团,  $\text{PO}$  表示丙烯氧基;  $p$  表示通式 (2) 中所含的阳离子化乙烯氧基  $\text{---} \text{CH}(Y^1) \text{---} \text{CH}(Y^2) \text{---} \text{O} \text{---}$  的数目,  $q$  表示丙烯氧基  $\text{---} \text{PO} \text{---}$  的数目, 并且分别为 0 或正整数; 在  $p$  和  $q$  都不为 0 的情况下, 阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的加成顺序不受限制, 进一步, 在  $p$  和 / 或  $q$  为 2 以上的情况下, 为嵌段结合或者无规结合的任一种,



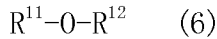
式中,  $R^4$ 、 $R^5$  和  $R^6$  分别独立地表示碳原子数为 1 ~ 3 的直链或支链的烷基,  $\text{X}$  表示阴离子性基团,



式中,  $R^7$  表示取代或非取代的含有至少 1 个芳香环的碳原子数为 6 ~ 20 的烃基,  $R^8$  表示碳原子数为 1 ~ 25 的直链或支链的烷基或烯基;  $\text{AO}$  表示碳原子数为 2 ~ 4 的氧化烯基,  $m$  为 1 ~ 50 的数; 在  $m$  为 2 以上的情况下,  $m$  个  $\text{AO}$  基相同或者不同,



式中,  $R^9$ 和  $R^{10}$ 分别表示碳原子数为 6 ~ 22 的直链或支链的烷基和 / 或烯基,  $r$  和  $s$  分别为 0 或 1 ~ 50 的数,



式中,  $R^{11}$ 和  $R^{12}$ 分别表示碳原子数为 6 ~ 22 的直链或支链的烷基和 / 或烯基。

16. 如权利要求 15 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的丙烯氧基的取代度为 0.2 ~ 3.0。
17. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的丙烯氧基的取代度为 0.3 ~ 2.8。
18. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的丙烯氧基的取代度为 0.6 ~ 2.5。
19. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的丙烯氧基的取代度为 1.0 ~ 2.0。
20. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.1 ~ 2.5。
21. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.2 ~ 2.0。
22. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.3 ~ 1.5。
23. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.8 ~ 1.2。
24. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的含量为 0.001 ~ 10 质量%。
25. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的含量为 0.005 ~ 5 质量%。
26. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的含量为 0.01 ~ 2 质量%。
27. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的含量为 0.05 ~ 1 质量%。
28. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 所述通式 (1) 中, 脱水葡萄糖的平均聚合度  $n$  为 100 ~ 3000。
29. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 所述通式 (1) 中, 脱水葡萄糖的平均聚合度  $n$  为 200 ~ 2000。
30. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 所述通式 (1) 中, 脱水葡萄糖的平均聚合度  $n$  为 300 ~ 1500。
31. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 作为表面活性剂 (C) 相对于阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的质量比, 表面活性剂 (C) / 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 为 0.1 ~ 2000。
32. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中,

油剂 (B) 在 20℃ 下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 0.5g。

33. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 油剂 (B) 在 20℃ 下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 0.1g。

34. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 是通过下述工序 (a-1) ~ (a-3) 而得到的,

工序 (a-1): 在含有纤维素的原料中添加阳离子化剂进行粉碎机处理的工序;

工序 (a-2): 在工序 (a-1) 中得到的粉碎机处理物中添加碱, 一边进行粉碎机处理一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应, 得到阳离子化纤维素的工序;

工序 (a-3): 使工序 (a-2) 中得到的阳离子化纤维素和氧化丙烯反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序。

35. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 是通过下述工序 (b-1) ~ (b-4) 而得到的,

工序 (b-1): 对含有纤维素的原料进行粉碎机处理, 得到含有结晶度为 10 ~ 50% 的纤维素的含有纤维素的原料的工序;

工序 (b-2): 对于工序 (b-1) 中得到的含有纤维素的原料, 添加每 1mol 构成该纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱、以及相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 20 ~ 100 质量% 的水, 得到碱纤维素的工序;

工序 (b-3): 使工序 (b-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应, 得到羟丙基纤维素的工序;

工序 (b-4): 使工序 (b-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序。

36. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素 (A) 是通过下述工序 (c-1) ~ (c-4) 而得到的,

工序 (c-1): 对含有纤维素的原料和每 1mol 的构成含有纤维素的原料中的纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱化合物的混合物, 在水分量相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 10 重量% 以下的条件下进行粉碎机处理, 得到纤维素的平均粒径为 10 ~ 150  $\mu\text{m}$  的纤维素和碱混合粉碎物的工序;

工序 (c-2): 在工序 (c-1) 中得到的纤维素和碱混合粉碎物中添加水, 调节该纤维素和碱混合粉碎物中的水分量至相对于工序 (c-1) 中使用的含有纤维素的原料中的纤维素为 30 ~ 100 质量%, 得到碱纤维素的工序;

工序 (c-3): 使工序 (c-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应, 得到羟丙基纤维素的工序;

工序 (c-4): 使工序 (c-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素 (A) 的工序。

37. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 毛发化妆品为香波。

38. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中, 毛发化妆品为护发素。

39. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途, 其中,

毛发化妆品为护发剂。

40. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途,其中,毛发化妆品为护理剂。

41. 如权利要求 15 或 16 所述的组合物作为毛发化妆品的用途,其中,毛发化妆品为免冲洗护理剂。



## 毛发化妆品

### 技术领域

[0001] 本发明涉及含有阳离子化羟丙基纤维素、油剂以及表面活性剂的毛发化妆品及其制造方法。

### 背景技术

[0002] 毛发会由于染发的化学处理、或者由于洗发、吹风机的热的物理处理而受到损伤。众所周知,毛发如果受到损伤,会产生干枯、齐整性差、没有光泽等即使在美的角度来看也是负面的要素。因此,广泛利用用于使毛发恢复到处理前的光滑的触感的调理剂。

[0003] 为了改善毛发的干枯,提高手指通过性、齐整性而在毛发化妆品的调理剂中配合有硅酮、酯油、烃油等的油剂。但是,如果增加油剂的配合量,虽然可以改善干枯,但是干燥后的头发上会感觉到发粘,反而产生触感变差的缺点。

[0004] 在专利文献 1 中,公开了以改善定型性、调理性为目的的含有特定的改性硅酮聚合物、阳离子化聚合物、以及硅油的毛发化妆品。

[0005] 在专利文献 2 中,作为使用感良好并且以天然高分子为基体的化妆品,公开了含有以溶胀状态均匀地分散有低取代度的羟丙基纤维素颗粒的分散液的化妆品。

[0006] 在专利文献 3 中,作为完成感能够汇集不发粘、干爽、光滑的毛发化妆品,公开了含有高聚合硅酮类、水溶性高分子增粘剂、以及水的双层分离型毛发化妆品。

[0007] 在专利文献 4 中,公开了阳离子化羟丙基纤维素等阳离子改性纤维素衍生物的制造方法,记载了其可以用于毛发化妆品等的配合剂中。

[0008] 另外,在专利文献 5 中,公开了含有阳离子化羟丙基纤维素和醇溶剂的发胶用组合物。

[0009] 进一步,提出有含有选自二烷基醚、酯油、羟基羧酸酯等中的 1 种以上的化妆品(参照专利文献 6),含有特定的二烷基碳酸酯和乳化剂的化妆品(参照专利文献 7),含有烷氧基化芳香族醇与脂肪族羧酸的酯、以及功能性成分的化妆品组合物(参照专利文献 8)。

[0010] 现有技术文献

[0011] 专利文献

[0012] 专利文献 1 :日本特开平 5-148123 号公报

[0013] 专利文献 2 :日本特开 2006-151992 号公报

[0014] 专利文献 3 :日本特开 2009-161508 号公报

[0015] 专利文献 4 :日本特开昭 53-90368 号公报

[0016] 专利文献 5 :日本特开昭 60-170601 号公报

[0017] 专利文献 6 :日本特表 2000-512284 号公报

[0018] 专利文献 7 :日本特表 2000-512285 号公报

[0019] 专利文献 8 :日本特表 2005-506347 号公报

### 发明内容

[0020] 本发明涉及以下的(1)和(2)。

[0021] (1)一种毛发化妆品,其中,所述毛发化妆品含有:阳离子化羟丙基纤维素(A)、在20℃下相对于100g水的溶解量为0~1g的油剂(B)、以及表面活性剂(C),所述阳离子化羟丙基纤维素(A)具有特定的通式所表示的来自脱水葡萄糖的主链,并且阳离子化乙烯氧基的取代度为0.01~2.9,丙烯氧基的取代度为0.1~4.0。

[0022] (2)一种毛发化妆品的制造方法,其中,所述制造方法为含有阳离子化羟丙基纤维素(A)、在20℃下相对于100g水的溶解量为0~1g的油剂(B)、以及表面活性剂(C)的毛发化妆品的制造方法,所述阳离子化羟丙基纤维素(A)具有特定的通式所表示的来自脱水葡萄糖的主链,并且阳离子化乙烯氧基的取代度为0.01~2.9,丙烯氧基的取代度为0.1~4.0,所述毛发化妆品的制造方法具有特定的工序。

### 具体实施方式

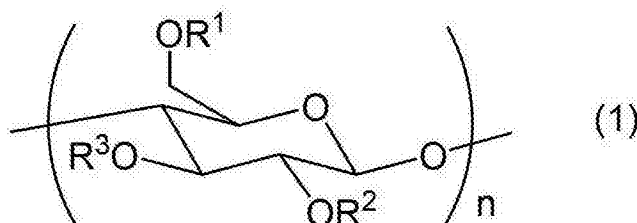
[0023] 现有的毛发化妆品由于将油剂限定为特定的改性硅酮,因此,有配合的自由度低、取出时需要进行充分搅拌暂且成为乳化状态等使用方式不简便的问题。另外,在兼顾干燥后的毛发的手指通过性、不发粘、良好的齐整性等使用感方面,不是能够充分满足的水平。

[0024] 本发明涉及能够对处理干燥后的毛发赋予良好的手指通过性和不发粘感、齐整感的毛发化妆品、及其制造方法。

[0025] 即,本发明涉及以下的(1)和(2)。

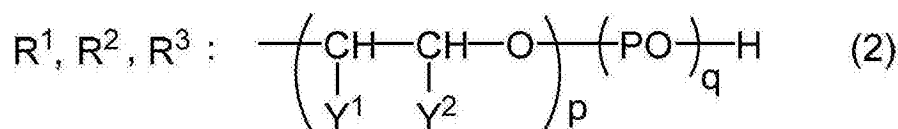
[0026] (1)一种毛发化妆品,其中,所述毛发化妆品含有:阳离子化羟丙基纤维素(A)、在20℃下相对于100g水的溶解量为0~1g的油剂(B)、以及表面活性剂(C),所述阳离子化羟丙基纤维素(A)具有下述通式(1)所表示的来自脱水葡萄糖的主链,并且阳离子化乙烯氧基的取代度为0.01~2.9,丙烯氧基的取代度为0.1~4.0。

[0027]



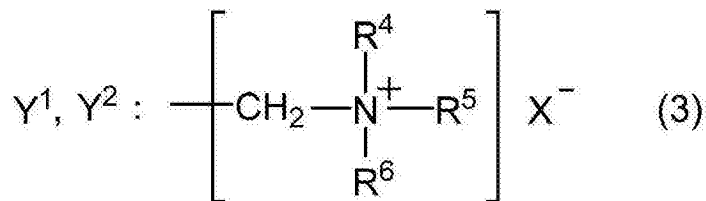
[0028] (式中, R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>和 R<sup>3</sup>分别独立地表示下述通式(2)所表示的具有阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的取代基, n 表示脱水葡萄糖的平均聚合度并且为 50~5000。)

[0029]



[0030] (式中, Y<sup>1</sup>和 Y<sup>2</sup>一个为氢原子,另一个表示下述通式(3)所表示的阳离子性基团, PO 表示丙烯氧基。 p 表示通式(2)中所含的阳离子化乙烯氧基(-CH(Y<sup>1</sup>)-CH(Y<sup>2</sup>)-O-)的数目, q 表示丙烯氧基(-PO-)的数目,并且分别为 0 或正整数。在 p 和 q 都不为 0 的情况下,阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的加成顺序不受限制,进一步,在 p 和 / 或 q 为 2 以上的情况下,可以为嵌段结合或者无规结合的任一种。)

[0031]



[0032] (式中,  $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 和  $\text{R}^6$ 分别独立地表示碳原子数为 1 ~ 3 的直链或支链的烷基,  $\text{X}^-$  表示阴离子性基团。)

[0033] (2) 一种毛发化妆品的制造方法, 其中, 所述制造方法为含有阳离子化羟丙基纤维素(A)、在 20°C 下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的油剂(B)、以及表面活性剂(C) 的毛发化妆品的制造方法, 所述阳离子化羟丙基纤维素(A) 具有所述通式(1) 所表示的来自脱水葡萄糖的主链, 并且阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.01 ~ 2.9, 丙烯氧基的取代度为 0.1 ~ 4.0, 具有下述工序(a-1) ~ (a-3)、下述工序(b-1) ~ (b-4)、或者下述工序(c-1) ~ (c-4)。

[0034] 工序(a-1): 在纸浆中添加阳离子化剂进行粉碎机处理的工序。

[0035] 工序(a-2): 在工序(a-1) 中得到的粉碎机处理物中添加碱, 一边进行粉碎机处理一边进行纸浆和阳离子化剂反应, 得到阳离子化纤维素的工序。

[0036] 工序(a-3): 使工序(a-2) 中得到的阳离子化纤维素和氧化丙烯反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素(A) 的工序。

[0037] 工序(b-1): 对纸浆进行粉碎机处理的工序。

[0038] 工序(b-2): 在工序(b-1) 中得到的粉碎机处理物中添加碱得到碱纤维素的工序。

[0039] 工序(b-3): 使工序(b-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应, 得到羟丙基纤维素的工序。

[0040] 工序(b-4): 使工序(b-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素(A) 的工序。

[0041] 工序(c-1): 对含有纤维素的原料和每 1mol 构成含有纤维素的原料中的纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱化合物的混合物在水分量相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 10 重量% 以下的条件下进行粉碎机处理, 得到纤维素的平均粒径为 10 ~ 150  $\mu\text{m}$  的纤维素·碱混合粉碎物的工序。

[0042] 工序(c-2): 在工序(c-1) 中得到的纤维素·碱混合粉碎物中添加水, 将该纤维素·碱混合粉碎物中的水分量调节到相对于工序(c-1) 中使用的含有纤维素的原料中的纤维素为 30 ~ 100 质量%, 得到碱纤维素的工序。

[0043] 工序(c-3): 使工序(c-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应, 得到羟丙基纤维素的工序。

[0044] 工序(c-4): 使工序(c-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素(A) 的工序。

[0045] 根据本发明, 可以提供对处理干燥后的毛发赋予良好的手指通过性和不发粘感、齐整感的毛发化妆品及其制造方法。

[0046] [毛发化妆品]

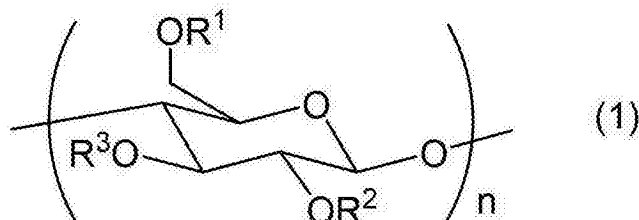
[0047] 本发明的毛发化妆品的特征在于, 含有特定的阳离子化羟丙基纤维素(A)、在

20℃下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的油剂(B)、以及表面活性剂(C)。

[0048] < 阳离子化羟丙基纤维素(A) >

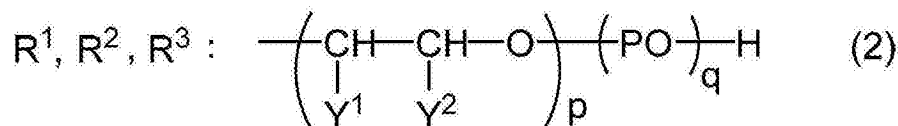
[0049] 本发明的毛发化妆品含有阳离子化羟丙基纤维素(以下也称为“C-HPC”)作为成分(A),该阳离子化羟丙基纤维素具有下述通式(1)所表示的来自脱水葡萄糖的主链,并且阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.01 ~ 2.9,丙烯氧基的取代度为 0.1 ~ 4.0。

[0050]



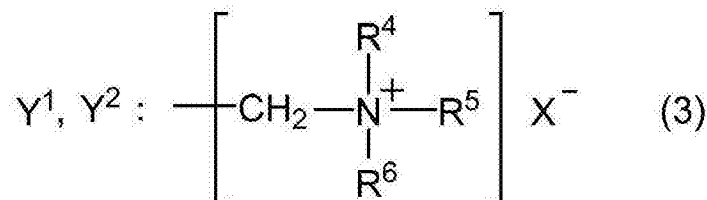
[0051] (式中, R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>和 R<sup>3</sup>分别独立地表示下述通式(2)所表示的具有阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的取代基, n 表示脱水葡萄糖的平均聚合度并且为 50 ~ 5000。)

[0052]



[0053] (式中, Y<sup>1</sup>和 Y<sup>2</sup>一个为氢原子,另一个表示下述通式(3)所表示的阳离子性基团, PO 表示丙烯氧基。 p 表示通式(2)中所含的阳离子化乙烯氧基(-CH(Y<sup>1</sup>)-CH(Y<sup>2</sup>)-O-)的数目, q 表示丙烯氧基(-PO-)的数目,并且分别为 0 或正整数。在 p 和 q 都不为 0 的情况下,阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的加成顺序不受限制,进一步,在 p 和 / 或 q 为 2 以上的情况下,可以为嵌段结合或者无规结合的任一种。)

[0054]

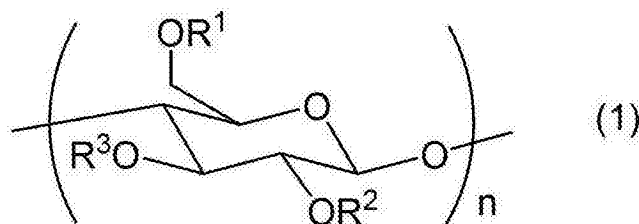


[0055] (式中, R<sup>4</sup>、R<sup>5</sup>和 R<sup>6</sup>分别独立地表示碳原子数为 1 ~ 3 的直链或支链的烷基, X 表示阴离子性基团。)

[0056] (通式(1)所表示的来自脱水葡萄糖的主链)

[0057] 在通式(1)中, R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>和 R<sup>3</sup>分别独立地为通式(2)所表示的取代基, R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>和 R<sup>3</sup>可以相同或者不同。另外, n 个 R<sup>1</sup>、n 个 R<sup>2</sup>、n 个 R<sup>3</sup>可以各自相同或者不同。

[0058]



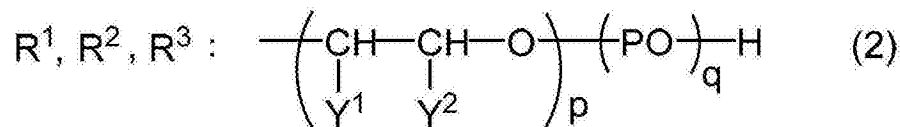
[0059] 另外,从用本发明的毛发化妆品抑制处理干燥后的毛发的发粘感,赋予良好的手指通过性、齐整感的观点出发,通式(1)中的平均聚合度  $n$  为 50 以上,优选为 100 以上,进一步优选为 200 以上,更加优选为 300 以上。另外,从用本发明的毛发化妆品抑制处理干燥后的毛发的发粘感,赋予良好的手指通过性、齐整感的观点以及制造的容易性的观点出发,为 5000 以下,优选为 3000 以下,进一步优选为 2000 以下,更加优选为 1500 以下。如果综合这些观点,平均聚合度  $n$  为 50 ~ 5000,优选为 100 ~ 3000,进一步优选为 200 ~ 2000,更加优选为 300 ~ 1500。

[0060] 另外,本发明中的平均聚合度是指通过铜-氨法测定的粘度平均聚合度,具体而言,可以按照实施例中记载的方法算出。

[0061] (通式(2)所表示的取代基)

[0062] 通式(2)所表示的取代基,如下述式(2)所示,具有阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基。

[0063]



[0064] 在上述通式(2)中, $Y^1$ 和 $Y^2$ 一个为氢原子,另一个表示下述通式(3)所表示的阳离子性基团,PO表示丙烯氧基。

[0065]  $p$ 表示通式(2)中所含的阳离子化乙烯氧基( $-\text{CH}(Y^1)-\text{CH}(Y^2)-\text{O}-$ )的数目,并且为0或正整数。从制造的容易性的观点出发, $p$ 优选为0~3的整数,进一步优选为0~2的整数,更加优选为0或1。

[0066]  $q$ 表示通式(2)中所含的丙烯氧基( $-\text{PO}-$ )的数目,并且为0或正整数。从制造的容易性的观点出发, $q$ 优选为0~4的整数,进一步优选为0~2的整数,更加优选为0或1。

[0067] 在C-HPC分子内存在多个通式(2)所表示的取代基的情况下,在该取代基之间 $p$ 、 $q$ 的值也可以分别不同。

[0068]  $p$ 和 $q$ 的合计,从制造的容易性的观点出发,优选为1~5的整数,进一步优选为1~4的整数,更加优选为1~3的整数,更进一步优选为1或2。

[0069] 在 $p$ 和 $q$ 都不为0的情况下,所述阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的加成顺序不受限制,但从制造的容易性的观点出发,优选为通式(2)中记载的顺序。

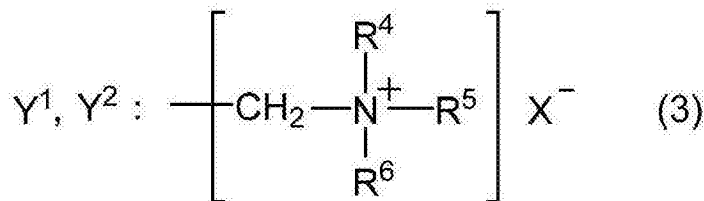
[0070] 另外,在 $p$ 和 $q$ 都不为0并且 $p$ 和/或 $q$ 为2以上的情况下,可以为嵌段结合或者无规结合的任一种,但从制造的容易性的观点出发,优选为嵌段结合。

[0071]  $n$ 个 $R^1$ 、 $n$ 个 $R^2$ 、 $n$ 个 $R^3$ 中,至少1个通式(2)的 $p$ 不为0,另外,至少1个通式(2)的 $q$ 不为0。

[0072] (通式(3)所表示的阳离子性基团)

[0073] 通式(3)所表示的阳离子性基团具有下述式子所表示的结构。

[0074]



[0075] 在通式(3)中, R<sup>4</sup>、R<sup>5</sup>和 R<sup>6</sup>分别独立地为碳原子数为 1~3 的直链或支链的烷基, 作为其具体例子, 可以列举甲基、乙基、正丙基以及异丙基。其中, 从 C-HPC 的水溶性的观点出发, 优选为甲基或者乙基, 更加优选为甲基。

[0076] 在通式(3)中, X 表示作为铵基的反离子的阴离子性基团。X 只要是阴离子性基团就没有特别地限定。作为其具体例子, 可以列举烷基硫酸离子、硫酸离子、磷酸离子、烷基碳酸离子以及卤化物离子等。其中, 从制造的容易性的观点出发, 优选为卤化物离子。作为卤化物离子, 可以列举氟化物离子、氯化物离子、溴化物离子以及碘化物离子, 从 C-HPC 的水溶性和化学稳定性的观点出发, 优选为氯化物离子、溴化物离子, 进一步优选为氯化物离子。

[0077] 在通式(1)所表示的 C-HPC 中, 从通过本发明的毛发化妆品对处理干燥后的毛发赋予良好的手指通过性、齐整感的观点, 以及制造的容易性的观点出发, 阳离子化乙烯氧基的取代度为 2.9 以下, 优选为 2.5 以下, 进一步优选为 2.0 以下, 更加优选为 1.5 以下, 更进一步优选为 1.2 以下。另外, 从通过本发明的毛发化妆品抑制处理干燥后的毛发的发粘感, 赋予良好的手指通过性、齐整性的观点出发, 为 0.01 以上, 优选为 0.1 以上, 进一步优选为 0.2 以上, 更加优选为 0.3 以上, 更进一步优选为 0.8 以上。如果综合这些观点, 为 0.01~2.9, 优选为 0.1~2.5, 进一步优选为 0.2~2.0, 更加优选为 0.3~1.5, 更进一步优选为 0.8~1.2。

[0078] 在本发明中, 阳离子化乙烯氧基的取代度是指每 1mol 构成纤维素主链的脱水葡萄糖单元(以下, 也称为“AGU”)的 C-HPC 分子中存在的阳离子化乙烯氧基的平均摩尔数。阳离子化乙烯氧基的取代度可以根据后述的实施例中记载的方法进行测定。

[0079] 从通过本发明的毛发化妆品抑制处理干燥后的毛发的发粘感, 赋予良好的手指通过性、齐整感的观点以及制造的容易性的观点出发, 丙烯氧基的取代度为 4.0 以下, 优选为 3.0 以下, 进一步优选为 2.9 以下, 更加优选为 2.8 以下, 更进一步优选为 2.0 以下。另外, 从通过本发明的毛发化妆品抑制处理干燥后的毛发的发粘感, 赋予良好的手指通过性、齐整感的观点出发, 为 0.1 以上, 优选为 0.2 以上, 进一步优选为 0.3 以上, 更加优选为 0.6 以上, 更进一步优选为 1.0 以上。如果综合这些观点, 为 0.1~4, 优选为 0.2~3.0, 进一步优选为 0.3~2.8, 更加优选为 0.6~2.5, 更进一步优选为 1.0~2.0。

[0080] 本发明中的丙烯氧基的取代度是指每 1mol 构成纤维素主链的 AGU 的 C-HPC 分子中存在的丙烯氧基的平均摩尔数。丙烯氧基的取代度可以通过后述的实施例中记载的方法进行测定。

[0081] 从制造的容易性的观点出发, 阳离子化乙烯氧基的取代度和丙烯氧基的取代度的和优选为 3.2 以下, 进一步优选为 3.0 以下, 更加优选为 2.5 以下, 从提高用毛发化妆品处理过的毛发干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发, 优选为 0.9 以上, 进一步优选为 1.2 以上, 更加优选为 1.5 以上。如果综合这些观点, 阳离子化乙烯氧基的取代度和丙烯氧基的

取代度的和优选为 0.9 ~ 3.2, 进一步优选为 1.2 ~ 3.0, 更加优选为 1.5 ~ 2.5。

[0082] C-HPC 的 2 质量 % 水溶液在 30℃ 下的粘度(以下也简称为“2% 粘度”), 从配合到皮肤清洗剂组合物中的配合容易性、保存稳定性的观点出发, 优选为 2 ~ 30000mPa·s, 进一步优选为 3 ~ 25000mPa·s, 更加优选为 4 ~ 20000mPa·s, 更进一步优选为 5 ~ 15000mPa·s。另外, 所述 2% 粘度为根据实施例中记载的方法测定的值。

[0083] C-HPC 的含量, 从通过本发明的毛发化妆品抑制处理干燥后的毛发的发粘感, 赋予良好的手指通过性、齐整感的观点出发, 为 0.0001 质量 % 以上, 优选为 0.001 质量 % 以上, 进一步优选为 0.01 质量 % 以上, 更加优选为 0.05 质量 % 以上, 更进一步优选为 0.07 质量 % 以上。另外, 从通过本发明的毛发化妆品抑制处理干燥后的毛发的发粘感, 赋予良好的手指通过性、齐整感的观点出发, 优选为 10 质量 % 以下, 进一步优选为 5 质量 % 以下, 进一步优选为 2 质量 % 以下, 更加优选为 1 质量 % 以下, 更进一步优选为 0.7 质量 % 以下。如果综合这些观点, C-HPC 的含量为 0.0005 ~ 10 质量 %, 优选为 0.001 ~ 10 质量 %, 进一步优选为 0.005 ~ 5 质量 %, 进一步优选为 0.01 ~ 2 质量 %, 更加优选为 0.05 ~ 1 质量 %, 更进一步优选为 0.07 ~ 0.7 质量 %。

[0084] [ 阳离子化羟丙基纤维素(C-HPC) 的制造 ]

[0085] 本发明的 C-HPC 例如可以通过以下的(1) ~ (3) 的制造方法而得到。

[0086] (1) 将纤维素和大量的水以及大量过量的碱金属氢氧化物以浆料的状态混合, 使之与阳离子化剂以及氧化丙烯进行反应的方法。

[0087] (2) 使用含有氯化锂的二甲基乙酰胺作为溶剂, 进一步添加胺类或者醇盐催化剂使纤维素溶解, 使之与阳离子化剂以及氧化丙烯进行反应的方法。

[0088] (3) 如所述(1)或(2)那样, 不使用过量的水或者溶剂, 使粉末状、球团状或者碎片状的纤维素与阳离子化剂以及氧化丙烯在碱共存下进行反应的方法。

[0089] 在所述(1) ~ (3) 的制造方法中, 可以先进行与阳离子化剂的反应和与氧化丙烯的反应的任一个, 也可以同时进行。

[0090] 在这些制造方法中, 从制造的容易性的观点出发, 优选所述(3)的制造方法。作为通过所述(3)的方法的 C-HPC 的制造方法的具体例子, 可以列举(3-1)依次进行含有纤维素的原料的阳离子化、羟丙基化的方法, (3-2) 依次进行含有纤维素的原料的碱纤维素化、羟丙基化、阳离子化的方法等。

[0091] 以下, 针对所述(3) 的制造方法进行具体地说明。

[0092] [ (3-1) 进行含有纤维素的原料的阳离子化、羟丙基化的方法 ]

[0093] < 含有纤维素的原料 >

[0094] 用于制造 C-HPC 的含有纤维素的原料优选使用(i)含有降低了结晶性的纤维素的原料例如低结晶性的粉末纤维素、或者(ii)结晶性高的含有纤维素的原料例如纸浆。

[0095] <(3-1-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 >

[0096] (含有降低了结晶性的纤维素的原料的制造)

[0097] 含有降低了结晶性的纤维素的原料, 例如低结晶性的粉末纤维素, 可以由作为通用原料而得到的薄片状或者卷曲状的纤维素纯度高的纸浆制得。低结晶性粉末纤维素的调制方法没有特别限定。例如, 可以列举日本特开昭 62-236801 号公报、日本特开 2003-64184 号公报、日本特开 2004-331918 号公报等中记载的方法。其中, 从提高含有降低了结晶性的

纤维素的原料例如低结晶性的粉末纤维素的生产性的观点出发,更加优选使用通过机械处理得到的低结晶性或者非结晶性粉末纤维素(以下,也总称为“低结晶性粉末纤维素”)。

[0098] 在此,低结晶性粉末纤维素的“低结晶性”是指纤维素的结晶结构中非晶部分的比例多的状态。具体而言,通过下述计算式(1)求得的结晶度,从提高与阳离子化剂以及氧化丙烯的反应性的观点出发,优选为30%以下,进一步优选为20%以下,更加优选为10%以下,更进一步优选使用该结晶度大致为0%的完全非晶化纤维素。

[0099] 结晶度(%) =  $[(I_{22.6} - I_{18.5}) / I_{22.6}] \times 100$  (1)

[0100] (式中, $I_{22.6}$ 表示X射线衍射中晶格面(002面)(衍射角 $2\theta = 22.6^\circ$ )的衍射强度, $I_{18.5}$ 表示非晶部分(衍射角 $2\theta = 18.5^\circ$ )的衍射强度。)

[0101] 作为通过机械处理制造低结晶性粉末纤维素的方法,例如可以列举将粗粉碎薄片状纸浆而得到的碎片状纸浆用粉碎机进行处理的方法。在通过粉碎机处理之前也可以将碎片状纸浆用挤出机进行处理。

[0102] 作为在该方法中使用的挤出机,可以列举单轴或者双轴的挤出机,优选为双轴挤出机,从施加强大的压缩剪切力的观点出发,优选在螺杆的任一部分上具备所谓的捏合盘(kneading disc)部的挤出机。

[0103] 作为使用挤出机的处理方法,没有特别限定,优选为将碎片状纸浆投入到挤出机中,连续地进行处理的方法。

[0104] 作为粉碎机,可以列举高压压缩辊磨机、旋转辊磨机等的辊磨机(roll mill);环辊式磨机(ring roller mill)、辊式轨磨(roller race mill)、球跑轨磨(ball-race mill)等的立式辊磨机;转动球磨机、振动球磨机、振动棒磨机、振动管磨机、行星球磨机、离心流动研磨机等容器驱动介质研磨机;塔式粉碎机、搅拌槽式研磨机、流通槽式研磨机、圆筒型环隙式砂磨机(annular mill)等的介质搅拌式研磨机;高速离心辊磨机、Ongumiru等的压密剪切研磨机、研钵或者石磨等。其中,从有效地降低纤维素的结晶度的观点以及生产性的观点出发,优选容器驱动式介质研磨机或者介质搅拌式研磨机,进一步优选容器驱动式介质研磨机,进一步优选振动球磨机、振动棒磨机以及振动管磨机等的振动研磨机,更加优选振动球磨机、振动棒磨机。

[0105] 作为处理方法,可以为分批式、连续式中的任意一种。

[0106] 球、棒等介质的填充率根据粉碎机的机种其优选范围不同,但优选为10~97%,进一步优选为15~95%的范围。如果填充率在该范围内,则可以提高原料纸浆和介质的接触频率,并且不妨碍介质的运动,提高粉碎效率。此处的填充率是指相对于粉碎机的搅拌部的容积,介质的表观体积。

[0107] 在球磨机的情况下,用作介质的球的材质没有特别限定,例如可以列举铁、不锈钢、氧化铝、氧化锆等。球的外径,从有效地降低纤维素的结晶度的观点出发,优选为0.1~100mm,进一步优选为1~50mm。

[0108] 另外,从有效地降低纤维素的结晶度的观点出发,粉碎机的处理时间优选为5分钟~72小时,进一步优选为10分钟~30小时。另外,在粉碎机处理的时候,从将由于产生的热导致的改性或者劣化降低到最小限度的观点出发,优选在250℃以下,进一步优选为5~200℃的范围内进行处理。

[0109] 用作粉碎机的介质的棒是棒状的介质,可以使用棒的截面为四边形、六边形等多



边形、圆形、椭圆形等的棒。

[0110] 作为棒的外径,优选为 0.5 ~ 200mm,进一步优选为 1 ~ 100mm,更加优选为 5 ~ 50mm 的范围。作为棒的长度,只要比粉碎机的容器的长度短的都没有特别地限定。如果棒的大小在上述范围内,则可以得到所希望的粉碎力,高效地使纤维素低结晶化。

[0111] 对于填充有棒的振动研磨机的处理时间、处理温度没有特别地限定,但可以在与所述的球磨机同样的处理时间、处理温度下进行。

[0112] 通过上述的方法,也可以控制分子量,可以容易地调制通常难以得到的聚合度高并且低结晶性的粉末纤维素。低结晶性的粉末纤维素的平均聚合度优选为 50 ~ 5000,进一步优选为 100 ~ 3000,更加优选为 200 ~ 2000,更进一步优选为 350 ~ 1500。

[0113] 另外,低结晶性粉末纤维素的平均粒径只要能保持作为粉体的流动性好的状态即可,没有特别地限定,但优选为 300  $\mu\text{m}$  以下,进一步优选为 150  $\mu\text{m}$  以下,更加优选为 50  $\mu\text{m}$  以下。另外,从提高粉末纤维素的操作性的观点出发,优选为 20  $\mu\text{m}$  以上,进一步优选为 25  $\mu\text{m}$  以上。为了避免由于凝聚等导致的微量的粗大颗粒的混入,在反应中优选根据需要使用了 300 ~ 1000  $\mu\text{m}$  左右的筛子的过筛品。

[0114] (含有降低了结晶性的纤维素的原料的阳离子化)

[0115] 在碱存在下,使缩水甘油基三烷基铵盐与由上述得到的含有降低了结晶性的纤维素的原料例如低结晶性粉末纤维素反应阳离子化,制造阳离子化纤维素。

[0116] 作为用作阳离子化剂的缩水甘油基三烷基铵盐,可以列举缩水甘油基三甲基氯化铵、缩水甘油基三乙基氯化铵、缩水甘油基三甲基溴化铵、缩水甘油基三乙基溴化铵等,但从入手性的观点出发,优选缩水甘油基三甲基氯化铵。

[0117] 缩水甘油基三烷基铵盐的添加量,从提高用毛发化妆品处理的毛发的干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发,相对于 1mol 的纤维素的 AGU 优选为 0.01 ~ 8.5 倍摩尔,进一步优选为 0.1 ~ 7 倍摩尔,更加优选为 0.2 ~ 5.5 倍摩尔,更进一步优选为 0.5 ~ 4.5 倍摩尔。

[0118] 作为在阳离子化时存在的碱,可以列举氢氧化锂、氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、氢氧化钡等,从入手性、通用性、经济性的观点出发,更加优选氢氧化钠、氢氧化钡。

[0119] 碱的添加量根据纤维素的种类等而不同,但从有效地使纤维素和阳离子化剂反应的观点出发,相对于 1mol 的纤维素的 AGU 通常优选为 0.05 ~ 1.0 倍摩尔,进一步优选为 0.06 ~ 1.0 倍摩尔,更加优选为 0.07 ~ 0.7 倍摩尔,更进一步优选为 0.1 ~ 0.3 倍摩尔。

[0120] 反应体系中的水分含量优选相对于作为原料使用的纤维素为 100 质量% 以下。如果相对于纤维素的水分含量在该范围内的话,纤维素不会过度地凝聚,能够以具有流动性的粉末状态使之反应。从该观点出发,进一步优选为 80 质量% 以下,更加优选为 5 ~ 50 质量%。

[0121] 反应温度通常为 10 ~ 85 $^{\circ}\text{C}$ ,优选为 15 ~ 80 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0122] (阳离子化纤维素的羟丙基化)

[0123] 通过将由上述得到的阳离子化纤维素与氧化丙烯反应进行羟丙基化,可以制造 C-HPC。

[0124] 在此,氧化丙烯的使用量,从提高用毛发化妆品处理过的毛发干燥后的手指通过性、齐整感,并且抑制发粘感的观点出发,每 1mol 纤维素分子中的 AGU 优选为 0.01 ~ 8.5

倍摩尔,进一步优选为 0.1 ~ 5.0 倍摩尔,更加优选为 1.0 ~ 3.0 倍摩尔。

[0125] 作为羟丙基化的催化剂,可以使用碱或者酸。作为碱催化剂,可以列举氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化锂等的碱金属氢氧化物、氢氧化镁、氢氧化钙等的碱土金属氢氧化物、三甲基胺、三乙基胺、三乙二胺等的叔胺类。作为酸催化剂,可以列举三氟甲磺酸镧等的路易斯酸催化剂等。

[0126] 其中,从抑制含有纤维素的原料中的纤维素的聚合度的降低的观点出发,优选为碱催化剂,进一步优选为碱金属氢氧化物,更加优选为氢氧化钠、氢氧化钾。这些催化剂可以单独使用或者组合 2 种以上使用。

[0127] 催化剂的使用量没有特别地限制,但每 1mol 纤维素分子中的 AGU,通常为 0.05 ~ 1.0 倍摩尔,优选为 0.07 ~ 0.7 倍摩尔,进一步优选为 0.1 ~ 0.3 倍摩尔。在事先进行阳离子化工序的情况下,可以将阳离子化工序中使用的碱直接作为羟丙基化中的催化剂使用,也可以在羟丙基化工序中不添加新的催化剂。

[0128] 对氧化丙烯的添加方法没有特别地限制,例如,可以列举(a)在阳离子化纤维素中添加催化剂之后滴加氧化丙烯的方法、(b)在阳离子化纤维素中一次性添加氧化丙烯,之后慢慢添加催化剂使之反应的方法,更加优选(a)法。

[0129] 反应体系内的水分含量优选相对于作为原料使用的纤维素为 100 质量%以下。如果相对于纤维素的水分含量在此范围内的话,可以使阳离子化纤维素不会过度地凝聚,在具有流动性的粉末状态下使之反应。从该观点出发,优选为 80 质量%以下,进一步优选为 5 ~ 50 质量%。

[0130] 在本发明中,优选使阳离子化纤维素、催化剂以及氧化丙烯以具有流动性的粉末状态进行反应,也可以预先用搅拌机等的混合机或者振荡机、或者混合研磨机等根据需要将阳离子化纤维素粉末和催化剂均匀地混合分散之后,添加氧化丙烯使之反应。

[0131] 羟丙基化的反应温度优选为 0 ~ 150°C,但从避免氧化丙烯彼此聚合,并且避免引起急剧地反应的观点出发,进一步优选为 10 ~ 100°C,更加优选为 20 ~ 80°C。反应可以在常压下进行。

[0132] 另外,从避免由于反应中纤维素链的裂解导致的分子量的降低的观点出发,优选在氮等的惰性气氛下进行。

[0133] 反应结束之后,除去未反应的氧化丙烯之后,根据需要进行了中和处理、精制处理等之后,通过干燥,可以得到本发明中使用的 C-HPC。

[0134] 中和处理可以按照常用的方法进行。例如,在使用碱催化剂作为催化剂的情况下,可以通过添加醋酸等的液体酸、酸和惰性有机溶剂的混合溶液或者酸水溶液进行。酸的种类没有特别地限定,可以考虑装置的腐蚀等适当选择。精制处理可以用含水异丙醇、含水丙酮溶剂等的溶剂和 / 或水进行清洗或者用透析膜进行。

[0135] 上述 < (3-1-i)使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 中的阳离子化、羟丙基化的反应顺序可以是在进行了含有纤维素的原料中的纤维素的羟丙基化之后进行阳离子化,也可以同时进行。

[0136] 从控制阳离子化乙烯氧基以及丙烯氧基的取代度的观点出发,优选对含有纤维素的原料(原料纤维素)进行阳离子化之后,进行羟丙基化。

[0137] 另外,从提高阳离子化乙烯氧基的取代度的观点出发,也可以在阳离子化反

应、羟丙基化反应之后进一步进行阳离子化反应。

[0138] 在上述〈(3-1-i)使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造〉的阳离子化反应工序以及羟丙基化反应工序中,由于实际上不产生作为主链的纤维素骨架的裂解,因此,得到的 C-HPC 的平均聚合度也可以与含有降低了结晶性的纤维素的原料例如低结晶化处理后的粉末纤维素的平均聚合度近似。

[0139] 〈(3-1-ii)使用含有结晶性高的纤维素的原料的 C-HPC 的制造〉

[0140] (含有结晶性高的纤维素的原料的阳离子化)

[0141] 在作为含有纤维素的原料不使用所述的含有降低了结晶性的纤维素的原料例如低结晶性粉末纤维素,而使用含有结晶性高的纤维素的原料例如纸浆(以下,含有纤维素的原料代表性地表示纸浆)的情况下,为了改善含有纤维素的原料的反应性,优选在阳离子化的时候进行低结晶化。

[0142] 具体而言,通过在含有纤维素的原料中添加阳离子化剂通过粉碎机处理进行低结晶化,之后添加碱一边通过粉碎机处理进行低结晶化一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应,或者,在含有纤维素的原料中添加碱通过粉碎机处理进行低结晶化,之后添加阳离子化剂一边通过粉碎机处理进行低结晶化一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应,从而可以得到阳离子化纤维素。另外,从得到具有高阳离子化乙烯氧基的取代度的 C-HPC 的观点出发,优选在含有纤维素的原料中添加阳离子化剂进行粉碎机处理,之后添加碱进行粉碎机处理,进一步添加阳离子化剂进行粉碎机处理。添加碱之后的阳离子化剂的添加可以以多步进行。

[0143] 从经过该阳离子化得到的 C-HPC 对水的溶解性的观点出发,优选在纤维素的阳离子化中,最初在含有纤维素的原料中添加阳离子化剂通过粉碎机处理进行低结晶化,之后添加碱一边通过粉碎机处理进行低结晶化一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应。

[0144] 作为含有结晶性高的纤维素的原料的种类,可以列举各种木材碎片;由木材制得的木材纸浆、由棉籽周围的纤维得到的棉短绒浆(cotton linter pulp)等的纸浆类;报纸、瓦楞纸板、杂志、高级纸等的纸类;稻草、玉米茎等的植物茎·叶类;稻谷壳、棕榈壳、椰子壳等的植物壳类等,从纤维素纯度高的观点、C-HPC 的生产性的观点出发,优选木材纸浆。

[0145] 作为含有纤维素的原料使用的纸浆的形状,只要导入到制造装置内时没有障碍就不特别限定,从操作上的观点出发,优选使用薄片状纸浆或者将薄片状纸浆裁断或粗粉碎而得到的球团状或碎片状纸浆、或者微粉碎得到的粉末状纤维素。

[0146] 对用作含有纤维素的原料的纸浆的结晶度没有特别限定。然而,通常在纤维素的结晶度降低处理中,由于随着纤维素链的切断伴随有分子量的降低,因此,含有结晶度低的纤维素的原料中的纤维素的分子量低。因此,从得到高分子量的 C-HPC 的观点出发,优选使用结晶性高的纤维素。另外,相反也难以得到通过所述计算式(1)得到的结晶度超过 95% 的结晶度极高的纤维素。因此,从聚合度以及得到的容易性的观点出发,含有纤维素的原料中的纤维素通过所述计算式(1)得到的结晶度优选为 10 ~ 95%,进一步优选为 30 ~ 90%,更加优选为 60 ~ 80%。

[0147] 含有纤维素的原料中的纤维素的平均聚合度也没有特别地限定,但从得到高分子量的 C-HPC 的观点出发,优选使用更大聚合度的纤维素。从该观点出发,含有纤维素的原料

中的纤维素的平均聚合度优选为 50 ~ 5000, 进一步优选为 100 ~ 2000。

[0148] 阳离子化剂的种类以及量、碱的种类、粉碎机的种类、低结晶化的方法以及条件等的优选实施方式, 除了用于低结晶化的粉碎机的处理时间以及碱的量之外, 与上述 < (3-1-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 项中记载的相同。

[0149] 用于低结晶化的粉碎机的处理时间, 从有效地降低纤维素的结晶度, 并且抑制聚合度的降低的观点出发, 优选为 1 分钟 ~ 5 小时, 进一步优选为 2 分钟 ~ 3 小时, 更加优选为 5 分钟 ~ 2 小时。

[0150] 碱的量, 从有效地使纤维素和阳离子化剂进行反应的观点出发, 每 1mol 含有纤维素的原料中的纤维素的 AGU 优选为 0.05 ~ 1.5 倍摩尔, 进一步优选为 0.07 ~ 1.0 倍摩尔, 更加优选为 0.1 ~ 0.6 倍摩尔。

[0151] 在添加阳离子化剂和碱之后低结晶化时进行阳离子化, 但在反应的进行不充分的情况下, 通过优选在 10 ~ 100°C, 进一步优选为 30 ~ 80°C 下进行熟成, 可以使反应进行。

[0152] 即便在阳离子化反应进行完全的情况下, 通过进一步添加缩水甘油基三烷基铵盐进行上述熟成, 可以得到阳离子化乙烯氧基的取代度高的阳离子化纤维素。

[0153] 熟成时的水分量以及其优选实施方式, 除了替代作为原料的低结晶性粉末纤维素而使用含有结晶度高的纤维素的原料这一点以外, 与所述的低结晶性粉末纤维素的阳离子化的情况相同。

[0154] 另外, 从避免由于反应中的纤维素链的裂解而导致的分子量的降低的观点出发, 优选在氮等惰性气氛下进行。

[0155] (阳离子化纤维素的羟丙基化)

[0156] < (3-1-ii) 使用含有结晶性高的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 :a 方法 > 中的阳离子化纤维素的羟丙基化中使用的氧化丙烯量、催化剂、反应条件、反应结束后的处理以及它们的优选实施方式, 和上述 < (3-1-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 中的羟丙基化中记载的相同。

[0157] 上述 < (3-1-ii) 使用含有结晶性高的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 :a 方法 > 中的阳离子化、羟丙基化的反应顺序可以是在进行了含有纤维素的原料的羟丙基化之后进行阳离子化, 也可以是同时进行, 从阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的取代度的控制的观点出发, 优选在对含有纤维素的原料进行阳离子化之后进行羟丙基化。

[0158] 另外, 从提高阳离子化乙烯氧基的取代度的观点出发, 也可以在进行了阳离子化反应、羟丙基化反应之后, 进一步进行阳离子化反应。

[0159] [(3-2) 在进行了含有纤维素的原料的碱纤维素化之后, 进行阳离子化、羟丙基化的方法]

[0160] < 含有纤维素的原料 >

[0161] 用于制造 C-HPC 的含有纤维素的原料与 [(3-1) 进行含有纤维素的原料的阳离子化、羟丙基化的方法] 同样地, 优选使用 (i) 含有降低了结晶性的纤维素的原料或者 (ii) 含有结晶性高的纤维素的原料。

[0162] < (3-2-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 :b 方法 >

[0163] (含有降低了结晶性的纤维素的原料的制造)

[0164] 对于含有降低了结晶性的纤维素的原料, 和 < (3-1-i) 使用含有降低了结晶性的

纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 中记载的相同。

[0165] 从提高含有降低了结晶性的纤维素的原料的生产性的观点出发,优选含有结晶性高的纤维素的原料,例如粉碎处理木材纸浆而得到的含有纤维素的原料。

[0166] 另外,含有降低了结晶性的纤维素的原料的结晶度,从提高后述的碱纤维素与阳离子化剂以及和氧化丙烯的反应性的观点,以及提高含有纤维素的原料的聚合度的观点出发,优选为 10 ~ 50%,进一步优选为 10 ~ 40%,更加优选为 10 ~ 30%。

[0167] (含有降低了结晶性的纤维素的原料的碱纤维素化)

[0168] 通过将含有降低了结晶性的纤维素的原料、碱和水混合,可以得到碱纤维素。

[0169] 作为碱,可以列举氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化锂等的碱金属氢氧化物、氢氧化镁、氢氧化钙等的碱土金属氢氧化物、三甲基胺、三乙基胺、三乙二胺等的叔胺类。其中优选为碱金属氢氧化物或者碱土金属氢氧化物,进一步优选为碱金属氢氧化物,更加优选为氢氧化钠、氢氧化钾。这些碱可以单独使用或者组合 2 种以上使用。

[0170] 碱的量,从提高碱纤维素的收率的观点,以及提高后述的碱纤维素与阳离子化剂以及氧化丙烯的生产性的观点出发,每 1mol 构成含有纤维素的原料中的纤维素的 AGU,优选为 0.6 ~ 1.5mol,进一步优选为 0.7 ~ 1.3mol,更加优选为 0.8 ~ 1.2mol。

[0171] 水的添加量,从提高碱纤维素的收率的观点以及提高后述的碱纤维素与阳离子化剂以及氧化丙烯的生产性的观点出发,相对于含有纤维素的原料中的纤维素优选为 20 ~ 100 质量%,进一步优选为 25 ~ 70 质量%,更加优选为 30 ~ 60 质量%。

[0172] 含有降低了结晶性的纤维素的原料、碱、以及水的混合方法没有特别限定,但从提高生产性的观点出发,优选在含有降低了结晶性的纤维素的原料中添加碱和水。作为添加的方法,可以是一次性添加、也可以是分批添加。另外,也可以喷雾预先将碱和水混合后的混合物来添加。

[0173] 作为进行混合的装置,只要是能够将碱分散于含有纤维素的原料中的装置就没有特别限定。例如,可以列举螺带型混合机、桨型混合机、圆锥行星螺杆型混合机、捏合机等混合机。其中,进一步优选水平轴型桨型混合机,具体而言,优选作为具有切碎翼的水平轴型的桨型混合机的 Lodige 混合机。

[0174] 在将含有降低了结晶性的纤维素的原料、碱、和水混合之后,从提高碱纤维素的生成速度的观点出发,优选进行熟成。熟成温度优选为 35 ~ 90℃,进一步优选为 38 ~ 80℃,更加优选为 40 ~ 70℃。另外,熟成时间优选为 0.1 ~ 24 小时,进一步优选为 0.5 ~ 12 小时,更加优选为 1 ~ 6 小时。

[0175] 从含有纤维素的原料到碱纤维素的变化可以用 X 射线结晶衍射测定来确认。

[0176] (碱纤维素的羟丙基化)

[0177] 碱纤维素的羟丙基化中的氧化丙烯量、催化剂种类、催化剂量、反应条件的优选实施方式与上述 < (3-1-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 的(羟丙基化)中记载的相同。

[0178] (羟丙基化纤维素的阳离子化)

[0179] 羟丙基纤维素的阳离子化中的阳离子化剂种类、阳离子化剂量、催化剂种类、催化剂量以及反应条件的优选实施方式与上述 < (3-1-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 的(阳离子化)中记载的相同。

[0180] < (3-2-ii) 使用含有结晶性高的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 :c 方法 >

[0181] (含有纤维素的原料的碱纤维素化)

[0182] 对含有纤维素的原料和碱一起在实质上不存在水的条件下进行粉碎机处理,得到纤维素·碱混合粉碎物之后,通过混合水可以得到碱纤维素。

[0183] 含有纤维素的原料的种类、形状、结晶度、平均聚合度的优选实施方式和上述 a 方法中的(含有结晶性高的纤维素的原料的阳离子化)中记载的相同。

[0184] 另外,碱化合物的种类、碱的量的优选实施方式与上述 b 方法中的(碱纤维素化)中记载的相同。

[0185] 从降低粉碎时的水分量的观点出发,碱优选以不含有水分的状态混合。

[0186] 粉碎机处理优选在实质上水不存在的条件下进行。即,从提高粉碎效率或水分除去的简便性等的生产性的观点出发,含水量相对于含有纤维素的原料优选为 10 质量%以下,进一步优选为 0.01 ~ 8 质量%,更加优选为 0.1 ~ 6 质量%,更进一步优选为 1 ~ 5 质量%。

[0187] 粉碎机的种类、以及粉碎条件的优选实施方式与上述 < (3-1-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 中的(含有降低了结晶性的纤维素的原料的制造)中记载的相同。

[0188] 从提高碱纤维素的生成速度的观点、提高碱纤维素的收率、以及抑制纤维素的平均聚合度的降低的观点出发,优选粉碎直至纤维素·碱混合粉碎物中的纤维素的平均粒径为 10 ~ 150  $\mu\text{m}$ ,进一步优选为 20 ~ 130  $\mu\text{m}$ ,更加优选为 40 ~ 100  $\mu\text{m}$ ,进一步更优选为 50 ~ 80  $\mu\text{m}$ 。纤维素·碱混合粉碎物中的纤维素的平均粒径可以通过实施例记载的方法进行测定。

[0189] 从提高碱纤维素的收率的观点、以及提高后述的碱纤维素与阳离子化剂以及氧化丙烯的生产性的观点出发,优选以使纤维素·碱混合粉碎物的含水量相对于含有纤维素的原料中的纤维素成为 30 ~ 100 质量%的方式将水混合于纤维素·碱混合粉碎物中,进一步优选为 35 ~ 70 质量%,更加优选为 40 ~ 60 质量%。

[0190] (碱纤维素的羟丙基化)

[0191] 碱纤维素的羟丙基化中的氧化丙烯量、催化剂种类、催化剂量、反应条件的优选实施方式与上述 < (3-1-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 中的(羟丙基化)中记载的相同。

[0192] (羟丙基纤维素的阳离子化)

[0193] 羟丙基纤维素的阳离子化中的阳离子化剂种类、阳离子化剂量、催化剂种类、催化剂量以及反应条件的优选实施方式和上述 < (3-1-i) 使用含有降低了结晶性的纤维素的原料的 C-HPC 的制造 > 中的(阳离子化)中记载的相同。

[0194] 上述 b 方法、c 方法中的羟丙基化、阳离子化的反应顺序也可以相反,但从提高阳离子化乙烯氧基的取代度的观点出发,优选以羟丙基化反应、阳离子化反应的顺序进行。

[0195] 作为本发明中使用的 C-HPC 的制造方法,从提高用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的手指通过性、以及齐整感的观点出发,优选所述(3-1)的方法中的 < (3-1-ii) 使用含有结晶性高的纤维素的原料例如纸浆的 C-HPC 的制造 > 中记载的方法(下述 a 方法)、以及(3-2)中记载的方法(下述 b 方法和 c 方法)。

[0196] 具体而言,从提高用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的手指通过性、以及齐整感的观点出发,C-HPC 优选为通过具有下述工序(a-1)~(a-3)的方法得到的 C-HPC、或者通过具有下述工序(a-4)和(a-5)的方法得到的 C-HPC、或者通过具有下述工序(b-1)~(b-4)的方法得到的 C-HPC、或者通过具有下述工序(c-1)~(c-4)的方法得到的 C-HPC,进一步优选为通过下述 a 方法:具有工序(a-1)~(a-3)的方法而得到的 C-HPC、通过下述 b 方法:具有工序(b-1)~(b-4)的方法而得到的 C-HPC,或者通过下述 c 方法:具有工序(c-1)~(c-4)的方法而得到的 C-HPC。

[0197] a方法:

[0198] 工序(a-1):在含有纤维素的原料中添加阳离子化剂进行粉碎机处理的工序

[0199] 工序(a-2):在工序(a-1)中得到的粉碎机处理物中添加碱,一边进行粉碎机处理一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应,得到阳离子化纤维素的工序

[0200] 工序(a-3):使工序(a-2)中得到的阳离子化纤维素和氧化丙烯反应,得到阳离子化羟丙基纤维素(A)的工序

[0201] 工序(a-4):在含有纤维素的原料中添加碱,通过粉碎机处理进行低结晶化,之后添加阳离子化剂,一边通过粉碎机处理进行低结晶化一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应,得到阳离子化纤维素的工序

[0202] 工序(a-5):使工序(a-4)中得到的阳离子化纤维素和氧化丙烯 反应,得到阳离子化羟丙基纤维素的工序

[0203] b方法:

[0204] 工序(b-1):对含有纤维素的原料进行粉碎处理,得到含有结晶度为 10~50%的纤维素的含有纤维素的原料的工序

[0205] 工序(b-2):对于工序(b-1)中得到的含有纤维素的原料,添加每 1mol 构成该纤维素的 AGU 为 0.6~1.5 倍摩尔的碱、和相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 20~100 质量%的水,得到碱纤维素的工序

[0206] 工序(b-3):使工序(b-2)中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应,得到羟丙基纤维素的工序

[0207] 工序(b-4):使工序(b-3)中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应,得到阳离子化羟丙基纤维素(A)的工序

[0208] c方法:

[0209] 工序(c-1):对含有纤维素的原料以及每 1mol 构成含有纤维素的原料中的纤维素的 AGU 为 0.6~1.5 倍摩尔的碱的混合物,在水分量相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 10 重量%以下的条件下进行粉碎机处理,得到纤维素的平均粒径为 10~150  $\mu\text{m}$  的纤维素·碱混合粉碎物的工序

[0210] 工序(c-2):在工序(c-1)中得到的纤维素·碱混合粉碎物中添加水,调节该纤维素·碱混合粉碎物中的水分量至相对于工序(c-1)中使用的含有纤维素的原料中的纤维素为 30~100 质量%,得到碱纤维素的工序

[0211] 工序(c-3):使工序(c-2)中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应,得到羟丙基纤维素的工序

[0212] 工序(c-4):使工序(c-3)中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应,得到阳离子

化羟丙基纤维素(A)的工序

[0213] <20℃下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的油剂(B)>

[0214] 作为本发明中使用的成分(B):在 20℃下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的油剂(B),为通常医药品、准医药品、化妆品、化妆用具、日用品等中使用的油性成分,只要是在 20℃下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的水难溶性或者非水溶性的油剂,都可以使用。油剂(B)可以对用本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发赋予显著的齐整感。

[0215] 作为油剂(B)的具体例子,可以列举在 20℃下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的(i)酯油、(ii)硅油、(iii)醚油、(iv)烃油、(v)高级醇、以及(vi)羟基取代或未取代的具有碳原子数为 17 ~ 23 的烃基的羧酸等。

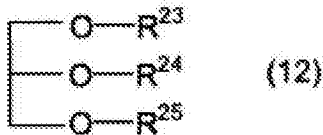
[0216] 作为(i)酯油,从通过本发明的毛发化妆品处理干燥后赋予良好的手指通过性、齐整感的观点出发,优选下述通式(11)或者(12)所表示的酯油、以及二季戊四醇的疏水性羧酸酯。

[0217]  $R^{21}-COO-R^{22}$  (11)

[0218] (式中, $R^{21}$ 为碳原子数为 8 ~ 22 的直链或支链的烷基。 $R^{22}$ 表示碳原子数为 1 ~ 22 的直链或支链的烷基或者烯基。)

[0219] 在通式(11)中,从毛发的齐整感的观点出发, $R^{21}$ 的碳原子数优选为 10 ~ 20,进一步优选为 12 ~ 18。从同样的观点出发, $R^{22}$ 的碳原子数优选为 1 ~ 20,进一步优选为 1 ~ 18。 $R^{22}$ 更优选用丙烯氧基或者苯基分断或者未分断的碳原子数为 1 ~ 18 的直链或支链的烷基或者烯基。

[0220]



[0221] (式中, $R^{23}$ 、 $R^{24}$ 以及  $R^{25}$ 分别独立地为氢原子或者通式(13)所表示的基团,不能全部为氢原子。)

[0222]



[0223] (式中, $R^{26}$ 为羧酸酯基分断或未分断并且羟基取代或未取代的碳原子数为 8 ~ 22 的直链或支链的烷基或者烯基。)

[0224] 在通式(13)中,从毛发的齐整性的观点出发, $R^{26}$ 的碳原子数优选为 8 ~ 20,进一步优选为 8 ~ 18。

[0225] 作为通式(11)或(12)所表示的(i)酯油的具体例子,可以列举蓖麻油、可可油、貂油、鳄梨油、橄榄油、葵花籽油、山茶油、杏仁油、扁桃油(almond oil)、小麦胚芽油,大花可可树(theobroma grandiflorum)籽油、葡萄籽油、巴巴苏油、霍霍巴油、澳洲坚果油、油茶籽油、乳木果油、云南山茶籽油、白芒花籽油(Meadowfoam Oil)、蜂蜡、羊毛脂、还原羊毛脂、羊毛脂脂肪酸辛基十二烷基酯、二十烯酸辛酯、二聚酸二异丙酯、2-乙基己酸肉豆蔻基酯、2-乙基己酸鲸蜡基酯、2-乙基己酸硬脂基酯、辛酸辛基酯、辛酸月桂基酯、辛酸肉豆蔻基酯、辛酸异鲸蜡基酯、丙基庚酸辛基酯、异壬酸十六十八烷基酯、异壬酸异壬酯、异壬酸异十三



烷基酯、月桂酸甲酯、月桂酸己酯、月桂酸辛酯、肉豆蔻酸异丙酯、肉豆蔻酸辛酯、肉豆蔻酸肉豆蔻酯、肉豆蔻酸辛基十二烷基酯、棕榈酸异丙酯、棕榈酸 2-乙基己基酯、棕榈酸辛酯、棕榈酸鲸蜡酯、油酸甲酯、油酸油酯、油酸癸酯、油酸异丁酯、硬脂酸甲酯、硬脂酸 2-乙基己基酯、硬脂酸辛酯、硬脂酸异鲸蜡酯、硬脂酸硬脂酯、硬脂酸丁酯、硬脂酸异十三烷基酯、异硬脂酸异丙酯、异硬脂酸异鲸蜡基酯、异硬脂酸异硬脂基酯、异硬脂酸丙二醇酯、羟基硬脂酸 2-乙基己基酯、芥酸油基酯、丙二醇二癸酸酯、己二酸二异丙基酯、琥珀酸二乙氧基乙基酯、琥珀酸 2-乙基己基酯、蔗糖聚大豆脂肪酸酯、蔗糖聚山嵛酸酯、蔗糖四异硬脂酸酯、三山嵛酸甘油酯、羟烷基(C16-18)羟基二聚亚油基醚、三异硬脂精、四硬脂酸季戊四醇酯等。

[0226] 其中,从赋予通过本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的良好的手指通过性、齐整感的观点出发,优选葵花籽油、鳄梨油、山茶油、澳洲坚果油、乳木果油、月桂酸辛酯、肉豆蔻酸辛酯、肉豆蔻酸辛基十二烷基酯、肉豆蔻酸异丙酯、肉豆蔻酸肉豆蔻酯、棕榈酸异丙酯、棕榈酸 2-乙基己基酯、棕榈酸辛酯、棕榈酸鲸蜡酯、硬脂酸甲酯、硬脂酸 2-乙基己基酯、硬脂酸辛酯、硬脂酸异鲸蜡酯、硬脂酸硬脂基酯、硬脂酸丁酯、硬脂酸异十三烷基酯,进一步优选选自葵花籽油、鳄梨油、山茶油、澳洲坚果油、乳木果油、月桂酸辛酯、肉豆蔻酸辛酯、肉豆蔻酸肉豆蔻酯、棕榈酸异丙酯、棕榈酸辛酯、棕榈酸鲸蜡酯、硬脂酸辛酯、硬脂酸异鲸蜡酯、硬脂酸硬脂酯、硬脂酸异硬脂基酯、以及异硬脂酸异硬脂基酯中的 1 种以上。

[0227] 二季戊四醇的疏水性羧酸酯是指通过二季戊四醇和 1 个以上的疏水性羧酸脱水缩合而得到的化合物,在此,疏水性羧酸是指具有或者不具有羟基的具有碳原子数为 16 ~ 24 的烃基的羧酸。作为疏水性羧酸的具体例子,可以列举棕榈酸、硬脂酸、油酸、异硬脂酸、羟基硬脂酸、松香酸等。

[0228] 从得到性的观点出发,优选由羟基硬脂酸、硬脂酸以及松香酸的混合酸和二季戊四醇构成的酯。

[0229] 作为(ii)硅油,从赋予由本发明的毛发化妆品处理干燥后的良好的手指通过性、齐整感的观点出发,优选选自二甲基聚硅氧烷、聚二甲基硅氧烷醇(末端上具有羟基的二甲基聚硅氧烷)、以及氨基改性硅酮(分子内具有氨基的二甲基聚硅氧烷)、聚醚改性硅酮、甘油基改性硅酮、氨基衍生物硅酮、硅酮蜡、硅酮弹性体中的 1 种以上。

[0230] (ii) 硅油的粘度,从毛发的手指通过性、齐整感、以及毛发化妆品调制时的分散性的观点出发,优选为 10 ~ 1500 万 mm<sup>2</sup>/s。

[0231] 作为(iii)醚油,从通过本发明的毛发化妆品赋予处理干燥后的良好的手指通过性、齐整感的观点出发,优选下述通式(14)所表示的醚油。

[0232]  $R^{27}-O-(PO)_t(EO)_u-H$  (14)

[0233] (式中,R<sup>27</sup>表示碳原子数为 6 ~ 22 的直链或支链的烷基或者烯基。PO 表示丙烯氧基,E0 表示乙烯氧基。另外,PO 的平均加成摩尔数 t 表示 0.1 ~ 15 的数,E0 的平均加成摩尔数 u 表示 0 ~ 10 的数。在 u 不为 0 的情况下,PO 和 E0 的加成形式可以为无规也可以为嵌段,也不限 PO 和 E0 的加成顺序。)

[0234] 在通式(14)中,从毛发的齐整感的观点出发,R<sup>27</sup>的碳原子数优选为 6 ~ 20,进一步优选碳原子数为 6 ~ 18,更加优选碳原子数为 8 ~ 18。

[0235] 另外,平均加成摩尔数 t 优选为 1 ~ 15,进一步优选为 2 ~ 13。

[0236] 作为(iii)醚油的具体例子,可以列举丙烯氧基的平均加成摩尔数为 3 ~ 15 的聚

氧丙烯己基醚、聚氧丙烯辛基醚、聚氧丙烯 2-乙基己基醚、聚氧丙烯癸基醚、聚氧丙烯异癸基醚、聚氧丙烯月桂基醚、聚氧丙烯肉豆蔻基醚、聚氧丙烯棕榈基醚、聚氧丙烯鲸蜡基醚、聚氧丙烯硬脂基醚、聚氧丙烯异硬脂基醚、聚氧丙烯辛基癸基醚、聚氧丙烯二十烷基醚、聚氧丙烯山嵴基醚。

[0237] 其中,从通过本发明的毛发化妆品赋予处理干燥后的毛发良好的手指通过性、齐整感的观点出发,进一步优选选自丙烯氧基的平均加成摩尔数为 3 ~ 10 的聚氧丙烯辛基醚、聚氧丙烯癸基醚、聚氧丙烯月桂基醚中的 1 种以上。

[0238] 作为(iv)烃油,从通过本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的齐整感的观点出发,优选碳原子数为 20 以上的饱和或者不饱和的烃。

[0239] 作为(iv)烃油的具体例子,可以列举角鲨烯、角鲨烷、液体石蜡、液体异构烷烃、重质液体异构烷烃、 $\alpha$ -烯烃低聚物、环烷烃、聚丁烯、凡士林、石蜡、微晶蜡、聚乙烯蜡、地蜡,从毛发的齐整感的观点出发,优选角鲨烷、角鲨烯、液体石蜡、石蜡,进一步优选选自角鲨烷、液体石蜡、石蜡中的 1 种以上。

[0240] 作为(v)高级醇,从通过本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的齐整感的观点出发,优选为具有碳原子数为 6 ~ 22 的直链或支链的烷基或烯基的醇,进一步优选该烷基或者该烯基的碳原子数为 8 ~ 20,更加优选为 12 ~ 18。

[0241] 作为(v)高级醇的具体例子,可以列举己醇、2-乙基己醇、辛醇、癸醇、异癸醇、月桂醇、肉豆蔻醇、棕榈醇、鲸蜡醇、硬脂醇、异硬脂醇、2-辛基十二烷醇、二十烷醇、山嵴醇。

[0242] 其中,从毛发的手指通过性、齐整感的观点出发,优选月桂醇、肉豆蔻醇、鲸蜡醇、硬脂醇、山嵴醇、2-辛基十二烷醇,进一步优选月桂醇、肉豆蔻醇、鲸蜡醇、硬脂醇、2-辛基十二烷醇,更加优选选自鲸蜡醇、硬脂醇以及 2-辛基十二烷醇中的 1 种以上。

[0243] 作为(vi)羟基取代或未取代的具有碳原子数为 17 ~ 23 的烃基的羧酸的烃基,优选为直链或支链的烷基或者烯基。

[0244] 作为羟基取代或未取代的具有碳原子数为 17 ~ 23 的烃基的羧酸的具体例子,可以列举硬脂酸、油酸、异硬脂酸、羟基硬脂酸、山嵴酸、松香酸。其中,从毛发的手指通过性、齐整感的观点出发,优选硬脂酸、油酸、异硬脂酸、羟基硬脂酸、山嵴酸,更优选油酸、异硬脂酸。

[0245] 本发明的毛发化妆品,从抑制毛发干燥后的发粘感并提高手指通过性、齐整感的观点出发,作为油剂(B)优选含有选自通式(4)所表示的酯化合物、通式(5)所表示的二烷基碳酸酯化合物、以及通式(6)所表示的二烷基醚化合物中的 1 种以上的化合物。

[0246] (通式(4)所表示的酯化合物)

[0247] 下述通式(4)所表示的酯化合物为通过芳香族醇氧化烯烃加成物和脂肪族羧酸的酯化反应而得到的酯化合物。

[0248]  $R^7O-(AO)_m-COR^8$  (4)

[0249] (式中, $R^7$ 表示取代或非取代的含有至少 1 个芳香环的碳原子数为 6 ~ 20 的烃基, $R^8$ 表示碳原子数为 1 ~ 25 的直链或支链的烷基或烯基。AO 表示碳原子数为 2 ~ 4 的氧化烯基(alkyleneoxy), $m$  为 1 ~ 50 的数。在  $m$  为 2 以上的情况下, $m$  个 AO 基可以相同,也可以不同。)

[0250] 通式(4)的  $R^7$ ,从抑制用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的发粘感,提高手

指通过性、齐整感的观点出发,优选为碳原子数为6~12的芳香族烃基,进一步优选为碳原子数为6~10的芳香族烃基,更加优选为苄基。

[0251] 从与上述相同的观点出发, R<sup>8</sup>优选为碳原子数为7~21的烷基,进一步优选为碳原子数为11~15的烷基。

[0252] 从与上述相同的观点出发, A<sub>0</sub>基优选为丙烯氧基, m 优选为1~10, 进一步优选为1~5。

[0253] 作为通式(4)所表示的酯化合物的优选例子, 可以列举苄醇的环氧丙烷 3mol 加成体与肉豆蔻酸的酯(Croda 公司制造, 商品名: CRODAMOL STS)、苄醇的环氧丙烷 3mol 加成体和 2-乙基己酸的酯(Croda 公司制造, 商品名: CRODAMOL SFX) 等。

[0254] (通式(5)所表示的二烷基碳酸酯化合物)

[0255]  $R^9O(CH_2CH_2O)_rCO(OCH_2CH_2)_s-OR^{10}$  (5)

[0256] (式中, R<sup>9</sup>和 R<sup>10</sup>分别表示碳原子数为6~22的直链或支链的烷基和/或烯基, r 和 s 分别为0或1~50的数。)

[0257] 在通式(5)所表示的化合物中, 从抑制用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥后的发粘感, 提高手指通过性、齐整感的观点出发, R<sup>9</sup>和 R<sup>10</sup>优选为碳原子数为6~18的烷基, 进一步优选为碳原子数为8~12的烷基。

[0258] 从与上述相同的观点出发, r 和 s 优选为0或1~5的数, 进一步优选为0。

[0259] 作为通式(5)所表示的二烷基碳酸酯化合物的优选例子, 可以列举二辛基碳酸酯(Cognis 公司制造, 商品名: Cetiol CC) 等。

[0260] (下述通式(6)所表示的二烷基醚化合物)

[0261]  $R^{11}-O-R^{12}$  (6)

[0262] (式中, R<sup>11</sup>和 R<sup>12</sup>分别表示碳原子数为6~22的直链或支链的烷基和/或烯基。)

[0263] 在通式(6)所表示的二烷基醚化合物中, 从抑制用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥后的发粘感, 提高手指通过性、齐整感的观点出发, R<sup>11</sup>和 R<sup>12</sup>优选为碳原子数为6~18的烷基, 进一步优选为碳原子数为8~12的烷基。

[0264] 作为通式(6)所表示的二烷基醚化合物的优选例子, 可以列举二辛基醚(Cognis 公司制造, 商品名: Cetiol OE) 等。

[0265] 通式(4)~(6)所表示的化合物可以单独使用或者组合两种以上使用。

[0266] 本发明中使用的油剂(B), 从通过本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的齐整感的观点出发, 相对于100g20℃的水的溶解量为0~1g, 优选为0~0.5g, 更加优选为0~0.1g。

[0267] 油剂(B)的含量, 从通过本发明的毛发化妆品赋予处理干燥后的毛发良好的手指通过性、齐整感的观点出发, 在毛发化妆品中优选为0.01质量%以上, 进一步优选为0.03质量%以上, 更加优选为0.05质量%以上, 更进一步优选为0.1质量%以上。从通过本发明的毛发化妆品处理干燥后抑制毛发的发粘感的观点出发, 优选为30质量%以下, 进一步优选为20质量%以下, 更加优选为15质量%以下, 更进一步优选为10质量%以下。如果综合这些观点, 优选为0.01~30质量%, 进一步优选为0.03~20质量%, 更加优选为0.05~15质量%, 更进一步优选为0.1~10质量%以下。

[0268] 在毛发化妆品为香波的情况下, 从同样的观点出发, 油剂(B)的含量更加优选为

0.1 ~ 10 质量%,更进一步优选为 0.5 ~ 8 质量%,更进一步优选为 3 ~ 6 质量%。

[0269] 另外,本发明的毛发化妆品即便配合大量的油剂,也可以稳定地乳化。在以高含量配合油剂的时候,毛发化妆品中的油剂(B)的含量在毛发化妆品中优选为 5 ~ 50 质量%,进一步优选为 10 ~ 40 质量%,更加优选为 15 ~ 30 质量%。

[0270] 另外,在作为油剂(B)并用 20℃下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的所述油剂(以下也称为“油剂(B1)”)、和选自通式(4)所表示的酯化合物、通式(5)所表示的二烷基碳酸酯化合物、以及通式(6)所表示的二烷基醚化合物中的 1 种以上的化合物(以下也称为“油剂(B2)”)的情况下,从提高用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发,油剂(B1)的含量在毛发化妆品中优选为 0.1 质量%以上,进一步优选为 0.3 质量%以上,更加优选为 0.5 质量%以上。另外,从抑制通过本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的发粘感,提高手指通过性的观点出发,油剂(B1)的含量在毛发化妆品中优选为 10 质量%以下,进一步优选为 8 质量%以下,更加优选为 5 质量%以下。如果综合这些观点,油剂(B1)的含量在毛发化妆品中优选为 0.1 ~ 10 质量%,进一步优选为 0.3 ~ 8 质量%,更加优选为 0.5 ~ 5 质量%。

[0271] 进一步,作为其它油剂,更加优选含有 0.5 ~ 5 质量%的硅油。

[0272] 在将本发明的毛发化妆品用于香波等的情况下,从提高用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发,油剂(B1)和油剂(B2)的合计含量在毛发化妆品中优选为 0.2 质量%以上,进一步优选为 0.5 质量%以上,更加优选为 1 质量%以上。另外,从抑制用本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的发粘感,提高手指通过性的观点出发,在毛发化妆品中优选为 10 质量%以下,进一步优选为 8 质量%以下,更加优选为 6 质量%以下。如果综合这些观点,油剂(B1)和油剂(B2)的合计含量在毛发化妆品中优选为 0.2 ~ 10 质量%,进一步优选为 0.5 ~ 8 质量%,更加优选为 1 ~ 6 质量%。

[0273] 另外,作为油剂(B),将油剂(B2)用于香波等的情况下,从抑制用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥后的发粘感,提高手指通过性的观点出发,油剂(B2)相对于 C-HPC(A)的质量比 [油剂(B2)/C-HPC(A)] 优选为 0.05 ~ 150,进一步优选为 0.1 ~ 50,进一步优选为 0.5 ~ 25,更加优选为 1.5 ~ 12。

[0274] 在毛发化妆品为护发素的情况下,从同样的观点出发,成分(B)的含量更加优选为 1 ~ 15 质量%,进一步更加优选为 3 ~ 12 质量%。在毛发化妆品为免冲洗护理剂(Outbath treatment)的情况下,从同样的观点出发,更加优选为 0.1 ~ 5 质量%,进一步更加优选为 0.3 ~ 1 质量%。

[0275] 另外,作为油剂(B),将油剂(B2)用于护发素(conditioner)、护发剂(hair rinse)、护理剂(treatment)等的情况下,从抑制用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的发粘感,提高手指通过性、齐整感的观点出发,其含量在毛发化妆品中优选为 0.1 质量%以上,进一步优选为 0.5 质量%以上,更加优选为 0.8 质量%以上。另外,从抑制用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的发粘感的观点出发,在毛发化妆品中优选为 10 质量%以下,进一步优选为 8 质量%以下,更加优选为 2 质量%以下。如果综合这些观点,油剂(B2)的含量在毛发化妆品中优选为 0.1 ~ 10 质量%,进一步优选为 0.5 ~ 8 质量%,更加优选为 0.8 ~ 2 质量%。

[0276] 在将油剂(B2)和油剂(B1)并用的情况下,从提高用本发明的毛发化妆品处理过

的毛发干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发,油剂(B1)的油剂的含量在毛发化妆品中优选为1质量%以上,进一步优选为2质量%以上,更加优选为3质量%以上。另外,从抑制通过本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的发粘感,提高手指通过性的观点出发,在毛发化妆品中优选为10质量%以下,进一步优选为8质量%以下,更加优选为5质量%以下。如果综合这些观点,其它油剂的含量在毛发化妆品中优选为1~10质量%,进一步优选为2~8质量%,更加优选为3~5质量%。

[0277] 进一步,作为其它油剂,更加优选含有3~5质量%的高级醇。

[0278] 在将本发明的毛发化妆品用于护发素、护发剂、护理剂等的情况下,作为油剂(B),从提高用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发,油剂(B1)和油剂(B2)的合计含量在毛发化妆品中优选为1质量%以上,进一步优选为2质量%以上,更加优选为4质量%以上。另外,从抑制通过本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的发粘感的观点出发,在毛发化妆品中优选为20质量%以下,进一步优选为10质量%以下,更加优选为6质量%以下。如果综合这些观点,油剂(B1)和油剂(B2)的合计含量在毛发化妆品中优选为1~20质量%,进一步优选为2~10质量%,更加优选为4~6质量%。

[0279] 作为油剂(B),在将油剂(B2)用于护发素、护发剂、护理剂等 的情况下,从抑制用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的发粘感,提高手指通过性、齐整感的观点出发,油剂(B2)相对于C-HPC(A)的质量比[油剂(B2)/C-HPC(A)]优选为0.1~150,进一步优选为0.5~50,更加优选为1.5~25,更进一步优选为3~12。

[0280] <表面活性剂(C)>

[0281] 本发明的毛发化妆品含有表面活性剂(C)。

[0282] 作为本发明中使用的表面活性剂(C),除了所述通式(14)所表示的化合物、以及羟基取代或未取代的具有碳原子数为17以上的烃基的羧酸的盐之外,只要是通常用于医药品、准医药品、化妆品、化妆用具、日用品等中的表面活性剂都可以使用。具体而言,可以列举阴离子表面活性剂(C')、非离子表面活性剂、两性表面活性剂、阳离子表面活性剂,但从通过毛发化妆品处理干燥后的毛发的齐整感的观点出发,优选使用阴离子表面活性剂(C')、两性表面活性剂以及阳离子表面活性剂等的离子性表面活性剂。

[0283] 在将本发明的毛发化妆品用作洗发香波等的情况下,从清洗性、起泡性以及泡质的观点出发,进一步优选使用阴离子表面活性剂(C')和/或两性表面活性剂。

[0284] 另外,在将本发明的毛发化妆品用作毛发护理剂、护发剂、护发素或者发乳等的情况下,从用毛发化妆品处理干燥后的毛发的的手指通过性等触感的观点出发,优选使用阳离子表面活性剂和/或非离子表面活性剂,更加优选使用阳离子表面活性剂。

[0285] 作为阴离子表面活性剂(C'),优选硫酸酯盐、磺酸盐、羧酸盐、磷酸酯盐以及氨基酸盐。

[0286] 具体而言,可以列举烷基硫酸盐、烯基硫酸盐、聚氧化烯烷基醚硫酸盐、聚氧化烯烯基醚硫酸盐、聚氧化烯烷基苯基醚硫酸盐等的硫酸酯盐;磺基琥珀酸烷基酯盐、聚氧化烯磺基琥珀酸烷基酯盐、烷烃磺酸盐、酰基羟乙基磺酸盐、酰基甲基牛磺酸盐等的磺酸盐;碳原子数为8~16的高级脂肪酸盐、聚氧化烯烷基醚乙酸盐等的羧酸盐;烷基磷酸盐、聚氧化烯烷基醚磷酸盐等的磷酸酯盐;酰基谷氨酸盐、丙氨酸衍生物、甘氨酸衍生物、精氨酸衍生物等的氨基酸盐等。

[0287] 阴离子表面活性剂(C'),从毛发化妆品的清洗性、起泡性以及泡质的观点、以及毛发干燥后得到手指通过性和齐整感的观点出发,作为疏水性部位优选具有碳原子数为8~20的烷基或者烯基,更加优选具有碳原子数为10~16的烷基或者烯基。

[0288] 其中,优选月桂基硫酸钠等的烷基硫酸盐、聚氧乙烯月桂基醚硫酸钠等的聚氧乙烯烷基醚硫酸盐、月桂酸钾等的高级脂肪酸盐、聚氧乙烯月桂基醚醋酸钠等的聚氧乙烯烷基醚醋酸盐、聚氧乙烯月桂基醚磺基琥珀酸钠等的磺基琥珀酸烷基酯盐、N-酰基-L-谷氨酸钠等的酰基谷氨酸盐、酰基肌氨酸盐、酰基甘氨酸盐、酰基羟乙基磺酸盐、酰基甲基牛磺酸盐、烷基磷酸盐,进一步优选月桂基硫酸钠、聚氧乙烯(1)月桂基醚硫酸铵(月桂醇聚醚-1硫酸铵)、聚氧乙烯(2)月桂基醚硫酸钠(月桂醇聚醚-2硫酸钠)、月桂酸钾、聚氧乙烯(4.5)月桂基醚醋酸钠(月桂醇聚醚-4.5醋酸钠)、聚氧乙烯(2)月桂基醚磺基琥珀酸钠(月桂醇聚醚-2磺基琥珀酸钠)、椰油酰基谷氨酸钠。

[0289] 作为非离子表面活性剂,可以列举聚氧乙烯山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧乙烯山梨糖醇脂肪酸酯、聚氧乙烯甘油脂肪酸酯、聚氧乙烯脂肪酸酯、聚氧乙烯烷基醚、聚氧乙烯烷基苯基醚、聚氧化烯(氢化)蓖麻油等的聚乙二醇类,和蔗糖脂肪酸酯、聚甘油烷基醚、聚甘油脂肪酸酯、烷基糖苷等的多元醇类以及脂肪酸烷醇酰胺。

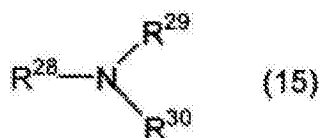
[0290] 非离子表面活性剂,从本发明的毛发化妆品的清洗性以及清洗时的泡量、泡质的观点以及用毛发化妆品处理的毛发干燥后得到手指通过性和齐整感的观点出发,作为疏水性部位优选具有碳原子数为8~20的烷基或者烯基。

[0291] 其中,优选癸基糖苷等的碳原子数为8~18,优选碳原子数为8~12的烷基糖苷、聚氧乙烯月桂基醚等的聚氧乙烯烷基醚、椰子油脂肪酸单乙醇酰胺等的脂肪酸单乙醇酰胺,进一步优选为癸基糖苷、聚氧乙烯(3)月桂基醚(月桂醇聚醚-3)、聚氧乙烯(16)肉豆蔻基醚(鲸蜡硬脂醇醚-16)、椰子油脂肪酸单乙醇酰胺、椰子油脂肪酸N-甲基单乙醇酰胺。

[0292] 作为两性表面活性剂,可以列举咪唑啉类甜菜碱、烷基二甲基氨基乙酸甜菜碱、脂肪酸酰胺丙基甜菜碱、磺基甜菜碱等的甜菜碱类表面活性剂以及烷基二甲基氧化胺等的氧化胺型表面活性剂等。其中,从本发明的毛发化妆品的清洗性以及清洗时的泡量、泡质的观点以及提高用毛发化妆品处理过的毛发干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发,优选为咪唑啉类甜菜碱、磺基甜菜碱、脂肪酸酰胺丙基甜菜碱等,具体而言,进一步优选椰子油脂肪酸酰胺丙基甜菜碱、月桂基甲氧羰基甲基羟基咪唑啉甜菜碱、月桂基羟磺基甜菜碱。

[0293] 作为阳离子表面活性剂,可以列举下述通式(15)所表示的叔胺的无机酸或者有机酸的盐、以及下述通式(16)所表示的季铵盐型表面活性剂。

[0294]



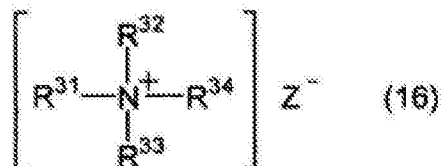
[0295] (式中,R<sup>28</sup>表示酰胺基、酯基或者醚基分断或者未分断的碳原子数为6~28的直链或支链的烷基或者烯基,R<sup>29</sup>表示酰胺基、酯基或者醚基分断或者未分断的碳原子数为1~28的直链或支链的烷基、烯基或者烷醇基,R<sup>30</sup>表示碳原子数为1~3的直链或支链的烷基或者烷醇基。)

[0296] 在通式(15)中,R<sup>28</sup>的碳原子数,从提高用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥

后的手指通过性、齐整感的观点出发,优选为 12 ~ 28,进一步优选为 14 ~ 25,更加优选为 16 ~ 25。 $R^{29}$ 的碳原子数,从同样的观点出发,优选为 12 ~ 28,进一步优选为 14 ~ 25,更加优选为 16 ~ 25,或者优选为甲基、乙基、或者羟乙基。从同样的观点出发, $R^{30}$ 优选为甲基、乙基或者羟乙基。

[0297] 和通式(15)所表示的叔胺形成盐的无机酸或者有机酸没有特别地限定,但从表面活性剂的分散稳定性的观点出发,优选为卤化氢、硫酸、醋酸、柠檬酸、乳酸、谷氨酸以及碳原子数为 1 ~ 3 的烷基硫酸,作为卤化氢,从化学稳定性的观点出发,优选为氯化氢。

[0298]



[0299] (式中, $R^{31}$ 表示酰胺基、酯基或者醚基分断或者未分断的碳原子数为 6 ~ 28 的直链或支链的烷基或者烯基, $R^{32}$ 表示酰胺基、酯基或者醚基分断或者未分断的碳原子数为 1 ~ 28 的直链或支链的烷基、烯基或者烷醇基, $R^{33}$ 和  $R^{34}$ 表示碳原子数为 1 ~ 3 的直链或支链的烷基, $Z$ 表示铵盐的反离子的阴离子性基团。)

[0300] 在通式(16)中, $R^{31}$ 的优选实施方式,从提高用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发,与通式(15)中的  $R^{28}$ 的优选实施方式相同。从同样的观点出发, $R^{32}$ 的优选实施方式与通式(15)中的  $R^{29}$ 的优选实施方式相同。另外,从同样的观点出发, $R^{33}$ 和  $R^{34}$ 优选为甲基、乙基。

[0301]  $Z$ 只要是阴离子性基团就没有特别地限定。作为其具体的例子,可以列举烷基硫酸离子、硫酸离子、磷酸离子、烷基羧酸盐以及卤化物离子等。其中,从制造的容易性以及入手性的观点出发,优选为卤化物离子。作为卤化物离子,可以列举氟化物离子、氯化物离子、溴化物离子以及碘化物离子,从化学稳定性的观点出发,优选为氯化物离子、溴化物离子,更加优选为氯化物离子。

[0302] 作为通式(15)所表示的叔胺的无机酸或者有机酸的盐、以及通式(16)所表示的季铵盐型表面活性剂,可以列举单长链烷基三甲基氯化铵、双长链烷基二甲基氯化铵以及长链叔胺盐。具体而言,可以列举硬脂基三甲基氯化铵、山嵛基三甲基氯化铵、鲸蜡基三甲基氯化铵、硬脂氧基丙基三甲基氯化铵等的单长链烷基三甲基氯化铵;二硬脂基二甲基氯化铵、二异硬脂基二甲基氯化铵等的双长链烷基二甲基氯化铵;硬脂基二甲基胺、山嵛基二甲基胺、十八烷氧基丙基二甲基胺、硬脂酰胺乙基二乙基胺、硬脂酰胺丙基二甲基胺、山嵛酸酰胺丙基二甲基胺等的单长链二甲基胺、单长链二乙基胺的谷氨酸、盐酸、柠檬酸、或者乳酸盐等,从提高用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的手指通过性、齐整感的观点出发,优选为山嵛基三甲基氯化铵、鲸蜡基三甲基氯化铵、硬脂氧基丙基三甲基氯化铵、硬脂基二甲基胺、硬脂酰胺丙基二甲基胺、山嵛酸酰胺丙基二甲基胺。

[0303] 从抑制用本发明的毛发化妆品处理干燥后的毛发的发粘感,得到良好的手指通过性、齐整感的观点出发,本发明中使用的表面活性剂(C)的含量在毛发化妆品中优选为 50 质量%以下,进一步优选为 40 质量%以下,更加优选为 30 质量%以下,更进一步优选为 25 质量%以下。另外,从抑制由毛发化妆品处理干燥后的毛发的发粘感的观点出发,优选为

0.01 质量 % 以上,进一步优选为 0.05 质量 % 以上,更加优选为 0.08 质量 % 以上,更进一步优选为 0.1 质量 % 以上。如果综合以上的观点,优选为 0.01 ~ 50 质量 %,进一步优选为 0.05 ~ 40 质量 %,更加优选为 0.08 ~ 30 质量 %,更进一步优选为 0.1 ~ 25 质量 %。

[0304] 在毛发化妆品为香波的情况下,表面活性剂(C)的含量,从同样的观点出发,优选为 3 ~ 22 质量 %,进一步优选为 8 ~ 20 质量 %。

[0305] 在毛发化妆品为护发素的情况下,表面活性剂(C)的含量,从同样的观点出发,优选为 0.3 ~ 10 质量 %,进一步优选为 0.5 ~ 5 质量 %,更加优选为 0.7 ~ 3 质量 %。

[0306] 在毛发化妆品为免冲洗护理剂的情况下,表面活性剂(C)的含量,从同样的观点出发,优选为 0.1 ~ 5 质量 %,进一步优选为 0.1 ~ 1 质量 %。

[0307] 从用毛发化妆品处理过的毛发干燥后没有发粘感,得到齐整性的观点出发,本发明的毛发化妆品中,C-HPC (A)、油剂(B)、以及表面活性剂(C)的质量比如下所述。

[0308] 油剂(B)相对于 C-HPC (A)的质量比 [油剂(B)/C-HPC (A)] 优选为 0.1 ~ 5000。

[0309] 在毛发化妆品为香波的情况下,从抑制用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥后的发粘感,提高手指通过性、齐整性的观点出发,质量比 [油剂(B)/C-HPC (A)] 优选为 0.1 ~ 200,进一步优选为 0.5 ~ 20,更加优选为 1 ~ 15。

[0310] 在毛发化妆品为护发素的情况下,从同样的观点出发,质量比 [油剂(B)/C-HPC (A)] 优选为 1 ~ 4000,进一步优选为 3 ~ 500,更加优选为 5 ~ 100,更进一步优选为 6 ~ 50。

[0311] 在毛发化妆品为免冲洗护理剂的情况下,从同样的观点出发,质量比 [油剂(B)/C-HPC (A)] 优选为 1 ~ 100,进一步优选为 5 ~ 50,更加优选为 7 ~ 20。

[0312] 表面活性剂(C)相对于 C-HPC 的质量比 [表面活性剂(C)/C-HPC (A)] 优选为 0.1 ~ 2000。

[0313] 在毛发化妆品为香波的情况下,从抑制用本发明的毛发化妆品处理过的毛发干燥后的发粘感,提高手指通过性、齐整性的观点出发,质量比 [表面活性剂(C)/C-HPC (A)] 优选为 1 ~ 1500,进一步优选为 10 ~ 150,更加优选为 20 ~ 150。

[0314] 在毛发化妆品为护发素的情况下,从同样的观点出发,质量比 [表面活性剂(C)/C-HPC (A)] 优选为 0.1 ~ 2000,进一步优选为 1 ~ 200,更加优选为 2 ~ 20。

[0315] 在毛发化妆品为免冲洗护理剂的情况下,从同样的观点出发,质量比 [表面活性剂(C)/C-HPC (A)] 优选为 0.1 ~ 100,进一步优选为 0.5 ~ 50,更加优选为 2 ~ 20。

[0316] < 其它成分 >

[0317] 在本发明的毛发化妆品中,除了所述 C-HPC (A)、油剂(B)、以及表面活性剂(C)以外,还可以含有作为通常的化妆品原料使用的其它成分。作为这样的任意成分,可以列举触感提高剂、增粘剂、表面活性剂、油剂、香料、紫外线吸收剂、可见光吸收剂、螯合剂、抗氧化剂、着色剂、防腐剂、pH 调节剂、粘度调节剂、珠光剂、湿润剂等。

[0318] [毛发化妆品的制造方法]

[0319] 本发明的毛发化妆品的制造方法为含有阳离子化羟丙基纤维素(A)、在 20℃ 下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的油剂(B)、以及表面活性剂(C)的毛发化妆品的制造方法,所述阳离子化羟丙基纤维素(A)具有所述通式(1)所表示的来自脱水葡萄糖的主链,并且阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.01 ~ 2.9,丙烯氧基的取代度为 0.1 ~ 4.0,所述制造方



法具有所述工序(a-1)~(a-3)、所述工序(a-4)~(a-5)、所述工序(b-1)~(b-4)、或者所述工序(c-1)~(c-4)。

[0320] 从提高用毛发化妆品处理过的毛发干燥后的手指通过性、以及齐整感的观点出发,本发明的制造方法优选具有所述工序(a-1)~(a-3)、所述工序(b-1)~(b-4)或者所述工序(c-1)~(c-4),进一步从抑制 C-HPC 的分子量的降低的观点出发,更加优选具有所述工序(b-1)~(b-4)或者所述工序(c-1)~(c-4)。

[0321] 从抑制用本发明的毛发化妆品处理的毛发干燥后的发粘感,提高手指通过性、齐整感,进一步提高干燥后的湿润感的观点出发,本发明的毛发化妆品优选通过下述工序(I)~工序(III)制得。因此,根据本发明,可以提供具有下述工序(I)~工序(III)的所述毛发化妆品的制造方法。

[0322] 工序(I):将阳离子化羟丙基纤维素(A)和阴离子表面活性剂(C')混合,得到混合物的工序

[0323] 工序(II):将由工序(I)所得到的混合物和油剂(B)混合,得到乳液的工序

[0324] 工序(III):将由工序(II)所得到的乳液和表面活性剂以及水混合,得到毛发化妆品的工序

[0325] (工序(I))

[0326] 工序(I)是将阳离子化羟丙基纤维素(A)和阴离子表面活性剂(C')混合的工序。认为通过该工序(I)能够高效地形成阳离子化羟丙基纤维素(A)和阴离子表面活性剂(C')的配合物。

[0327] 作为在工序(I)中使用的阴离子表面活性剂(C'),从高效地形成阳离子化羟丙基纤维素(A)和阴离子表面活性剂(C')的配合物的观点,抑制干燥后的发粘感,提高手指通过性、齐整感、湿润感的观点出发,优选上述表面活性剂(C)中列举的阴离子表面活性剂(C'),进一步优选为硫酸酯盐、磺酸盐、羧酸盐、磷酸酯盐以及氨基酸盐,更加优选为月桂基硫酸钠、聚氧乙烯(1)月桂基醚硫酸铵(月桂醇聚醚-1 硫酸铵)、聚氧乙烯(2)月桂基醚硫酸钠(月桂醇聚醚-2 硫酸钠)、月桂酸钾、聚氧乙烯(4.5)月桂基醚醋酸钠(月桂醇聚醚-4.5 醋酸钠)、聚氧乙烯(2)月桂基醚磺基琥珀酸钠(月桂醇聚醚-2 磺基琥珀酸钠)、椰油酰基谷氨酸钠。

[0328] 在工序(I)中,优选将阳离子化羟丙基纤维素(A)制成水溶液,和阴离子表面活性剂(C')混合。从高效地形成阳离子化羟丙基纤维素(A)和阴离子表面活性剂(C')的配合物的观点出发,阳离子化羟丙基纤维素水溶液的浓度优选为 1.0~10.0 质量%。

[0329] 在工序(I)中,从与上述同样的观点出发,阴离子表面活性剂(C')相对于 C-HPC(A)的质量比[阴离子表面活性剂(C')/C-HPC(A)]优选为 0.01~1.0,进一步优选为 0.02~0.7,更加优选为 0.03~0.5。

[0330] 工序(I)中混合时间优选为 1~60 分钟。

[0331] (工序(II))

[0332] 工序(II)为将通过工序(I)得到的混合物和油剂(B)混合,得到乳液的工序。认为通过该工序(II)可以高效地形成乳液。

[0333] 所述乳液中的油剂(B)的含量,从抑制干燥后的发粘感,提高手指通过性、齐整感、湿润感的观点出发,优选为 10~80 质量%,进一步优选为 20~70 质量%,更加优选为 30~

60 质量 %。

[0334] 另外,从抑制干燥后的发粘感,提高手指通过性、齐整感、湿润感的观点出发,在乳液中形成的油滴的平均粒径优选为  $0.1 \sim 35 \mu\text{m}$ ,进一步优选为  $0.5 \sim 30 \mu\text{m}$ ,更加优选为  $1 \sim 20 \mu\text{m}$ 。在此,所述油滴的平均粒径是通过实施例中记载的方法测得的值。

[0335] 所述混合物和油剂(B)的混合可以为每次少量添加或者一次性添加的任一种。从调节稳定的乳液的观点出发,混合时的搅拌速度优选为  $50 \sim 3000\text{rpm}$ ,进一步优选为  $100 \sim 1000\text{rpm}$ ,更加优选为  $150 \sim 600\text{rpm}$ ,更进一步优选为  $200 \sim 400\text{rpm}$ 。另外,从同样的观点出发,混合时的圆周速度优选为  $0.1 \sim 8\text{m/s}$ ,进一步优选为  $0.3 \sim 3\text{m/s}$ ,更加优选为  $0.4 \sim 2\text{m/s}$ 。

[0336] 工序(II)中的混合时间优选为  $1 \sim 60$  分钟。

[0337] (工序(III))

[0338] 工序(III)是将由工序(II)得到的乳液和表面活性剂(C)以及水混合,得到毛发化妆品的工序。认为通过该工序(III)可以使油剂(B)有效地残留在毛发上,赋予干燥后的毛发湿润感。

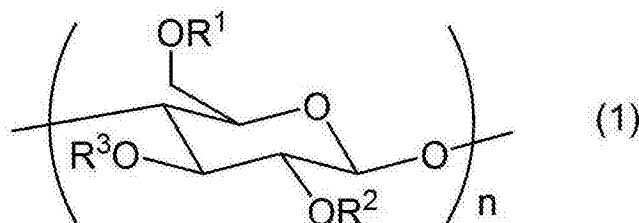
[0339] 在工序(III)中,将所述乳液与表面活性剂(C)和水混合。进一步,也可以混合所述的现有公知的添加剂。所述乳液与表面活性剂(C)、水、以及添加剂的混合顺序没有特别地限定。

[0340] 通过具有以上的工序(I)~工序(III)的制造方法,可以高效地制造抑制干燥后的发粘感并提高手指通过性、齐整感、湿润感的毛发化妆品。

[0341] 关于上述的实施方式,本发明公开了以下的毛发化妆品以及该组成物的制造方法。

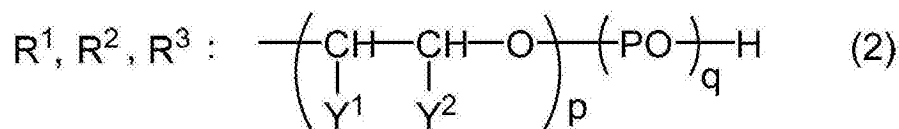
[0342] [1] 一种毛发化妆品,其中,所述毛发化妆品含有:阳离子化羟丙基纤维素(A);在  $20^\circ\text{C}$  下相对于  $100\text{g}$  水的溶解量为  $0 \sim 1\text{g}$ ,优选为  $0 \sim 0.5\text{g}$ ,进一步优选为  $0 \sim 0.1\text{g}$  的油剂(B);以及表面活性剂(C),所述阳离子化羟丙基纤维素(A)具有以下通式(1)所表示的来自脱水葡萄糖的主链,并且阳离子化乙烯氧基的取代度为  $0.01 \sim 2.9$ ,优选为  $0.1 \sim 2.5$ ,进一步优选为  $0.2 \sim 2.0$ ,更加优选为  $0.3 \sim 1.5$ ,更进一步优选为  $0.8 \sim 1.2$ ,丙烯氧基的取代度为  $0.1 \sim 4.0$ ,优选为  $0.2 \sim 3.0$ ,进一步优选为  $0.3 \sim 2.8$ ,更加优选为  $0.6 \sim 2.5$ ,更进一步优选为  $1.0 \sim 2.0$ 。

[0343]



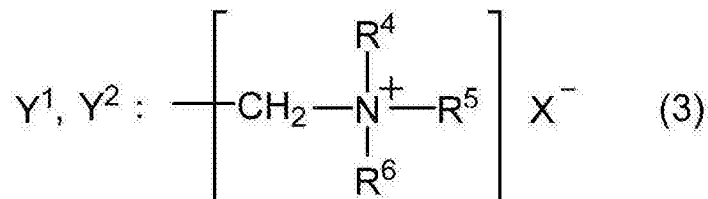
[0344] (式中,  $R^1$ 、 $R^2$ 和  $R^3$ 分别独立地表示下述通式(2)所表示的具有阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的取代基,  $n$ 表示脱水葡萄糖的平均聚合度并且为  $50 \sim 5000$ ,优选为  $100 \sim 3000$ ,进一步优选为  $200 \sim 2000$ ,更加优选为  $300 \sim 1500$ 。)

[0345]



[0346] (式中,  $Y^1$  和  $Y^2$  一个为氢原子, 另一个表示下述通式(3)所表示的阳离子性基团, PO 表示丙烯氧基。p 表示通式(2)中所含的阳离子化乙烯氧基( $-\text{CH}(Y^1)-\text{CH}(Y^2)-\text{O}-$ )的数目, q 表示丙烯氧基( $-\text{PO}-$ )的数目, 分别为 0 或正整数, 优选为 0 ~ 2 的整数, 进一步优选为 0 或 1。在 p 和 q 都不为 0 的情况下, 阳离子化乙烯氧基和丙烯氧基的加成顺序不受限制, 进一步, 在 p 和 / 或 q 为 2 以上的情况下, 可以为嵌段结合或者无规结合中的任一种。)

[0347]



[0348] (式中,  $R^4$ 、 $R^5$  和  $R^6$  分别独立地表示碳原子数为 1 ~ 3 的直链或支链的烷基, 优选为甲基或者乙基, 进一步优选为甲基,  $X^-$  表示阴离子性基团, 优选为卤化物离子。)

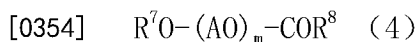
[0349] [2] 上述 [1] 所述的毛发化妆品, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素(A)的含量为 0.001 ~ 10 质量%, 优选为 0.005 ~ 5 质量%, 进一步优选为 0.01 ~ 2 质量%, 更加优选为 0.05 ~ 1 质量%, 更进一步优选为 0.07 ~ 0.7 质量%。

[0350] [3] 上述 [1] 或 [2] 所述的毛发化妆品, 其中, 通式(1)中的脱水葡萄糖的平均聚合度 n 为 300 ~ 1500。

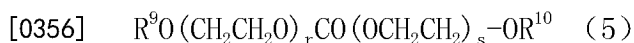
[0351] [4] 上述 [1] ~ [3] 中任一项所述的毛发化妆品, 其中, 油剂(B)相对于阳离子化羟丙基纤维素(C-HPC)(A)的质量比 [油剂(B)/C-HPC(A)] 为 0.1 ~ 5000。

[0352] [5] 上述 [1] ~ [4] 中任一项所述的毛发化妆品, 其中, 表面活性剂(C)相对于 C-HPC(A)的质量比 [表面活性剂(C)/C-HPC(A)] 为 0.1 ~ 2000。

[0353] [6] 上述 [1] ~ [5] 中任一项所述的毛发化妆品, 其中, 油剂(B)为选自下述通式(4)所表示的酯化合物、下述通式(5)所表示的二烷基碳酸酯化合物、以及下述通式(6)所表示的二烷基醚化合物中的一种以上的化合物。



[0355] (式中,  $R^7$  表示取代或非取代的含有至少 1 个芳香环的碳原子数为 6 ~ 20 的烃基, 优选为碳原子数为 6 ~ 12 的芳香族烃基, 更加优选为碳原子数为 6 ~ 10 的芳香族烃基, 更加优选为苄基,  $R^8$  表示碳原子数为 1 ~ 25 的直链或支链的烷基或烯基, 优选为碳原子数为 7 ~ 21 的烷基, 进一步优选为碳原子数为 11 ~ 15 的烷基。AO 表示碳原子数为 2 ~ 4 的氧化烯基, m 为 1 ~ 50 的数, 优选为 1 ~ 10 的数, 更加优选为 1 ~ 5 的数。在 m 为 2 以上的情况下, m 个 AO 基可以相同, 也可以不同。)



[0357] (式中,  $R^9$  和  $R^{10}$  分别表示碳原子数为 6 ~ 22 的直链或支链的烷基和 / 或烯基, 优选为碳原子数为 6 ~ 18 的烷基, 进一步优选为碳原子数为 8 ~ 12 的烷基, r 和 s 分别为 0 或 1 ~ 50 的数, 优选为 0 或 1 ~ 5 的数, 进一步优选为 0。)

[0358]  $R^{11}-O-R^{12}$  (6)

[0359] (式中,  $R^{11}$ 和  $R^{12}$ 分别表示碳原子数为 6 ~ 22 的直链或支链的烷基和 / 或烯基, 优选为碳原子数为 6 ~ 18 的烷基, 进一步优选为碳原子数为 8 ~ 12 的烷基。)

[0360] [7] 上述 [1] ~ [6] 中任一项所述的毛发化妆品, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素(A) 通过下述工序(a-1) ~ (a-3) 得到。

[0361] 工序(a-1): 在含有纤维素的原料中添加阳离子化剂进行粉碎机处理的工序;

[0362] 工序(a-2): 在工序(a-1) 中得到的粉碎机处理物中添加碱, 一边进行粉碎机处理一边进行含有纤维素的原料和阳离子化剂的反应, 得到阳离子化纤维素的工序;

[0363] 工序(a-3): 使在工序(a-2) 中得到的阳离子化纤维素和氧化丙烯反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素(A) 的工序。

[0364] [8] 上述 [1] ~ [6] 中任一项所述的毛发化妆品, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素(A) 通过下述工序(b-1) ~ (b-4) 得到。

[0365] 工序(b-1): 对含有纤维素的原料进行粉碎机处理, 得到含有结晶度为 10 ~ 50% 的纤维素的含纤维素原料的工序;

[0366] 工序(b-2): 对于工序(b-1) 中得到的含有纤维素的原料, 添加每 1mol 构成该纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱、和相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 20 ~ 100 质量 % 的水, 得到碱纤维素的工序;

[0367] 工序(b-3): 使在工序(b-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应, 得到羟丙基纤维素的工序;

[0368] 工序(b-4): 使在工序(b-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素(A) 的工序。

[0369] [9] 上述 [1] ~ [6] 中任一项所述的毛发化妆品, 其中, 阳离子化羟丙基纤维素(A) 通过下述工序(c-1) ~ (c-4) 得到。

[0370] 工序(c-1): 对含有纤维素的原料以及每 1mol 构成含有纤维素的原料中的纤维素的脱水葡萄糖单元为 0.6 ~ 1.5 倍摩尔的碱化合物的混合物, 在水分量相对于该含有纤维素的原料中的纤维素为 10 重量 % 以下的条件下进行粉碎机处理, 得到纤维素的平均粒径为 10 ~ 150  $\mu\text{m}$  的纤维素·碱混合粉碎物的工序;

[0371] 工序(c-2): 在工序(c-1) 中得到的纤维素·碱混合粉碎物中添加水, 调节该纤维素·碱混合粉碎物中的水分量至相对于工序(c-1) 中使用的含有纤维素的原料中的纤维素为 30 ~ 100 质量 %, 得到碱纤维素的工序;

[0372] 工序(c-3): 使工序(c-2) 中得到的碱纤维素和氧化丙烯反应, 得到羟丙基纤维素的工序;

[0373] 工序(c-4): 使工序(c-3) 中得到的羟丙基纤维素和阳离子化剂 反应, 得到阳离子化羟丙基纤维素(A) 的工序。

[0374] [10] 一种毛发化妆品的制造方法, 其中, 所述制造方法为含有阳离子化羟丙基纤维素(A)、在 20 $^{\circ}\text{C}$  下相对于 100g 水的溶解量为 0 ~ 1g 的油剂(B)、以及表面活性剂(C) 的毛发化妆品的制造方法, 所述阳离子化羟丙基纤维素(A) 具有所述通式(1) 所表示的来自脱水葡萄糖的主链, 并且阳离子化乙烯氧基的取代度为 0.01 ~ 2.9, 丙烯氧基的取代度为 0.1 ~ 4.0, 所述制造方法具有上述 [7] 所述的工序(a-1) ~ (a-3)、上述 [8] 所述的工序

(b-1) ~ (b-4)、或者上述 [9] 所述的工序(c-1) ~ (c-4)。

[0375] [11] 一种具有下述工序(I) ~ 工序(III)的毛发化妆品的制造方法。

[0376] 工序(I):将阳离子化羟丙基纤维素(A)和阴离子表面活性剂(C')混合,得到混合物的工序;

[0377] 工序(II):将由工序(I)所得到的混合物和油剂(B)混合,得到乳液的工序;

[0378] 工序(III):将由工序(II)所得到的乳液和表面活性剂(C)以及水混合,得到毛发化妆品的工序。

[0379] [12] 上述 [1] ~ [6] 中任一项所述的毛发化妆品作为毛发化妆品的用途。

[0380] [13] 上述 [12] 所述的用途,其中,毛发化妆品为香波。

[0381] [14] 上述 [12] 所述的用途,其中,毛发化妆品为护发素、护发剂或者护理剂。

[0382] [15] 上述 [12] 所述的用途,其中,毛发化妆品为免冲洗护理剂。

[0383] 实施例

[0384] 在以下的实施例和比较例中,只要不特别说明,“份”表示“质量份”,“%”表示“质量%”。另外,各种物性的测定如下所述。

[0385] (1) 纸浆以及粉末纤维素的水分含量的测定

[0386] 纸浆、粉末纤维素的水分量使用红外线水分计(Kett Electric Laboratory制造,“FD-610”)进行测定。在测定温度为 120℃下将 30 秒内的重量变化率为 0.1% 以下的点作为测定终点。

[0387] (2) 纸浆以及粉末纤维素的结晶度的计算

[0388] 根据使用 Rigaku Corporation 制造的“Rigaku RINT2500VC X-RAY 衍射仪”在以下的条件下测定的衍射光谱的峰强度,基于所述计算式(1)算出。

[0389] X 射线源 :Cu/K $\alpha$  - 照射,管电压 :40kV,管电流 :120mA

[0390] 测定范围 :2 $\theta$  =5 ~ 45 $^{\circ}$

[0391] 测定样品 :将面积为 320mm<sup>2</sup> × 厚度为 1mm 的球团压缩制成

[0392] X 射线的扫描速率 :10 $^{\circ}$ /min

[0393] 在得到的结晶度为负值的情况下,全部为结晶度 0%。

[0394] (3) 粉末纤维素、纤维素·碱混合粉碎物中的纤维素的平均粒径的测定粉末纤维素的平均粒径使用激光衍射 / 散射式粒度分布测定装置“LA-920”(株式会社堀场制作所制造)进行测定。作为测定样品使用将 0.1g 粉末纤维素加入到 5mL 水中,用超声波处理了 1 分钟得到的样品分散液。在温度为 25℃下测定体积标准的中值粒径,将其作为平均粒径。

[0395] 纤维素·碱混合粉碎物中的纤维素的平均粒径,使用同样的测定装置,使用在乙醇中添加纤维素·碱混合粉碎物,调节成透过率在 70-95% 的范围内的浓度,用超声波进行 1 分钟处理,并溶解有 NaOH 的样品分散液。

[0396] (4) C-HPC 的取代度的计算

[0397] 用透析膜(截留分子量 1000)将制造例中得到的 C-HPC 精制之后,将水溶液冷冻干燥,得到精制 C-HPC。通过元素分析测定所得到的精制 C-HPC 的氯含量(%),将 C-HPC 中所含的阳离子性基团的数目和作为反离子的氯化物离子的数目近似为相同数目,通过下述计算式(2)求得 C-HPC 单位质量中所含的阳离子化乙烯氧基(-CH(Y<sup>1</sup>)-CH(Y<sup>2</sup>)O-)的量(a (mol/g))。

[0398]  $a$  (mol/g) = 通过元素分析求得的氯含量(%) / (35.5 × 100) (2)

[0399] 除了分析对象不是羟丙基纤维素而是精制 C-HPC 之外,按照日本药局方记载的“羟丙基纤维素的分析法”测定羟丙氧基含量(%).由下述计算式(3)求得羟丙氧基含量[式量( $\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}$ )=75.09)] ( $b$  (mol/g)).

[0400]  $b$  (mol/g) = 通过气相色谱分析求得的羟丙氧基含量(%) / (75.09 × 100) (3)

[0401] 根据得到的  $a$  和  $b$  以及下述计算式(4)、(5) 计算出阳离子化乙烯氧基的取代度( $k$ ) 以及氧化丙烯的取代度( $m$ ).

[0402]  $a = k / (162 + k \times K + m \times 58)$  (4)

[0403]  $b = m / (162 + k \times K + m \times 58)$  (5)

[0404] [式中,  $k$  和  $K$  分别表示阳离子化乙烯氧基的取代度和式量,  $m$  表示丙烯氧基的取代度.]

[0405] (5) 平均聚合度的测定(铜氨法)

[0406] (5-1) 纸浆和粉末纤维素的粘度平均聚合度的测定

[0407] (i) 测定用溶液的调制

[0408] 在容量瓶(100mL)中加入氯化亚铜 0.5g、25% 的氨水 20 ~ 30mL,完全溶解之后,加入氢氧化铜 1.0g 以及 25% 氨水至基准线前一寸的量。将其搅拌 30 ~ 40 分钟,完全溶解。之后,加入精确称量的纤维素,加满上述氨水至基准线。以不让空气进入的方式密封,用磁力搅拌器搅拌 12 小时溶解,调制测定用溶液。在 20 ~ 500mg 的范围内改变添加的纤维素量,调制不同浓度的测定用溶液。

[0409] (ii) 粘度平均聚合度的测定

[0410] 在乌氏粘度计中加入上述(i)中得到的测定用溶液(铜氨溶液),在恒温槽( $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ )中静置 1 小时之后,测定液体的流下速度。根据各种纤维素浓度(g/dL)的铜氨溶液的流下时间( $t$  (秒))和不添加纤维素的铜氨水溶液的流下时间( $t_0$  (秒)),通过下述式子,求得各浓度的比浓粘度( $\eta_{sp}/c$ )。

[0411]  $\eta_{sp}/c = \{ (t - t_0) / t_0 \} / c$

[0412] ( $c$ : 纤维素浓度(g/dL))

[0413] 进一步,将比浓粘度外推至  $c=0$ ,求得特性粘度 [ $\eta$ ] (dL/g),通过下述式子求得粘度平均聚合度(DP)。

[0414]  $DP = 2000 \times [\eta]$

[0415] (5-2) C-HPC 的粘度平均聚合度的测定

[0416] (iii) 测定溶液的调制

[0417] 除了替代精确称量的纤维素而使用精确称量的 C-HPC 之外,与上述(i)的测定溶液的调制同样地调制测定溶液。

[0418] (iv) 粘度平均聚合度的测定

[0419] 除了作为测定溶液的浓度使用纤维素换算浓度(g/dL)之外,与上述(ii)的粘度平均聚合度的测定同样地进行测定。

[0420] 在此,纤维素换算浓度( $c_{cell}$ )是指在 1dL 测定溶液中所含的纤维素骨架部分的质量(g),用下述计算式(6)定义。

[0421]  $c_{cell} = u \times 162 / (162 + k \times K + m \times 58)$  (6)

[0422] [式中,  $u$  表示调制测定溶液时使用的精确称量的 C-HPC 的质量(g),  $k$ 、 $K$ 、 $m$  分别表示与所述计算式(4)和(5)相同的意思。]

[0423] (6) 2% 粘度的测定

[0424] 一边搅拌一边在 25℃ 的水中添加 C-HPC, 调制 2 质量 % 的 C-HPC 水溶液。一边注意不使气泡进入一边将其导入粘度管, 用封口膜(Parafilm)密封, 在 30℃ 的水浴中静置约 1 小时。接下来, 根据样品的粘度选择转子(No. M1 ~ M4) 以及转速(6 ~ 60rpm), 使用东机产业株式会社制造的 B 型粘度计(型号: TVB-10), 读取转子旋转了 1 分钟时粘度计的指示值, 算出粘度。

[0425] 制造例 I-1[C-HPC (I-1) 的制造]

[0426] (1) 碎片化工序

[0427] 将薄片状木材纸浆 [Tembec Inc. 制造的 Biofloc HV+, 平均聚合度 1770, 结晶度 74%, 水分含量 7.0%] 用切片机(sheet pelletizer) (HORAICo., Ltd. 制造, “SGG-220”) 处理, 制成 3 ~ 5mm 见方的碎片状。

[0428] (2) 阳离子化工序(1)

[0429] 用研钵在 100g 上述(1)中得到的碎片状纸浆中混合 23.4g 缩水甘油基三甲基氯化铵水溶液(阪本药品工业株式会社制造, 含水量 20%, 纯度 90% 以上)(以下称为“GMAC”) [相当于每 1mol 纤维素的 AGU 为 0.2mol 的量] 之后, 投入到分批式振动研磨机(中央化工机株式会社制造的“MB-1”: 容器总容积 3.5L, 作为棒有 13 根  $\phi$  30mm、长度 218mm、截面形状为圆形的 SUS304 制的棒, 填充率 57%)。进行 30 分钟粉碎处理(振动频率 20Hz, 振幅 8mm, 温度 30 ~ 70℃), 得到纤维素和 GMAC 的粉末状混合物。

[0430] 用研钵在得到的粉末状混合物中混合 20g 24.7% 的氢氧化钠水溶液(相当于每 1mol AGU 为 0.2mol 的量) 之后, 投入到所述分批式振动研磨机中。在同样的条件下进行 60 分钟粉碎处理, 得到 151g 的阳离子化纤维素(i)

[0431] (3) 阳离子化工序(2)

[0432] 在 128g 的上述(2)中得到的阳离子化纤维素(i) 中加入 31.3g GMAC (相当于每 1mol AGU 为 0.32mol 的量) 用研钵混合之后, 将得到的混合物装入安装有回流管的 1L 捏合机(株式会社入江商会制造, PNV-1 型), 在 50℃、氮气气氛下, 一边以 50rpm 搅拌一边进行 5 小时熟成, 得到阳离子化纤维素(ii)。

[0433] (4) 羟丙基化工序

[0434] 将加入有 152.6g 熟成后得到的阳离子化纤维素(ii) (未中和·未精制品) 的捏合机升温至 70℃, 一边搅拌一边滴加 72.5g 氧化丙烯(相当于每 1mol AGU 为 2.5mol 的量, 关东化学株式会社制造, 特级试剂), 进行反应 20 小时直至氧化丙烯被消耗回流停止。

[0435] 从捏合机中取出反应结束的混合物, 得到淡褐色的粗 C-HPC 粉末 210.6g。采集 10.0g 该粗 C-HPC 粉末用醋酸中和。为了求得丙烯氧基和阳离子化乙烯氧基的取代度, 通过透析膜(截留分子量 1000)精制中和物之后, 进行水溶液的冷冻干燥, 得到精制 C-HPC (I-1)。

[0436] 根据得到的精制 C-HPC (I-1) 的元素分析, 氯含量为 3.4%。另外, 通过上述“羟丙基纤维素的分析法”得到羟丙氧基含量为 43.3%。阳离子化乙烯氧基的取代度、以及丙烯氧基的取代度分别为 0.30 和 1.8。精制 C-HPC (I-1) 的平均聚合度为 739。将结果示于表 1

中。

[0437] 制造例 I-2[C-HPC (I-2) 的制造]

[0438] 除了将阳离子化工序(1)改变为表 1 所示的条件,不进行阳离子化工序(2),并将羟丙基化工序改变为表 1 所示的条件以外,与制造例 I-1 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (I-2) 的结果示于表 1 中。

[0439] 制造例 I-3[C-HPC (I-3) 的制造]

[0440] 除了将阳离子化工序(1)、阳离子化工序(2)、以及羟丙基化工序改变为表 1 所示的条件以外,与制造例 I-1 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (I-3) 的结果示于表 1 中。

[0441] 制造例 I-4[C-HPC (I-4) 的制造]

[0442] 除了将阳离子化工序(1)改变为表 1 所示的条件,不进行阳离子化工序(2),并将羟丙基化工序改变为表 1 所示的条件以外,与制造例 I-1 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (I-4) 的结果示于表 1 中。

[0443] 制造例 I-5[C-HPC (I-5) 的制造]

[0444] 除了将阳离子化工序(1)、阳离子化工序(2)、以及羟丙基化工序改变为表 1 所示的条件以外,与制造例 I-1 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (I-5) 的结果示于表 1 中。

[0445] [表 1]

[0446]



	原料纸浆				阳离子工序 (1)				阳离子工序 (2)				羟丙基化工序				C-HPC 的特性			
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	使用纸浆量 (g)	振动研磨机	GMAC 添加量 (g)	粉碎时间 (分钟)	24.7% NaOH 添加量 (g)	48% NaOH 添加量 (g)	粉碎时间 (分钟)	阳离子纤维素 (i) 使用量 (g)	GMAC 添加量 (g)	熟成温度 (C) 时间 (hr)	熟成时间 (hr)	阳离子纤维素 (ii) 添加量 (g)	羟丙基氧化丙酮添加量 (g)	反应时间 (hr)	平均聚合度	氯含量 (%)	羟丙基含量 (%)
制造例 I-1	74	1770	7.0	100	MB-1	23.4	30	20	-	60	128	31.3	5	5	152.6	72.5	20	739	3.4	43.3
制造例 I-2	74	1770	7.0	100	MB-1	60.8	12	-	14.8	120	-	-	-	-	100*1	40.8	8	539	3.0	32.5
制造例 I-3	74	1770	7.0	100	MB-1	23.4	12	-	6.2	60	175	-	5	5	100	150	18	1230	1.1	62.7
制造例 I-4	74	1770	7.0	100	MB-1	109	12	-	47.9	120	-	-	-	-	220*1	153	5	964	3.3	54.4
制造例 I-5	74	1770	7.0	86	MB-1	20	12	-	8.8	60	110	50	5	5	140	20	9	1326	9.3	5.2

[0447] \*1 : 替代阳离子纤维素 (ii) 使用阳离子纤维素 (i)。

[0448] 制造例 I-6 [C-HPC (I-6) 的制造]

[0449] (1) 碎片化工序

[0450] 作为纤维素,将薄片状木材纸浆 [Tembec Inc. 制造的 Biofloc HV10,平均聚合度 1508,结晶度 74%,水分量 7.0%] 用切片机(HORAI Co.,Ltd. 制造,“SGG-220”)处理,制成 3 ~ 5mm 见方的碎片状。

[0451] (2) 阳离子化工序(1)

[0452] 在 989g 的上述(1)中得到的碎片状纸浆(水分量 7.0%)中加入 559gGMAC[相当于每 1mol AGU 为 0.52mol 的量]和 24g 离子交换水,在塑料袋中进行混合之后,投入到分批式振动研磨机(中央化工机株式会社制造的“FV-10”:容器总容积 35L,作为棒有 63 根  $\phi$  30mm、长度 510mm、截面形状为圆形的 SUS304 制的棒,填充率 64%)。进行 12 分钟粉碎处理(振动频率 20Hz,振幅 8mm,温度 10 ~ 40°C),得到纤维素和 GMAC 的粉状混合物。

[0453] 进一步在振动研磨机内投入 136.2g (相当于每 1molAGU 为 0.60mol 的量)颗粒状氢氧化钠(有效成分 100%)。再次进行 112 分钟粉碎处理,得到阳离子化纤维素。

[0454] (3) 羟丙基化工序

[0455] 将 95.0g 的上述(2)中得到的阳离子化纤维素装入到制造例 I-1 中使用的安装有回流管的捏合机中,将捏合机升温至 70°C,一边搅拌一边滴加 35.4g 氧化丙烯(相当于每 1molAGU 为 2.0mol 的量),进行 7 小时反应直至氧化丙烯被消耗回流停止。将反应结束的混合物从捏合机中取出,得到淡褐色的粗 C-HPC 粉末 120.6g。

[0456] (4) 阳离子化工序(2)

[0457] 在 10.6g 的上述(3)中得到的粗 C-HPC 粉末中添加 16.2g GMAC(相当于每 1molAGU 为 3.5mol 的量),用研钵进行混合之后,在恒温槽中在 50°C 下进行 24 小时熟成。对得到的粗 C-HPC 使用 100g 的水:乙醇:异丙醇=5:45:50(重量比)的混合溶液进行分散,加入醋酸中和,进行沉淀精制。将沉淀物过滤收集,在干燥机中在 60°C 下进行一晚的减压干燥,得到淡褐色块状的粗 C-HPC (I-6)。

[0458] 为了求得丙烯氧基和阳离子化乙烯氧基的取代度,通过透析膜(截留分子量 1000)精制生成物之后,进行水溶液的冷冻干燥,得到精制 C-HPC (I-6)。

[0459] 根据得到的精制 C-HPC (I-6)的元素分析,氮含量为 9.1%。另外,羟丙氧基含量为 25.1%。算出阳离子化乙烯氧基、丙烯氧基的取代度分别为 1.00 和 1.3。精制 C-HPC (I-6)的平均聚合度为 464。将结果示于表 2 中。

[0460] 制造例 I-7[C-HPC (I-7)的制造]

[0461] 除了将原料纸浆换成表 2 所示的原料纸浆,将阳离子化工序(1)、羟丙基化工序、以及阳离子化工序(2)改变为表 2 所示的量以外,与制造例 I-6 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (I-7)的结果示于表 2 中。

[0462] [表 2]

[0463]

	原料纸浆				阳离子化工序 (1)				羟丙基化工序				阳离子化工序 (2)				C-HPC 的物性			
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	使用纸浆量 (g)	振动研磨机	GMAC 添加量 (g)	粉碎时间 (分钟)	48% NaOH 添加量 (g)	颗粒 NaOH 添加量 (g)	粉碎时间 (分钟)	阳离子纤维素使用量 (g)	氧化丙烯添加量 (g)	反应时间 (hr)	粗 C-HPC 粉末使用量 (g)	GMAC 添加量 (g)	熟成温度 (°C)	熟成时间 (hr)	平均聚合度	氯含量 (%)	羟丙氧基含量 (%)
制造例 I-6	74	1508	7.0	989	FV-10	559	12	-	136.2	112	95	35.4	7	10.6	16.2	50	24	464	9.1	25.1
制造例 I-7	77	191	7.0	100	MB-1	60.8	12	29.8	-	140	190	18	2	45	152	50	24	214	15.7	3.3

[0464] 制造例 I-8[C-HPC (I-8) 的制造]

[0465] (1) 低结晶性粉末纤维素的制造工序

[0466] 将薄片状木材纸浆 [Tembec Inc. 制造的 Biofloc HV+, 平均聚合度 1770, 结晶度 74%, 水分含量 7.0%] 用碎纸机 (株式会社明光商会制造, “MSX2000-IVP440F”) 制成 3 ~ 5mm 见方的碎片状。之后在 50℃ 减压下进行干燥处理 12 小时, 得到碎片状的干燥纸浆 (水分含量 0.4%)。

[0467] 接下来, 将 100g 得到的碎片状的干燥纸浆投入到制造例 I-1 中使用的分批式振动磨机中。在振动频率 20Hz、总振幅 8mm、温度 30 ~ 70℃ 的范围内, 进行 35 分钟粉碎处理, 得到粉末纤维素 (结晶度 0%, 平均聚合度 836, 平均粒径 52 μm, 水分含量 1.0%)。

[0468] (2) 阳离子化工序

[0469] 在 100g 的上述 (1) 中得到的粉末纤维素中添加 46.9gGMAC (相当于每 1mol 的 AGU 为 0.4mol 的量), 用研钵混合。之后, 添加 5.14g 的 48% 氢氧化钠水溶液 (相当于每 1mol 的 AGU 为 0.1mol 的量)、18g 离子交换水, 混合。在制造例 I-1 中使用的捏合机中装入得到的混合物, 在 50℃ 下搅拌 4 小时, 得到阳离子化纤维素 170g。

[0470] (3) 羟丙基化工序

[0471] 将 170g 的上述 (2) 中得到的阳离子化纤维素升温到 70℃, 一边搅拌一边添加 4.7g48% 的氢氧化钠水溶液 (相当于每 1molAGU 为 0.1mol 的量)、16.4g 离子交换水。进一步, 滴加 101g 氧化丙烯 (相当于每 1molAGU 为 3.0mol 的量), 进行反应 24 小时直至氧化丙烯被消耗回流停止。反应之后, 纤维素保持具有流动性的粉末状态。采集 10.0g 该反应结束品用醋酸中和, 得到淡褐色固体。通过透析膜 (截留分子量 1000) 精制中和物之后, 进行水溶液的冷冻干燥, 得到精制 C-HPC (I-8)。

[0472] 根据得到的精制 C-HPC (I-8) 的元素分析, 氯含量为 2.1%。另外, 羟丙氧基含量为 49.2%。算出阳离子化乙烯氧基、丙烯氧基的取代度分别为 0.18 和 2.0。精制 C-HPC (I-8) 的平均聚合度为 832。将结果示于表 3 中。

[0473] 制造例 I-9 [C-HPC (I-9) 的制造]

[0474] 除了将原料纸浆替换为表 3 所示的原料纸浆, 将低结晶性粉末纤维素的制造工序、阳离子化工序、以及羟丙基化工序改换为表 3 所示的条件之外, 与制造例 I-8 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (I-9) 的结果示于表 3 中。

[0475] 制造例 I-10 [C-HPC (I-10) 的制造]

[0476] 除了将羟丙基化工序改换为表 3 所示的条件之外, 与制造例 I-8 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (I-10) 的结果示于表 3 中。

[0477] [表 3]

[0478]

制造例	原料纸浆			低结晶性粉末纤维素制造工序		粉末纤维素的物性				阳离子化工序			羟丙基化工序			C-HPC 的物性		
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	碎纸机粉碎工序	碎纸片干燥纸浆	粉碎时间 (分钟)	结晶度 (%)	平均聚合度	平均粒径 (μm)	水分含量 (%)	粉末纤维素的用量 (g)	48% NaOH 添加量 (g)	GMAC 添加量 (g)	48% NaOH 添加量 (g)	氧化丙烯添加量 (g)	平均聚合度	氯含量 (%)	羟丙氧基含量 (%)
制造例 I-8	76	1770	7.0	在 50°C 减压下 12 小时	0.4	35	0	836	52	1.0	100	5.1	46.9	4.7	101	832	2.1	49.2
制造例 I-9	76	1420	7.0	在 50°C 减压下 12 小时	0.4	20	0	574	52	1.0	100	10.2	33.6	-	53.2	646	2.3	37.1
制造例 I-10	76	1770	7.0	在 50°C 减压下 12 小时	0.4	35	0	836	52	1.0	100	5.1	46.9	4.7	89	779	2.2	45.7

[0479] 制造例 I-11 [ 阳离子化纤维素(I-1) 的制造 ]

[0480] 除了不进行氧化丙烯的加成反应以外, 与制造例 I-5 同样地进行, 得到阳离子化

纤维素(I-1)。

[0481] 制造例 I-12[C-HPC (I-11) 的制造]

[0482] (1) 碎片化工序

[0483] 将薄片状木材纸浆 [Tembec Inc. 制造的 Biofloc HV+, 平均聚合度 1481, 结晶度 74%, 水分含量 4.6%] 用切片机 (HORAI Co., Ltd. 制造, “SGG-220”) 处理, 制成 3 ~ 5mm 见方的碎片状。

[0484] (2) 碱纤维素化工序

[0485] 将 100g 上述工序(1)中得到的碎片状纸浆和 23.6g 的 0.7mm 粒状的 NaOH(相当于 1mol AGU 为 1.0mol 的量) 投入到分批式振动研磨机(中央化工机株式会社制造的“MB-1”: 容器总容积 3.5L, 作为棒有 13 根  $\phi$  30mm、长度 218mm、截面形状为圆形的 SUS304 制的棒, 填充率 57%), 进行 15 分钟粉碎处理(振动频率 20Hz, 振幅 8mm, 温度 30 ~ 70°C)。将得到的纤维素·NaOH 混合粉碎物(纤维素的平均粒径为 65  $\mu$ m) 转移到研钵中, 以喷雾添加 50g 水。纤维素·NaOH 混合粉碎物的水分量相对于纤维素为 57%。在 20°C 下用杵混合 5 分钟, 得到碱纤维素(平均聚合度: 1175)。

[0486] (3) 羟丙基化反应工序

[0487] 将上述工序(2)中得到的碱纤维素装入安装有回流管和滴液漏斗的捏合机(株式会社入江商会制造, PNV-1 型, 容积 1.0L), 投入 85.7g 氧化丙烯(相当于 1mol AGU 为 2.5mol 的量), 一边进行搅拌一边在 50°C 下使之反应 6 小时。反应用 5 小时滴加氧化丙烯之后, 进行 1 小时熟成。

[0488] (4) 阳离子化反应工序

[0489] 取 5.8g 在上述工序(3)中得到的反应混合物于研钵中, 添加 2.10g65% 的 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵水溶液(四日市合成株式会社制造)(相当于 1mol AGU 为 0.50mol 的量), 混合 5 分钟之后, 转移至 50ml 玻璃瓶中, 在 50°C 下使之反应 7 小时, 由此制得粗 C-HPC。

[0490] 采集 5.0g 该粗 C-HPC 粉末, 用乳酸进行中和。为了求得丙烯氧基和阳离子化乙烯氧基的取代度, 通过透析膜(截留分子量 1000)精制生成物之后, 进行水溶液的冷冻干燥, 得到精制 C-HPC (I-11)。

[0491] 根据得到的精制 C-HPC (I-11) 的元素分析, 氯元素含量为 3.3%, 羟丙氧基含量为 38.8%。另外, 算出阳离子化乙烯氧基的取代度、以及丙烯氧基的取代度分别为 0.27、1.5。另外, 平均聚合度为 643。将结果示于表 4 中。

[0492] [表 4]

[0493]

原料纸浆	碱纤维素工序				碱纤维素的物性			羟丙基化工序			阳离子化工序			C-HPC 的物性					
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	纸浆使用量 (g)	粉碎时间 (分钟)	粒状 NaOH 添加量 (g)	水添加量 (g)	粒径 (μm)	平均聚合度	氧化丙烯添加量 (g)	反应温度 (°C)	反应时间 (hr)	反应混合物使用量 (g)	氯化铵水溶液使用量 (g)*1	反应温度 (°C)	反应时间 (hr)	平均聚合度	氯含量 (%)	羟丙基含量 (%)
				MB-1	100	15	23.6												
74	1481	4.6	100	15	23.6	50	65	1175	85.7	50	6	5.8	2.10	50	7	643	3.3	38.8	
																			制造例 I-12

[0494] \*1 :3- 氯 -2- 羟丙基三甲基氯化铵水溶液的使用量 (g)

[0495] 制造例 I-13[C-HPC (I-12) 的制造]

[0496] (1) 低结晶性粉末纤维素制造工序

[0497] 用和制造例 I-12 (1) 同样的方法进行,得到 3 ~ 5mm 见方的碎片状纸浆。将 1kg 得到的碎片状纸浆投入到干燥器(ADVANTEC 东洋株式会社制造,商品名:V0-402),在 105℃ 下干燥 2 小时,得到干燥碎片状纸浆(水分含量 0.8%)。

[0498] 将 920g 得到的干燥碎片状纸浆投入到分批式振动研磨机(中央化工机株式会社制造,“FV-10”:总容器量 35L,作为棒有 63 根  $\phi$  30mm、长度 510mm、截面形状为圆形的 SUS304 制的棒,填充率 65%)中。进行 10 分钟粉碎处理(振动频率 20Hz,振幅 8mm,温度 10 ~ 40℃),得到粉末纤维素(结晶度 14%,平均聚合度 1198,水分含量 1.0%)。

[0499] (2) 碱纤维素化工序

[0500] 将 369g 上述工序(1)中得到的粉末纤维素投入到混合机(MATSUBO Corporation 制造,“Lodige 混合机”,容量 5L)中,一边以主翼 250rpm,切碎翼 2500rpm 的速度搅拌一边在 1.5 分钟内喷雾添加 212g42.5% 氢氧化钠水溶液(NaOH:相当于每 1molAGU 为 1.0mol 的量,水:相对于纤维素为 33%)。喷雾之后,将内部温度升温至 50℃,熟成 3 小时,得到碱纤维素。

[0501] (3) 羟丙基化反应工序

[0502] 将 607g 上述工序(2)中得到的碱纤维素在上述 Lodige 混合机内一边以主翼 50rpm,切碎翼 400rpm 的速度进行搅拌一边升温至 50℃,之后,用 3.5 小时滴加 187g 氧化丙烯(相当于每 1molAGU 为 1.6mol 的量)。滴加结束之后在 50℃ 下熟成 2 小时。

[0503] (4) 阳离子化反应工序

[0504] 取 11.4g 在上述工序(3)中得到的反应混合物于研钵中,添加 4.31g65% 的 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵水溶液(相当于 1molAGU 为 0.5mol 的量)和 0.84g 离子交换水,混合 5 分钟之后,转移至 50ml 玻璃瓶中,在 50℃ 下反应 5 小时,得到粗 C-HPC。对该粗 C-HPC 粉末与制造例 I-12 (4) 同样地进行中和、精制、冷冻干燥,得到精制 C-HPC (I-12)。

[0505] 根据得到的精制 C-HPC (I-12) 的元素分析,氯元素含量为 4.3%,羟丙氧基含量为 24.3%。另外,算出阳离子化乙烯氧基的取代度、以及 丙烯氧基的取代度分别为 0.25、0.8。另外,平均聚合度为 659。将结果示于表 5 中。

[0506] 制造例 I-14[C-HPC (I-13) 的制造]

[0507] (1) 低结晶性粉末纤维素的制造工序

[0508] 用和制造例 I-13 (1) 同样的方法进行,得到粉末纤维素(结晶度 14%,平均聚合度 1198,水分含量 1.0%)。

[0509] (2) 碱纤维素化工序

[0510] 除了使用 530.5g 上述工序(1)中得到的粉末纤维素以及 307g42.5% 氢氧化钠水溶液(NaOH:相当于每 1molAGU 为 1.0mol 的量,水:相对于纤维素为 34%)之外,与制造例 I-13 (2) 同样地进行,得到碱纤维素。

[0511] (3) 羟丙基化反应工序

[0512] 将 825g 上述工序(2)中得到的碱纤维素在上述 Lodige 混合机内一边以主翼 50rpm、切碎翼 400rpm 的速度搅拌一边升温至 50℃,之后,用 6 小时滴加 467g 氧化丙烯(相当于每 1molAGU 为 2.6mol 的量)。滴加结束之后在 50℃ 下熟成 2 小时。

[0513] (4) 阳离子化反应工序



[0514] 取 12.3g 在上述工序(3)中得到的反应混合物于研钵中,添加 4.31g65% 的 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵水溶液(相当于 1molAGU 为 0.5mol 的量)和 0.84g 离子交换水,混合 5 分钟之后,转移至 50ml 玻璃瓶中,在 50℃下反应 5 小时,由此得到粗 C-HPC。对该粗 C-HPC 粉末与制造例 I-12(4)同样地进行中和、精制、冷冻干燥,得到精制 C-HPC(I-13)。

[0515] 根据得到的 C-HPC (I-13) 的元素分析,氯元素含量为 2.5%,羟丙氧基含量为 38.5%。另外,算出阳离子化乙烯氧基的取代度、丙烯氧基的取代度分别为 0.19、1.4。另外,平均聚合度为 1186。将结果示于表 5 中。

[0516] [表 5]

[0517]

原料浆	低结晶性粉末纤维素制造工序				粉末纤维素物性			碱纤维素化工序				羟丙基化工序				阳离子化工序			C-HPC 的物性						
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	振动研磨机	干燥时间 (hr)	干燥温度 (°C)	粉碎时间 (分钟)	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	粉末纤维素使用量 (g)	42.5% NaOH 水溶液使用量 (g)	熟成温度 (°C)	熟成时间 (分钟)	碱纤维素使用量 (g)	氧化丙酮添加量 (g)	反应温度 (°C)	反应时间 (hr)	反应物使用量 (g)	氯化铵水溶液使用量 (g)*1	反应温度 (°C)	反应时间 (hr)	平均聚合度	阳离子基含量 (%)	羟丙基含量 (%)
制造例 I-13	74	1481	4.6	FV-10	2	105	10	14	1198	1	369	212	50	3	607	187	50	5.5	11.4	4.31	50	5	659	4.3	24.3
制造例 I-14	74	1481	4.6	FV-10	2	105	10	14	1198	1	530.5	307	50	3	825	467	50	8	12.3	4.31	50	5	1186	2.5	38.5

[0518] \*1 :3- 氯 -2- 羟丙基三甲基氯化铵水溶液的使用量(g)

[0519] 将制造例 I-1 ~ 10、12 ~ 14 中得到的 C-HPC 的平均聚合度、阳离子化乙烯氧基的

取代度、以及丙烯氧基的取代度,阳离子化纤维素(I-1)的平均聚合度、阳离子化乙烯氧基的取代度一并示于表 6 中。

[0520] [表 6]

[0521]

		平均聚合度	阳离子化 EO 取代度*1	PO 取代度*2	2%粘度*3
制造例 I-1	C-HPC (I-1)	739	0.30	1.8	-
制造例 I-2	C-HPC (I-2)	539	0.22	1.1	171
制造例 I-3	C-HPC (I-3)	1230	0.11	2.9	-
制造例 I-4	C-HPC (I-4)	964	0.35	2.7	23
制造例 I-5	C-HPC (I-5)	1326	0.75	0.2	13600
制造例 I-6	C-HPC (I-6)	464	1.00	1.3	32
制造例 I-7	C-HPC (I-7)	214	2.36	0.2	9
制造例 I-8	C-HPC (I-8)	832	0.18	2.0	-
制造例 I-9	C-HPC (I-9)	646	0.17	1.3	-
制造例 I-10	C-HPC (I-10)	779	0.18	1.8	-
制造例 I-11	阳离子化纤维素 (I-1)	1288	0.77	0.0	1049
制造例 I-12	C-HPC (I-11)	643	0.27	1.5	-
制造例 I-13	C-HPC (I-12)	659	0.25	0.8	-
制造例 I-14	C-HPC (I-13)	1186	0.25	1.5	-

[0522] \*1:阳离子化乙烯氧基的取代度

[0523] \*2:丙烯氧基的取代度

[0524] \*3:C-HPC 的 2% 粘度(mPa·s)

[0525] 实施例 I-1 ~ 38、77 ~ 79 (护发素的制造、评价)

[0526] 作为成分(A)使用 C-HPC (I-1) ~ (I-13),按照常用方法调制成为表 5 ~ 9 所示的组成的护发素。

[0527] 具体而言,关于实施例 I-1 ~ 26、77 ~ 79,使成分(A)溶解或均匀分散于水中,调制 2% 聚合物水溶液。用烧杯取适量的水和表面活性剂(C),并加热至 80℃ 经过混合的水溶液加入到所述聚合物水溶液中,均匀混合。向其中加入已熔融的油剂(B),搅拌 30 分钟乳化冷却。最后,补充由于升温蒸发掉的水分,测定 pH。用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液)调节 pH 至 5。

[0528] 关于实施例 I-27 ~ 33,使成分(A)溶解或均匀分散于水中,调制 2% 聚合物溶液。用烧杯取水 and 表面活性剂(C),将加热至 80℃ 经过混合的水溶液加入到所述聚合物溶液中,均匀混合。向其中加入已熔融的鲸蜡醇以及硬脂醇,搅拌 30 分钟乳化,冷却至 50 ~ 60℃。接下来,加入硅酮的乳液均匀混合,冷却。最后,补充由于升温蒸发掉的水分,测定 pH。用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液)调节 pH 至 5。

[0529] 关于实施例 I-36 ~ 38,使成分(A)溶解或均匀分散于水中,调制 2% 聚合物溶液。在其中加入适量的水、表面活性剂(C)和等摩尔的 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液),均匀混

合,加热至 80℃。在其中加入已熔融的油剂(B)和成分(C),搅拌 30 分钟乳化冷却。最后,补充由于升温蒸发掉的水分,测定 pH。用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液)调节 pH 至 5。

[0530] 用下述所示的普通香波清洗发束,用 35 ~ 40℃ 的温水使之充分弄湿之后,涂布 1g 实施例 I-1 ~ 38、77 ~ 79 的护发素,使之渗透。之后用温水冲洗 30 秒,用毛巾拭去水分,用梳子梳理发束,进一步用吹风机的热风使之干燥,完成之后用梳子梳理发束,得到评价用发束。

[0531] 5 名专门评价小组成员按照以下所示的评价标准、评价方法进行毛发的手指通过性、发粘感、齐整感的评价。将结果示于表 7 ~ 11 中。

[0532] (普通香波的组成)

[0533] (成分)(%)

[0534]

聚氧乙烯月桂基醚硫酸钠(作为 EMAL E-27C(花王株式会社制造,有效成分 27 重量%) 42.0%)	11.3
椰子油脂肪酸 N-甲基乙醇酰胺 (AMINON C-11S(花王株式会社制造))	3.0
柠檬酸	0.2
对羟基苯甲酸甲酯	0.3
纯净水	余量

[0535] 合计 100.0

[0536] (普通香波的制造)

[0537] 用烧杯取各成分,升温至 80℃,混合,确认均匀溶解之后冷却,得到普通香波。

[0538] (评价标准·评价方法)

[0539] • 手指通过性

[0540] 5:手指通过性非常良好

[0541] 4:手指通过性良好

[0542] 3:手指通过性普通(以比较例 I-7 的手指通过性作为基准)

[0543] 2:手指通过性差

[0544] 1:手指通过性非常差

[0545] • 发粘感

[0546] 5:不发粘

[0547] 4:不怎么发粘

[0548] 3:普通(以比较例 I-7 的发粘感作为基准)

[0549] 2:稍微发粘

[0550] 1:发粘

[0551] • 齐整感

[0552] 5:毛发的齐整性非常好

[0553] 4:毛发的齐整性好

[0554] 3:普通(以比较例 I-7 的齐整感作为基准)

[0555] 2:毛发的齐整性差

[0556] 1:毛发完全不齐整

[0557] 将比较例 I-7 的手指通过性、发粘感、齐整感作为基准分 3, 平均 5 位专门评价小组成员的评价结果, 求得评分。

[0558] 如果评分为 3.4 以上, 可以说在该评价中具有明显优异的性能。

[0559] 比较例 I-1 ~ 12

[0560] 不添加实施例 I-1 的成分(A) (比较例 I-10 ~ 12)、或者替代成分(A)而使用表 5 所示的各种聚合物(比较例 I-1 ~ 9), 与实施例 I-1 同样地调制表 7 ~ 9 所示的组成的护发素。另外, 比较例 I-1 ~ 9 的护发素的 pH 调节至 5。按照和实施例 I-1 ~ 38、77 ~ 79 同样的方法评价比较例 I-1 ~ 12 的护发素。汇总结果示于表 7 ~ 9 中。

[0561] [表 7]

[0562]



- [0565] \*3 日本曹达株式会社制造, 商品名 :CELNY M  
 [0566] \*4NALCO 公司制造, 商品名 :MERQUAT550  
 [0567] \*5BASF 公司制造, 商品名 :Luviquat Sensation  
 [0568] \*6NALCO 公司制造, 商品名 :Sensomer CI50  
 [0569] \*7 三晶株式会社制造, 商品名 :JAGUAR C13S  
 [0570] \*8 三晶株式会社制造, 商品名 :JAGUAR C162  
 [0571] [ 表 8]  
 [0572]

毛发化妆品 (护发素)		实施例						比较例	
		I-11	I-12	I-13	I-14	I-15	I-16	I-10	
配合 (质量份)	成分 (A)	C-HPC (I-2)	0.001	0.01	0.1	0.3	1	3	
	成分 (B)	鲸蜡醇	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
		硬脂醇	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
	成分 (C)	山嵛基三甲基氯化铵	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
		pH 调节剂	适量						
	纯净水	余量							
评价结果 (干燥后)	手指通过性		3.6	4.0	5.0	5.0	5.0	4.0	2.4
	发粘感		4.0	5.0	5.0	5.0	3.6	3.6	3.0
	齐整感		4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	3.6	3.0

[0573] [ 表 9]

[0574]

皂基化妆品 (粉发素)		实施例												比例例				
		F-17	F-18	F-19	F-20	F-21	F-22	F-23	F-24	F-25	F-26	F-27	F-28	F-29	F-30	F-31	F-12	
成分 (A)	C-HPC (I1)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5		
	C-HPC (I2)																	
	糊精																	
	硬脂醇	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	
	羟丙基纤维素	1.0																
	葵花籽油*1		1.0															
	角鲨烷*2			1.0														
	硬脂酸 (Pop=3) 正辛基酯				1.0													
成分 (B)	硬脂酸 (Pop=10) 月桂基醚					1.0												
	硬脂酸 (Pop=3)						1.0											
	甜豆蔻酸肉豆蔻醇																	
	硬脂酸硬脂醇																	
	硬脂酸硬脂醇																	
	硬脂酸硬脂醇																	
	硬脂酸硬脂醇*4																	
	硬脂酸硬脂醇*5																	
	硬脂酸硬脂醇*6																	
	硬脂酸硬脂醇*7																	
成分 (C)	由前基三甲聚氯化物	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	
	pH 调节剂																	
	纯净水																	
评价结果 (于使用后)	手指通过性	4.6	4.0	4.6	5.0	4.6	5.0	5.0	5.0	4.0	4.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0	4.0
	发屑感	4.4	4.0	4.0	5.0	5.0	4.0	5.0	5.0	5.0	4.0	4.6	4.0	4.0	4.0	4.0	1.4	1.4
	痒感	4.6	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0	4.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	3.6	3.6

[0575] \*1 日本流通产业株式会社制造, 食用葵花籽油  
 [0576] \*2 Nikko Chemicals Co., Ltd. 制造, 商品名: 角鲨烷



- [0577] \*3 日本精蜡株式会社制造,商品名:PARAFFIN WAX125  
 [0578] \*4 Dow Corning Toray Co., Ltd. 制造,商品名:BY22-029 (有效成分 50%)  
 [0579] \*5 信越化学工业株式会社制造,商品名:KM-902 (有效成分 50%)  
 [0580] \*6 Dow Corning Toray Co., Ltd. 制造,商品名:BY22-060 (有效成分 60%)  
 [0581] \*7 Dow Corning Toray Co., Ltd. 制造,商品名:SM8904 (有效成分 40%)  
 [0582] [表 10]  
 [0583]

毛发化妆品 (护发素)		实施例			
		I-31	I-32	I-33	
配合组成 (质量份)	成分(A)	C-HPC (I-2)	0.5	0.5	0.5
	成分(B)	鲸蜡醇	1.3	1.3	1.3
		硬脂醇	2.6	2.6	2.6
		高聚合二甲基硅氧烷*1	0.1	4.0	10.0
	成分(C)	山嵛基三甲基氯化铵	1.5	1.5	1.5
		pH 调节剂	适量		
	纯净水	余量			
评价结果 (干燥后)	手指通过性	4.6	5.0	5.0	
	发粘感	4.0	3.8	3.6	
	齐整感	4.0	4.0	5.0	

- [0584] \*1 信越化学工业株式会社制造,商品名:KM-902 (有效成分 50%)

[0585] [表 11]

[0586]

毛发化妆品 (护发素)		实施例					
		I-34	I-35	I-36	I-37	I-38	
配合组成 (质量份)	成分(A)	C-HPC (I-2)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	成分(B)	鲸蜡醇	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
		硬脂醇	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
	成分(C)	鲸蜡基三甲基氯化铵	1.5				
		山嵛基三甲基氯化铵					
		硬脂氧基丙基三甲基氯化铵*9		1.5			
		硬脂酰胺丙基二甲基胺*10			1.5		
		山嵛酸酰胺丙基二甲基胺*11				1.5	
	硬脂基二甲基胺					1.5	
		pH 调节剂	适量				
	纯净水	余量					
评价结果 (干燥后)	手指通过性	4.6	4.6	4.6	5.0	5.0	
	发粘感	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
	齐整感	4.2	5.0	5.0	5.0	5.0	

[0587] \*9 花王株式会社制造,商品名:KOHTAMIN E-80K (有效成分:45%)

[0588] \*10 东邦工业株式会社制造,商品名:CATINAL MPAS

[0589] \*11 花王株式会社制造,商品名:FARMIN DM-220A

[0590] 由表 7 ~ 11 可知,实施例 I-1 ~ 38、77 ~ 79 的护发素是全部满足干燥后没有油腻发粘感、良好的手指通过性和齐整感的优异的护发素。

[0591] 实施例 I-39 ~ 70 (香波的制造、评价)

[0592] 使用制造例 I-2 中得到的 C-HPC (I-2),按照常用方法调制表 12 ~ 16 的实施例 I-39 ~ 70 所示的组成的香波。具体而言,用烧杯取成分(C)和适量的水,加热至 60℃使之溶解。冷却至 50℃,加入用和实施例 I-1 同样的方法制得的聚合物液,均匀混合。在其中加入成分(B),搅拌乳化 30 分钟,冷却。最后,补充由于加热蒸发掉的水分,测定 pH。根据需要用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液和 48% 氢氧化钠水溶液)调节 pH 至 7。

[0593] 将用实施例 I-1 中使用的普通香波清洗的发束用 35 ~ 40℃的温水充分弄湿之后,用实施例 I-39 ~ 70 的香波清洗,用温水冲洗,用毛巾擦干水分,用梳子梳理发束。之后,用吹风机的暖风使之干燥,完成之后用梳子梳理发束,得到评价用发束。5 名专门评价小组成员按照与实施例 I-1 ~ 38 同样的评价标准、评价方法,评价毛发的手指通过性、发粘感、齐整感。将结果示于表 12 ~ 16 中。

[0594] 另外,评价以比较例 I-16 的手指通过性、发粘感、齐整感作为基准分 3,将 5 名专门评价小组成员的评价结果平均,求得评分。

[0595] 如果评分为 3.4 以上,可以说在该评价中具有明显优异的性能。

[0596] 比较例 I-13 ~ 18

[0597] 替代制造例 I-2 中得到的 C-HPC (I-2),不添加成分(A) (比较例 I-17),或者使用表 12 ~ 14 所示的各种聚合物,用和实施例 I-39 同样的方法调制表 12 ~ 14 所示的组成的香波,进行评价。另外,比较例 I-13 ~ 18 的香波的 pH 调节至 7。将结果示于表 12 ~ 14 中。

[0598] [表 12]

[0599]

毛发化妆品（香波）			实施例		比较例		
			I-39	I-13	I-14	I-15	I-16
配合组成 （质量份）	成分 (A)	C-HPC (I-2)	0.5				
		阳离子化瓜尔胶*1		0.5			
		阳离子化羟乙基纤维素*2			0.5		
		羟丙基纤维素*3				0.5	
		二甲基二烯丙基氯化铵·丙烯酰胺共聚物*4					0.5
	成分 (B)	高聚合二甲基硅氧烷*5	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	成分 (C)	月桂醇聚醚-2 硫酸钠	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
		椰子油脂脂肪酸酰胺丙基甜菜碱	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
		pH 调节剂	适量				
		纯净水	余量				
评价结果 （干燥后）	手指通过性	5.0	3.0	2.4	2.0	3.0	
	发粘感	4.6	2.0	2.0	4.0	3.0	
	齐整感	5.0	2.0	2.0	3.0	3.0	

[0600] \*1 三晶株式会社制造, 商品名 :JAGUAR C13S

[0601] \*2NALCO 公司制造, 商品名 :MERQUAT10

[0602] \*3 日本曹达株式会社制造, 商品名 :CELNY M

[0603] \*4NALCO 公司制造, 商品名 :MERQUAT550

[0604] \*5 信越化学工业株式会社制造, 商品名 :KM-902 (有效成分 50%)

[0605] [表 13]

[0606]

毛发化妆品（香波）			实施例					比较例
			I-40	I-41	I-42	I-43	I-44	I-17
配合组成 （质量份）	成分 (A)	C-HPC (I-2)	0.01	0.1	0.3	1	3	
	成分 (B)	高聚合二甲基硅氧烷*1	1	1	1	1	1	1
	成分 (C)	月桂醇聚醚-2 硫酸钠	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
		椰子油脂脂肪酸酰胺丙基甜菜碱	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
		pH 调节剂	适量					
		纯净水	余量					
评价结果 （干燥后）	手指通过性	4.0	5.0	5.0	4.6	3.6	3.0	
	发粘感	3.6	4.6	4.6	4.6	4.6	2.0	
	齐整感	4.0	5.0	5.0	4.6	4.0	2.0	

[0607] \*1 信越化学工业株式会社制造, 商品名 :KM-902 (有效成分 50%)

[0608] [表 14]

[0609]

毛发化妆品 (香波)		实施例										比较例	
		I-45	I-46	I-47	I-48	I-49	I-50	I-51	I-52	I-53	I-54		I-18
配合组成 (质量份)	成分 (A)	C-HPC (I-2)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	成分 (B)	油酸	1										
		异硬脂酸		1									
		澳洲坚果油*1			1								
		液体石蜡*2				1							
		鳄梨油*3					1						
		(羟基硬脂酸/硬脂酸/松香酸)						1					
		二季戊四醇酯*4						1					
		2-辛基十二烷醇							1				
		聚二甲基硅氧烷醇*5								1			
	聚醚改性硅醇*6									1			
	聚醚改性硅醇*7										1		
	成分 (C)	月桂醇聚醚-2 硫酸钠	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
椰子油脂脂肪酸酰胺丙基甜菜碱		4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	
	pH 调节剂	适量											
	纯净水	余量											
评价结果 (干燥后)	手指通过性	3.6	4.0	4.6	4.6	4.0	4.0	4.6	4.0	3.6	4.0	3.0	
	发粘感	4.0	4.0	4.0	4.6	4.0	3.6	4.6	4.0	4.6	5.0	5.0	
	齐整感	4.6	4.6	4.6	4.0	4.6	4.6	3.6	4.0	4.0	4.0	2.4	

[0610] \*1Nikko Chemicals Co., Ltd. 制造, 商品名: 澳洲坚果油

[0611] \*2Kaneda Co., Ltd. 制造, 商品名: HICALL K-230

[0612] \*3Nikko Chemicals Co., Ltd. 制造, 商品名: 精制鳄梨油

[0613] \*4 日清 Oil11i0 株式会社制造, 商品名: Cosmol1168ARV

[0614] \*5Dow Corning Toray Co., Ltd. 制造, 商品名: 1785EMULSION (有效成分 60%)

[0615] \*6 信越化学工业株式会社制造, 商品名: KF6011

[0616] \*7 花王株式会社制造, 商品名: SOFCARE GS-G

[0617] [表 15]

[0618]

毛发化妆品 (香波)		实施例			
		I-55	I-56	I-57	
配合组成 (质量份)	成分 (A)	C-HPC (I-2)	0.5	0.5	0.5
	成分 (B)	高聚合二甲基硅氧烷*1	0.1	5	10
	成分 (C)	月桂醇聚醚-2 硫酸钠	7.5	7.5	7.5
		椰子油脂脂肪酸酰胺丙基甜菜碱	4.5	4.5	4.5
		pH 调节剂	适量		
		纯净水	余量		
评价结果 (干燥后)	手指通过性	4.0	5.0	4.6	
	发粘感	3.6	4.6	4.4	
	齐整感	4.0	5.0	4.6	

[0619] \*1 信越化学工业株式会社制造, 商品名 :KM-902 (有效成分 50%)

[0620] [表 16]

[0621]

毛发化妆品 (香波)		实施例													
		I-58	I-59	I-60	I-61	I-62	I-63	I-64	I-65	I-66	I-67	I-68	I-69	I-70	
成分 (A)	C-IPC (I-2)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	
	月桂基硫酸钠	10													
	月桂醇聚醚-1 硫酸盐		10												
	月桂醇聚醚-2 硫酸盐			10											
	月桂醇聚醚-4.5 硫酸钠				10										
	月桂醇聚醚-2 磺基琥珀酸钠					10									
	椰油酰基谷氨酸钠*1						10								
成分 (C)	椰子油脂肪酸单乙醇酰胺								2						
	椰子油脂肪酸甲酯乙醇酰胺*2									2					
	月桂基羧甲基羟甲基咪唑啉甜菜碱*3							10							
	月桂基羟甲基甜菜碱*4										2				
	月桂醇聚醚-3											2			
	鲸蜡硬脂醇-16													2	
	烷基糖苷*5								10						
成分 (B)	高聚合二甲基硅氧烷*6	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
	pH 调节剂														
	纯净水														
评价结果 (干燥后)	手指通过性	4.6	5.0	5.0	5.0	4.2	4.0	4.8	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
	发粘感	4.0	4.6	4.6	3.4	4.2	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	
	齐整感	4.0	4.6	4.6	4.2	4.0	4.0	4.0	4.0	4.2	5.0	5.0	4.6	4.6	

[0622] \*1 味之素株式会社制造, 商品名 :AMISOFT CS-11

[0623] \*2 花王株式会社制造, 商品名 :AMINON C11S

[0624] \*3 花王株式会社制造,商品名:AMPHITOL20YB(有效成分 40%)

[0625] \*4 花王株式会社制造,商品名:AMPHITOL20HD(有效成分 30%)

[0626] \*5 花王株式会社制造,商品名:MYDOL10(有效成分 40%)

[0627] \*6 信越化学工业株式会社制造,商品名:KM-902(有效成分 50%)

[0628] 由表 12 ~ 16 可知,实施例 I-39 ~ 70 的香波为全部满足干燥后无油腻发粘感、良好的手指通过性和齐整感的优异的香波。

[0629] 实施例 I-71 ~ 75(免冲洗护理剂的制造、评价)

[0630] 使用在制造例 I-1 中得到的 C-HPC(I-1),用与实施例 I-1 中所述的护发素的制造方法同样的方法调制表 17 的实施例 I-71 ~ 75 所示的组成的免冲洗护理剂。

[0631] 将用实施例 I-1 中所用的普通香波清洗过的发束用 35 ~ 40℃ 的温水充分弄湿之后,除去发束的水分,涂布免冲洗护理剂,使之渗透之后,用梳子整理发束。之后,用吹风机的暖风使之干燥,将完成时用梳子整理的发束用作评价用发束。5 名专门评价小组成员按照以下所示的评价标准、评价方法,评价毛发的通过性、发粘感、齐整感。将结果示于表 17 中。

[0632] 另外,评价将比较例 I-19 的通过性、发粘感、齐整感作为基准分 3,平均 5 名专门评价小组成员的评价结果,求得评分。

[0633] 如果评分为 3.4 以上的话,可以说在该评价中具有明显优异的性能。

[0634] 比较例 I-19 ~ 26

[0635] 不添加阳离子化羟丙基纤维素(A)(比较例 I-19 ~ 23)、或者替代制造例 I-1 中得到的 C-HPC(I-1)而使用表 17 所示的各种聚合物(比较例 I-24 ~ 26),调制成为表 17 所示的组成的免冲洗护理剂,同样地进行评价。将结果示于表 17 中。

[0636] 由表 17 可知,实施例 I-71 ~ 75 的免冲洗护理剂为全部满足干燥后无油腻发粘感、良好的手指通过性和齐整感的优异的免冲洗护理剂。

[0637] [表 17]

[0638]

毛发化妆品 (免冲洗护理剂)	实施例						比较例						
	I-71	I-72	I-73	I-74	I-75		I-20	I-21	I-22	I-23	I-24	I-25	I-26
成分 (A) C-HPC (I-1)	0.03	0.05	0.05	0.05	0.05								
阳离子化羟基纤维素*1										0.05			
羟乙基纤维素*2												0.05	
羟丙基纤维素*3													0.05
硬脂醇	0.4	0.4	0.4	0.5	0.5	0.4	0.4	0.4	0.5	0.4	0.4	0.4	0.4
聚氧丙烯 (Pop=3) 正辛基醚	0.1					0.1							
肉豆蔻酸肉豆蔻醇		0.1		0.1			0.1		0.1		0.1	0.1	0.1
高聚合二甲基硅氧烷*4		0.1	0.1		0.1					0.1			
山萘基三甲氯化铵	0.15	0.15	0.15			0.15	0.15	0.15		0.15	0.15	0.15	0.15
鲸蜡基三甲氯化铵				0.12	0.12				1.20				
pH 调节剂	通量												
纯净水	余量												
手指通过性	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.6	2.6	2.0	2.0
发粘感	5.0	5.0	4.2	4.6	5.0	3.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	3.0	3.0
齐整感	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	3.0	4.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0

[0639] \*1NALCO 公司制造, 商品名 :MERQUAT10

[0640] \*2Daicel 化学工业株式会社制造, 商品名 :HEC-SE850K



- [0641] \*3 日本曹达株式会社制造, 商品名 :CELNY M  
 [0642] \*4Dow Corning Toray Co.,Ltd. 制造, 商品名 :BY22-060 (有效成分 60%)  
 [0643] 实施例 I-76  
 [0644] 和实施例 I-75 同样地调制下述组成的免冲洗护理剂。  
 [0645] (成分) (%)  
 [0646]

C-HPC (I-1)	0.5
硬脂醇	4.0
高聚合二甲基硅氧烷*1	4.0
鲸蜡基三甲基氯化铵	5.0
pH 调节剂	适量
纯净水	余量

- [0647] 合计 100.0  
 [0648] \*1Dow Corning Toray Co.,Ltd. 制造, 商品名 :BY22-060 (有效成分 60%) 添加 6.7%  
 [0649] 将用实施例 I-1 中所用的普通香波清洗过的发束用 35 ~ 40°C 的温水充分弄湿之后, 除去发束的水分, 用吹风机的暖风干燥, 用梳子整理发束。在该发束的发梢 1cm 处涂布 0.1g 实施例 I-75 的免冲洗护理剂, 使之渗透。在室温下干燥之后, 进行发束的感官评价。  
 [0650] 该免冲洗护理剂干燥后无油腻发粘感, 可以赋予良好的手指通过性和齐整感。  
 [0651] 制造例 II-1 [C-HPC (II-1) 的制造]  
 [0652] (1) 碎片化工序  
 [0653] 将薄片状木材纸浆 [Tembec Inc. 制造的 Biofloc HV+, 平均聚合度 1770, 结晶度 74%, 水分含量 7.0%] 用切片机 (HORAI Co., Ltd. 制造, “SGG-220”) 处理, 制成 3 ~ 5mm 见方的碎片状。  
 [0654] (2) 阳离子化工序 (1)  
 [0655] 在 100g 上述 (1) 中得到的碎片状纸浆中用研钵混合 23.4g 缩水甘油基三甲基氯化铵水溶液 (阪本药品工业株式会社制造, 含水量 20%, 纯度 90% 以上) (以下称为 “GMAC”) [相当于每 1mol 纤维素的 AGU 为 0.2mol 的量] 之后, 投入到分批式振动研磨机 (中央化工机株式会社制造的 “MB-1”: 容器总容积 3.5L, 作为棒有 13 根  $\phi$  30mm、长度 218mm、截面形状为圆形的 SUS304 制的棒, 填充率 57%)。进行 30 分钟粉碎处理 (振动频率 20Hz, 振幅 8mm, 温度 30 ~ 70°C), 得到纤维素和 GMAC 的粉末状混合物。  
 [0656] 在得到的粉末状混合物中用研钵混合 20g 24.7% 的氢氧化钠水溶液 (相当于每 1mol AGU 为 0.2mol 的量) 之后, 投入到所述分批式振动研磨机中。在同样的条件下进行 60 分钟粉碎处理, 得到 151g 阳离子化纤维素 (i)。  
 [0657] (3) 阳离子化工序 (2)  
 [0658] 在 128g 的上述 (2) 中得到的阳离子化纤维素 (i) 中添加 31.3g GMAC (相当于每 1mol 的 AGU 为 0.32mol 的量) 用研钵混合之后, 将得到的混合物装入安装有回流管的 1L 捏

合机(株式会社入江商会制造, PNV-1 型)中, 在 50℃、氮气气氛下, 一边以 50rpm 搅拌一边进行 5 小时熟成, 得到阳离子化纤维素(ii)。

[0659] (4) 羟丙基化工序

[0660] 将装有 152.6g 熟成后得到的阳离子化纤维素(ii) (未中和·未精制品)的捏合机升温至 70℃, 一边搅拌一边滴加 72.5g 氧化丙烯(相当于每 1molAGU 为 2.5mol 的量, 关东化学株式会社制造, 特级试剂), 进行反应 20 小时直至氧化丙烯被消耗回流停止。

[0661] 将反应结束的混合物从捏合机中取出, 得到淡褐色的粗 C-HPC 粉末 210.6g。采集 10.0g 该粗 C-HPC 粉末, 用醋酸中和。为了求得丙烯氧基和阳离子化乙烯氧基的取代度, 通过透析膜(截留分子量 1000)精制中和物之后, 进行水溶液的冷冻干燥, 得到精制 C-HPC (II-1)。

[0662] 根据得到的精制 C-HPC (II-1) 的元素分析, 氯含量为 3.4%。另外, 通过所述“羟丙基纤维素的分析法”得到的羟丙氧基含量为 43.3%。阳离子化乙烯氧基的取代度、以及丙烯氧基的取代度分别为 0.30 和 1.8。精制 C-HPC (II-1) 的平均聚合度为 739。将结果示于表 18 中。

[0663] 制造例 II-2[C-HPC (II-2) 的制造]

[0664] 除了将阳离子化工序(1)改变为表 18 所示的条件, 不进行阳离子化工序(2), 并将羟丙基化工序改变为表 18 所示的条件以外, 与制造例 II-1 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (II-2) 的结果示于表 18 中。

[0665] 制造例 II-3[C-HPC (II-3) 的制造]

[0666] 除了将阳离子化工序(1)、阳离子化工序(2)、以及羟丙基化工序改变为表 18 所示的条件以外, 和制造例 II-1 同样地进行。将得到的精制 C-HPC(II-3)的结果示于表 18 中。

[0667] 制造例 II-4[C-HPC (II-4) 的制造]

[0668] 除了将阳离子化工序(1)改变为表 18 所示的条件, 不进行阳离子化工序(2), 并将羟丙基化工序改变为表 18 所示的条件以外, 与制造例 II-1 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (II-4) 的结果示于表 18 中。

[0669] 制造例 II-5[C-HPC (II-5) 的制造]

[0670] 除了将阳离子化工序(1)、阳离子化工序(2)、以及羟丙基化工序改变为表 18 所示的条件以外, 用和制造例 II-1 同样的方法进行。将得到的精制 C-HPC (II-5) 的结果示于表 18 中。

[0671] [表 18]

[0672]

制造例	原料纸浆				阳离子化工序 (1)				阳离子化工序 (2)				羟丙基化工序			C-HPC 的物性				
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	使用纸浆量 (g)	振动研磨机	GMAC 添加量 (g)	粉碎时间 (分钟)	24.7% NaOH 添加量 (g)	48% NaOH 添加量 (g)	粉碎时间 (分钟)	阳离子纤维素 (i) 使用量 (g)	GMAC 添加量 (g)	熟成温度 (°C)	熟成时间 (hr)	阳离子纤维素 (ii) 使用量 (g)	氧化丙烯添加量 (g)	反应时间 (hr)	平均聚合度	氮含量 (%)	羟丙基含量 (%)
制造例 II-1	74	1770	7.0	100	MB-1	23.4	30	20	-	60	128	31.3	50	5	152.6	72.5	20	739	3.4	43.3
制造例 II-2	74	1770	7.0	100	MB-1	60.8	12	-	14.8	120	-	-	-	-	100*1	40.8	8	539	3.0	32.5
制造例 II-3	74	1770	7.0	100	MB-1	23.4	12	-	6.2	60	175	-	50	5	100	150	18	1230	1.1	62.7
制造例 II-4	74	1770	7.0	100	MB-1	109	12	-	47.9	120	-	-	-	-	220*1	153	5	964	3.3	54.4
制造例 II-5	74	1770	7.0	86	MB-1	20	12	-	8.8	60	110	132	50	5	140	20	9	1326	9.3	5.2

[0673] \*1 : 替代阳离子化纤维素 (ii) 使用阳离子化纤维素 (i)。

[0674] 制造例 II-6 [C-HPC (II-6) 的制造]

[0675] (1) 碎片化工序

[0676] 作为纤维素,将薄片状木材纸浆 [Tembec Inc. 制造的 Biofloc HV10, 平均聚合度 1508, 结晶度 74%, 水分量 7.0%] 用切片机 (HORAI Co., Ltd. 制造, “SGG-220”) 处理, 制成 3 ~ 5mm 见方的碎片状。

[0677] (2) 阳离子化工序(1)

[0678] 在 989g 的上述(1)中得到的碎片状纸浆(水分量 7.0%)中加入 559gGMAC [相当于每 1mol AGU 为 0.52mol 的量] 和 24g 离子交换水, 在塑料袋中进行混合之后, 投入到分批式振动研磨机(中央化工机株式会社制造的“FV-10”: 容器总容量 35L, 作为棒有 63 根  $\phi$  30mm、长度 510mm、截面形状为圆形的 SUS304 制的棒, 填充率 64%)。进行 12 分钟粉碎处理(振动频率 20Hz, 振幅 8mm, 温度 10 ~ 40°C), 得到纤维素和 GMAC 的粉末混合物。

[0679] 进一步向振动研磨机内投入 136.2g (相当于每 1molAGU 为 0.60mol 的量) 颗粒状氢氧化钠(有效成分为 100%)。再次进行 112 分钟粉碎处理, 得到阳离子化纤维素。

[0680] (3) 羟丙基化工序

[0681] 将 95.0g 的上述(2)中得到的阳离子化纤维素装入在制造例 II-1 中使用的安装有回流管的捏合机中, 将捏合机升温至 70°C, 一边搅拌一边滴加 35.4g 氧化丙烯(相当于每 1molAGU 为 2.0mol 的量), 进行反应 7 小时直至氧化丙烯被消耗回流停止。将反应结束的混合物从捏合机中取出, 得到淡褐色的粗 C-HPC 粉末 120.6g。

[0682] (4) 阳离子化工序(2)

[0683] 在 10.6g 在上述(3)中得到的粗 C-HPC 粉末中添加 16.2g GMAC (相当于每 1mol 的 AGU 为 3.5mol 的量), 用研钵进行混合之后, 在恒温槽中 50°C 下进行 24 小时的熟成。对得到的粗 C-HPC 使用 100g 的水: 乙醇: 异丙醇 = 5:45:50 (重量比) 的混合溶液进行分散, 加入醋酸中和, 进行沉淀精制。将沉淀物过滤收集, 在干燥机中在 60°C 下进行一晚的减压干燥, 得到淡褐色块状的粗 C-HPC (II-6)。

[0684] 为了求得丙烯氧基和阳离子化乙烯氧基的取代度, 通过透析膜(截留分子量 1000)精制生成物之后, 进行水溶液的冷冻干燥, 得到精制 C-HPC (II-6)。

[0685] 根据得到的精制 C-HPC(II-6)的元素分析, 氯含量为 9.1%。另外, 羟丙氧基含量为 25.1%。算出阳离子化乙烯氧基、丙烯氧基的取代度分别为 1.00 和 1.3。精制 C-HPC(II-6)的平均聚合度为 464。将结果示于表 19 中。

[0686] 制造例 II-7 [C-HPC (II-7) 的制造]

[0687] 除了将原料纸浆换成表 19 所示的原料纸浆, 将阳离子化工序(1)、羟丙基化工序、以及阳离子化工序(2)改变为表 19 所示的量以外, 用和制造例 II-6 同样的方法进行。将得到的精制 C-HPC (II-7) 的结果示于表 19 中。

[0688] [表 19]

[0689]

	原料纸浆				阳离子化工序 (1)				羟丙基化工序				阳离子化工序 (2)				C-HPC 的物性			
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	使用纸浆量 (g)	振动研磨机	GMAC 添加量 (g)	粉碎时间 (分钟)	48% NaOH 添加量 (g)	颗粒 NaOH 添加量 (g)	粉碎时间 (分钟)	阳离子纤维素使用量 (g)	氧化丙烯添加量 (g)	反应时间 (hr)	粗 C-HPC 粉末使用量 (g)	GMAC 添加量 (g)	熟成温度 (°C)	熟成时间 (hr)	平均聚合度	氯含量 (%)	羟丙氧基含量 (%)
制造例 II-6	74	1508	7.0	989	FV-10	559	12	-	136.2	112	95	35.4	7	10.6	16.2	50	24	464	9.1	25.1
制造例 II-7	77	191	7.0	100	MB-1	60.8	12	29.8	-	140	190	18	2	45	152	50	24	214	15.7	3.3

[0690] 制造例 II-8[C-HPC (II-8) 的制造]

[0691] (1) 低结晶性粉末纤维素的制造工序

[0692] 将薄片状木材纸浆(Tembec Inc. 制造的 Biofloc HV+, 平均聚合度 1770, 结晶度 74%, 水分含量 7.0%)用碎纸机(株式会社明光商会制造, “MSX2000-IVP440F”)制成 3 ~ 5mm 见方的碎片状。之后在 50℃减压下进行干燥处理 12 小时, 得到碎片状的干燥纸浆(水分含量 0.4%)。

[0693] 接下来, 将 100g 得到的碎片状的干燥纸浆投入到制造例 II-1 中使用的分批式振动研磨机。在振动频率 20Hz、总振幅 8mm、温度 30 ~ 70℃的范围内进行 35 分钟粉碎处理, 得到粉末纤维素(结晶度 0%, 平均聚合度 836, 平均粒径 52 μm, 水分含量 1.0%)。

[0694] (2) 阳离子化工序

[0695] 在 100g 的上述(1)中得到的粉末纤维素中添加 46.9gGMAC(相当于每 1mol 的 AGU 为 0.4mol 的量), 用研钵混合。之后, 添加 5.14g48% 的氢氧化钠水溶液(相当于每 1mol 的 AGU 为 0.1mol 的量), 添加 18g 离子交换水, 混合。在制造例 II-1 中使用的捏合机中装入得到的混合物, 在 50℃下搅拌 4 小时, 得到阳离子化纤维素 170g。

[0696] (3) 羟丙基化工序

[0697] 将 170g 的上述(2)中得到的阳离子化纤维素升温到 70℃, 一边搅拌一边添加 4.7g48% 的氢氧化钠水溶液(相当于每 1molAGU 为 0.1mol 的量)、16.4g 离子交换水。进一步, 滴加 101g 氧化丙烯(相当于每 1molAGU 为 3.0mol 的量), 进行反应 24 小时直至氧化丙烯被消耗回流停止。反应之后, 纤维素保持具有流动性的粉末状态。采集 10.0g 该反应结束品用醋酸中和, 得到淡褐色固体。通过透析膜(截留分子量 1000)精制中和物之后, 进行水溶液的冷冻干燥, 得到精制 C-HPC (II-8)。

[0698] 根据得到的精制 C-HPC(II-8)的元素分析, 氯含量为 2.1%。另外, 羟丙氧基含量为 49.2%。算出阳离子化乙烯氧基、丙烯氧基的取代度分别为 0.18 和 2.0。精制 C-HPC(II-8)的平均聚合度为 832。将结果示于表 20 中。

[0699] 制造例 II-9[C-HPC (II-9)的制造]

[0700] 除了将原料纸浆替换为表 20 所示的原料纸浆, 将低结晶性粉末纤维素的制造工序、阳离子化工序、以及羟丙基化工序改换为表 20 所示的条件之外, 与制造例 II-8 同样地进行。将得到的精制 C-HPC (II-9)的结果示于表 20 中。

[0701] 制造例 II-10[C-HPC (II-10)的制造]

[0702] 除了将羟丙基化工序改换为表 20 所示的条件之外, 用和制造例 II-8 同样的方法进行。将得到的精制 C-HPC (II-10)的结果示于表 20 中。

[0703] [表 20]

[0704]

	原料纸浆			低结晶性粉末纤维素制造工序		粉末纤维素的物性				阳离子化工序			羟丙基化工序			C-HPC 的物性		
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	碎纸机粉碎工序	碎片状干燥纸浆	粉碎时间 (分钟)	结晶度 (%)	平均聚合度	平均粒径 (μm)	水分含量 (%)	粉末纤维素的用量 (g)	48% NaOH 添加量 (g)	GMAC 添加量 (g)	48% NaOH 添加量 (g)	氧化丙烯添加量 (g)	平均聚合度	氯含量 (%)	羟丙基含量 (%)
制造例 II-8	74	1770	7.0	在 50°C 减压下 12 小时	0.4	35	0	836	52	1.0	100	5.1	46.9	4.7	101	832	2.1	49.2
制造例 II-9	74	1420	7.0	在 50°C 减压下 12 小时	0.4	20	0	574	52	1.0	100	10.2	33.6	-	53.2	646	2.3	37.1
制造例 II-10	74	1770	7.0	在 50°C 减压下 12 小时	0.4	35	0	836	52	1.0	100	5.1	46.9	4.7	89	779	2.2	45.7

[0705] 制造例 II-11[ 阳离子化纤维素(II-1) 的制造 ]

[0706] 除了不进行氧化丙烯的加成反应以外,用和制造例 II-5 同样的方法进行,得到阳

离子化纤维素(II-1)。

[0707] 制造例 II-12[C-HPC (II-11) 的制造]

[0708] (1) 碎片化工序

[0709] 将薄片状木材纸浆 [Tembec Inc. 制造的 Biofloc HV+, 平均聚合度 1481, 结晶度 74%, 水分含量 4.6%] 用切片机 (HORAI Co., Ltd. 制造, “SGG-220”) 处理, 制成 3 ~ 5mm 见方的碎片状。

[0710] (2) 碱纤维素化工序

[0711] 将 100g 上述工序(1)中得到的碎片状纸浆和 23.6g 的 0.7mm 粒状的 NaOH (相当于每 1mol 的 AGU 为 1.0mol 的量) 投入到分批式振动研磨机 (中央化工机株式会社制造的 “MB-1”: 容器总容积 3.5L, 作为棒有 13 根  $\phi$  30mm、长度 218mm、截面形状为圆形的 SUS304 制的棒, 填充率 57%), 进行 15 分钟粉碎处理 (振动频率 20Hz, 振幅 8mm, 温度 30 ~ 70°C)。将得到的纤维素·NaOH 混合粉碎物 (纤维素的平均粒径为 65  $\mu$ m) 转移到研钵中, 以喷雾添加 50g 水。纤维素·NaOH 混合粉碎物的水分量相对于纤维素为 57%。在 20°C 下用杵混合 5 分钟, 得到碱纤维素 (平均聚合度: 1175)。

[0712] (3) 羟丙基化反应工序

[0713] 将上述工序(2)中得到的碱纤维素装入安装有回流管和滴液漏斗的捏合机 (株式会社入江商会制造, PNV-1 型, 容积 1.0L), 投入 85.7g 的氧化丙烯 (相当于每 1mol 的 AGU 为 2.5mol 的量), 一边进行搅拌一边在 50°C 下使之反应 6 小时。对于反应, 用 5 小时滴加氧化丙烯之后, 进行 1 小时的熟成。

[0714] (4) 阳离子化工序

[0715] 取 5.8g 在上述工序(3)中得到的反应混合物于研钵中, 添加 2.10g65% 的 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵水溶液 (四日市合成株式会社制造) (相当于每 1mol AGU 为 0.50mol 的量), 混合 5 分钟之后, 转移至 50ml 玻璃瓶中, 在 50°C 下使之反应 7 小时, 由此制得粗 C-HPC。

[0716] 采集 5.0g 该粗 C-HPC 粉末, 用乳酸进行中和。为了求得丙烯氧基和阳离子化乙烯氧基的取代度, 通过透析膜 (截留分子量 1000) 精制中和物之后, 进行水溶液的冷冻干燥, 得到精制 C-HPC (II-11)。

[0717] 根据得到的精制 C-HPC (II-11) 的元素分析, 氯元素含量为 3.3%, 羟丙氧基含量为 38.8%。另外, 算出阳离子化乙烯氧基的取代度、以及丙烯氧基的取代度分别为 0.27、1.5。另外, 平均聚合度为 643。将结果示于表 21 中。

[0718] [表 21]

[0719]



原料纸浆	碱纤维素工序				碱纤维素的物性			羟丙基化工序				C-HPC 的物性							
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	纸浆使用量 (g)	粉碎时间 (分钟)	粒状 NaOH 添加量 (g)	水添加量 (g)	粒径 (μm)	平均聚合度	氧化丙烯添加量 (g)	反应温度 (°C)	反应时间 (hr)	反应混合物使用量 (g)	氯化铵水溶液使用量 (g)*1	反应温度 (°C)	反应时间 (hr)	平均聚合度	氯含量 (%)	羟丙基含量 (%)
				MB-1	100	15	23.6												
74	1481	4.6	100	15	23.6	50	85.7	65	1175	85.7	50	6	5.8	2.10	50	7	643	3.3	38.8
																			制造例 II-12

[0720] \*1 :3- 氯 -2- 羟丙基三甲基氯化铵水溶液的使用量 (g)

[0721] 制造例 II-13[C-HPC (II-12) 的制造]

[0722] (1) 低结晶性粉末纤维素制造工序

[0723] 用和制造例 II-12 (1) 同样的方法进行, 得到 3 ~ 5mm 见方的碎片状纸浆。将 1kg 得到的碎片状纸浆投入到干燥器 (ADVANTEC 东洋株式会社制造, 商品名: V0-402), 在 105℃ 下干燥 2 小时, 得到干燥碎片状纸浆 (水分含量 0.8%)。

[0724] 将 920g 得到的干燥碎片状纸浆投入到分批式振动研磨机 (中央化工机株式会社制造, “FV-10”: 容器总容积 35L, 作为棒有 63 根  $\phi$  30mm、长度 510mm、截面形状为圆形的 SUS304 制的棒, 填充率 65%) 中。进行 10 分钟粉碎处理 (振动频率 20Hz, 振幅 8mm, 温度 10 ~ 40℃), 得到粉末纤维素 (结晶度 14%, 平均聚合度 1198, 水分含量 1.0%)。

[0725] (2) 碱纤维素化工序

[0726] 将 369g 上述工序 (1) 中得到的粉末纤维素投入到混合机 (MATSUBO Corporation 制造, “Lodige 混合机”, 容量 5L) 中, 一边以主翼 250rpm、切碎翼 2500rpm 的速度进行搅拌一边在 1.5 分钟内喷雾添加 212g 42.5% 的氢氧化钠水溶液 (NaOH: 相当于每 1mol AGU 为 1.0mol 的量, 水: 相对于纤维素为 33%)。喷雾之后, 将内部温度升温至 50℃, 熟成 3 小时, 得到碱纤维素。

[0727] (3) 羟丙基化反应工序

[0728] 将 607g 上述工序 (2) 中得到的碱纤维素在上述 Lodige 混合机内一边以主翼 50rpm、切碎翼 400rpm 的速度搅拌, 一边升温至 50℃, 之后, 用 3.5 小时滴加 187g 氧化丙烯 (相当于每 1mol AGU 为 1.6mol 的量)。滴加结束之后, 在 50℃ 下熟成 2 小时。

[0729] (4) 阳离子化反应工序

[0730] 取 11.4g 在上述工序 (3) 中得到的反应混合物于研钵中, 添加 4.31g 65% 的 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵水溶液 (相当于每 1mol AGU 为 0.5mol 的量) 和 0.84g 离子交换水, 混合 5 分钟之后, 转移至 50ml 玻璃瓶中, 在 50℃ 下使之反应 5 小时, 制得粗 C-HPC。将该粗 C-HPC 粉末与制造例 II-12 (4) 同样地进行中和、精制、冷冻干燥, 得到精制 C-HPC (II-12)。

[0731] 根据得到的精制 C-HPC (II-12) 的元素分析, 氯元素含量为 4.3%, 羟丙氧基含量为 24.3%。另外, 算出阳离子化乙烯氧基的取代度、以及丙烯氧基的取代度分别为 0.25、0.8。另外, 平均聚合度为 659。将结果示于表 22 中。

[0732] 制造例 II-14 [C-HPC (II-13) 的制造]

[0733] (1) 低结晶性粉末纤维素的制造工序

[0734] 用和制造例 II-13 (1) 同样的方法进行, 得到粉末纤维素 (结晶度 14%, 平均聚合度 1198, 水分含量 1.0%)。

[0735] (2) 碱纤维素化工序

[0736] 除了使用 530.5g 上述工序 (1) 中得到的粉末纤维素以及 307g 42.5% 氢氧化钠水溶液 (NaOH: 相当于每 1mol AGU 为 1.0mol 的量, 水: 相对于纤维素为 34%) 之外, 用和制造例 II-13 (2) 同样的方法进行, 得到碱纤维素。

[0737] (3) 羟丙基化反应工序

[0738] 将 825g 的上述工序 (2) 中得到的碱纤维素在上述 Lodige 混合机内一边以主翼 50rpm、切碎翼 400rpm 的速度搅拌一边升温至 50℃, 之后, 用 6 小时滴加 467g 氧化丙烯 (相当于每 1mol AGU 为 2.6mol 的量)。滴加结束之后, 在 50℃ 下熟成 2 小时。

[0739] (4) 阳离子化反应工序

[0740] 取 12.3g 在上述工序(3)中得到的反应混合物于研钵中,添加 4.31g65% 的 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵水溶液(相当于每 1molAGU 为 0.5mol 的量)和 0.84g 离子交换水,混合 5 分钟之后,转移至 50ml 玻璃瓶中,在 50℃ 下使之反应 5 小时,得到粗 C-HPC。将该粗 C-HPC 粉末与制造例 II-13 (4) 同样地进行中和、精制、冷冻干燥,得到精制 C-HPC (II-13)。

[0741] 根据得到的 C-HPC (II-13) 的元素分析,氯元素含量为 2.5%,羟丙氧基含量为 38.5%。另外,算出阳离子化乙烯氧基的取代度、丙烯氧基的取代度分别为 0.19 和 1.4。另外,平均聚合度为 1186。将结果示于表 22 中。

[0742] [表 22]

[0743]

	原料纸浆			低结晶性粉末纤维素制造工序				粉末纤维素物性			碱纤维素化工序				羟甲基化工序				阳离子化工序				C-HPC 的物性		
	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	振荡研钵机	干燥时间 (hr)	干燥温度 (°C)	粉碎时间 (分钟)	结晶度 (%)	平均聚合度	水分含量 (%)	粉末纤维素使用量 (g)	42.5% NaOH 水溶液使用量 (g)	熟成温度 (°C)	熟成时间 (分钟)	碱纤维素使用量 (g)	氧化丙酮添加量 (g)	反应温度 (°C)	反应时间 (hr)	反应物使用量 (g)	氯化铵水溶液使用量 (g) *1	反应温度 (°C)	反应时间 (hr)	平均聚合度	阳离子基含量 (%)	羟丙基含量 (%)
制造例 II-13	74	1481	4.6	FV-10	2	105	10	14	1198	1	369	212	50	3	607	187	50	5.5	11.4	4.31	50	5	659	4.3	24.3
制造例 II-14	74	1481	4.6	FV-10	2	105	10	14	1198	1	530.5	307	50	3	825	467	50	8	12.3	4.31	50	5	1186	2.5	38.5

[0744] \*1 :3- 氯 -2- 羟丙基三甲基氯化铵水溶液的使用量 (g)

[0745] 将制造例 II-1 ~ 10、12 ~ 14 中得到的 C-HPC 的平均聚合度、阳离子化乙烯氧基

的取代度、以及丙烯氧基的取代度,阳离子化纤维素(II-1)的平均聚合度和阳离子化乙烯氧基的取代度一并示于表 23 中。

[0746] [表 23]

[0747]

		平均聚合度	阳离子化 EO 取代度*1	PO 取代度*2	2%粘度*3
制造例 II-1	C-HPC (1)	739	0.30	1.8	-
制造例 II-2	C-HPC (2)	539	0.22	1.1	171
制造例 II-3	C-HPC (3)	1230	0.11	2.9	-
制造例 II-4	C-HPC (4)	964	0.35	2.7	23
制造例 II-5	C-HPC (5)	1326	0.75	0.2	13600
制造例 II-6	C-HPC (6)	464	1.00	1.3	32
制造例 II-7	C-HPC (7)	214	2.36	0.2	9
制造例 II-8	C-HPC (8)	832	0.18	2.0	-
制造例 II-9	C-HPC (9)	646	0.17	1.3	-
制造例 II-10	C-HPC (10)	779	0.18	1.8	-
制造例 II-11	阳离子化纤维素 (1)	1288	0.77	0.0	1049
制造例 II-12	C-HPC (11)	643	0.27	1.5	-
制造例 II-13	C-HPC (12)	659	0.25	0.8	-
制造例 II-14	C-HPC (13)	1186	0.19	1.4	-

[0748] \*1 :阳离子化乙烯氧基的取代度

[0749] \*2 :丙烯氧基的取代度

[0750] \*3 :C-HPC 的 2% 粘度(mPa · s)

[0751] 实施例 II-1 ~ 23、50 ~ 52 (护发素的制造、评价)

[0752] 作为成分(A)使用 C-HPC (II-1) ~ (II-13),按照常用方法调制表 22 ~ 25 所示的组成的护发素。

[0753] 具体而言,将成分(A)溶解或均匀分散于水中,调制 2% 聚合物水溶液。用烧杯取适量的水和表面活性剂(C),将加热至 80℃ 混合后的水溶液加入上述聚合物水溶液,均匀混合。向其中加入已融化的油分(B)、鲸蜡醇和硬脂醇,搅拌乳化 30 分钟,冷却。最后,补充由于升温蒸发掉的水分,测定 pH。用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液)调节 pH 至 5。

[0754] 实施例 II-24 ~ 26

[0755] 将成分(A)溶解或均匀分散于水中,调制 2% 聚合物水溶液。在该聚合物水溶液中加入适量的水和表面活性剂(C)和等摩尔量的 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液),加热至 80℃。在其中加入已融化的油分(B)、鲸蜡醇、硬脂醇以及表面活性剂(C),搅拌乳化 30 分钟冷却。最后,补充由于升温蒸发掉的水分,测定 pH。用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液)调节 pH 至 5。

[0756] 用下述所示的普通香波清洗发束,用 35 ~ 40℃ 的温水充分弄湿之后,涂布 1g 实施例 II-1 ~ 26、50 ~ 52 的护发素,使之渗透。之后用温水冲洗 30 秒,用毛巾擦干水分,用

梳子梳理发束,进一步用吹风机的热风使之干燥,完成之后用梳子梳理发束,得到评价用发束。

[0757] 5名专门评价小组成员按照以下所示的评价标准、评价方法,进行毛发的手指通过性、发粘感、齐整感的评价。将结果示于表24~27中。

[0758] (普通香波的组成)

[0759] (成分)(%)

[0760]

聚氧乙烯月桂基醚硫酸钠(作为 EMAL E-27C (花王株式会社制造,有效成分 27 重量%) 42.0%)	11.3
椰子油脂肪酸 N-甲基乙醇酰胺 (AMINON C-11S (花王株式会社制造))	3.0
柠檬酸	0.2
对羟基苯甲酸甲酯	0.3
纯净水	余量

[0761] 合计 100.0

[0762] (普通香波的制造)

[0763] 用烧杯取各成分,升温至 80℃,混合,确认均匀溶解之后,冷却,得到普通香波。

[0764] (评价标准·评价方法)

[0765] • 手指通过性

[0766] 5:手指通过性非常好

[0767] 4:手指通过性好

[0768] 3:手指通过性普通

[0769] 2:手指通过性差

[0770] 1:手指通过性非常差

[0771] • 发粘感

[0772] 5:不发粘

[0773] 4:不怎么发粘

[0774] 3:普通

[0775] 2:稍微发粘

[0776] 1:发粘

[0777] • 齐整感

[0778] 5:毛发的齐整性非常好

[0779] 4:毛发的齐整性好

[0780] 3:普通

[0781] 2:毛发的齐整性差

[0782] 1:毛发完全不齐整

[0783] 将比较例 II-6 的手指通过性、发粘感、齐整感作为基准分 3,平均 5 位专门评价小

组成员的评价结果,求得评分。

[0784] 比较例 II-1 ~ 8

[0785] 不添加实施例 II-1 的成分(A) (比较例 II-1)、或者替代成分(A) 而使用表 24 所示的各种聚合物(比较例 II-2 ~ 8),用和实施例 II-1 同样的方法调制表 24 所示组成的护发素。另外,用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液)将比较例 II-1 ~ 8 的护发素的 pH 调节至为 5。用和实施例 II-1 ~ 26 同样的方法评价比较例 II-1 ~ 8 的护发素。汇总结果示于表 24 中。

[0786] [表 24]

[0787]





- [0790] \*3Daicel 化学工业株式会社制造, HEC-SE850K  
 [0791] \*4 日本曹达株式会社制造, CELNY M  
 [0792] \*5NALCO 公司制造, MERQUAT550  
 [0793] \*6BASF 公司制造, Luviquat Sensation  
 [0794] \*7Cognis 公司制造, Cetiol OE  
 [0795] \*8 调节至总量为 100 质量份  
 [0796] [表 25]  
 [0797]

毛发化妆品 (护发素)		实施例							
		II-11	II-12	II-13	II-14	II-2	II-15	II-16	
配合组成 (质量份)	成分 (A)	C-HPC (II-2)	0.001	0.01	0.1	0.3	0.5	1.0	3.0
	成分 (B)	二辛基醚*1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
		鲸蜡醇	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
		硬脂醇	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
	成分 (C)	山嵛基三甲基氯化铵	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
		pH 调节剂 (柠檬酸)	适量						
		纯净水*2	余量						
	成分 (B) / 成分 (A)	1000	100	10	3.3	2	1	0.33	
评价结果 (干燥后)	手指通过性	3.2	4.2	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0	
	发粘感	3.6	3.6	4.6	4.6	4.6	4.0	4.0	
	齐整感	3.2	3.8	5.0	5.0	4.6	4.0	3.4	

- [0798] \*1Cognis 公司制造, Cetiol OE  
 [0799] \*2 调节至总量为 100 质量份  
 [0800] [表 26]  
 [0801]

毛发化妆品 (护发素)			实施例					
			II-2	II-17	II-18	II-19	II-20	II-21
配合成分 (质量份)	成分 (A)	C-HPC (II-2)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	成分 (B)	二辛基醚*1	1.0			3.0	5.0	10.0
		二辛基碳酸酯*2		1.0				
		PPG-3 苄基醚肉豆蔻酸酯*3			1.0			
		鲸蜡醇	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
		硬脂醇	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
	成分 (C)	山嵛基三甲基氯化铵	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
		pH 调节剂 (柠檬酸)	适量					
		纯净水*4	余量					
	成分 (B) /成分 (A)		2.0	2.0	2.0	6.0	10	20
评价结果 (干燥后)	手指通过性	5.0	5.0	4.6	5.0	5.0	5.0	
	发粘感	4.6	5.0	4.0	3.6	3.6	3.0	
	齐整感	4.6	4.6	4.0	5.0	5.0	5.0	

[0802] \*1Cognis 公司制造, Cetiol OE

[0803] \*2Cognis 公司制造, Cetiol CC

[0804] \*3Croda 公司制造, CRODAMOL STS

[0805] \*4 调节至总量为 100 质量份

[0806] [表 27]

[0807]

毛发化妆品（护发素）			实施例					
			II-2	II-22	II-23	II-24	II-25	II-26
配合组成 (质量份)	成分 (A)	C-HPC (II-2)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	成分 (B)	二辛基醚*1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
		鲸蜡醇	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
		硬脂醇	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
	成分 (C)	山嵛基三甲基氯化铵	1.5					
		鲸蜡基三甲基氯化铵		1.5				
		硬脂氧基丙基三甲基氯化铵*2			1.5			
		硬脂酰胺丙基二甲基胺*3				1.5		
		山嵛酸酰胺丙基二甲基胺*4					1.5	
		硬脂基二甲基胺						1.5
	pH 调节剂（柠檬酸）	适量						
	纯净水*5	余量						
评价结果 (干燥后)	手指通过性	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
	发粘感	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6	
	齐整感	4.6	4.6	5.0	5.0	5.0	5.0	

[0808] \*1Cognis 公司制造, Cetiol OE

[0809] \*2 花王株式会社制造, 商品名: KOHTAMIN E-80K (有效成分: 45%), 添加 3.3 质量份

[0810] \*3 东邦工业株式会社制造, 商品名: CATINAL MPAS

[0811] \*4 花王株式会社制造, 商品名: FARMIN DM-220A

[0812] \*5 调节至总量为 100 质量份

[0813] 由表 24 ~ 27 可知, 实施例 II-1 ~ 26、50 ~ 52 的护发素与比较例 II-1 ~ 8 的护发素相比, 干燥之后无油腻发粘感, 能够赋予良好的手指通过性和齐整感。

[0814] 实施例 II-27 ~ 49 (香波的制造、评价)

[0815] 使用 C-HPC (II-2) 作为成分(A), 按照常用方法调制表 28 ~ 30 所示的组成的香波。

[0816] 具体而言, 用烧杯取表面活性剂(C) 和适量的水, 加热至 60℃ 使之溶解。冷却至 50℃, 加入用和实施例 II-1 同样的方法制得的聚合物液, 均匀混合。在其中加入油剂(B), 搅拌乳化 30 分钟, 冷却。最后, 补充由于加热蒸发的水分, 测定 pH。根据需要用 pH 调节剂 (50% 柠檬酸水溶液和 48% 氢氧化钠水溶液) 调节 pH 至 7。

[0817] 将用实施例 II-1 中使用的普通香波清洗过的发束用 35 ~ 40℃ 的温水充分浸湿之后, 用实施例 II-27 ~ 49 的香波清洗, 用温水冲洗, 用毛巾擦干水分, 用梳子整理发束。之后, 用吹风机的暖风干燥, 完成之后用梳子整理发束, 得到评价用发束。评价以比较例 II-12 的手指通过性、发粘感、齐整感作为基准分 3, 平均 5 名专门评价小组成员的评价结果, 求得评分。将结果示于表 28 ~ 30 中。

[0818] 比较例 II-9 ~ 13

[0819] 替代实施例 II-27 的成分(A) 而使用表 26 所示的各种聚合物,用和实施例 II-27 同样的方法调制表 26 所示组成的香波。另外,根据需要用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液和 48% 氢氧化钠水溶液)将比较例 II-9 ~ 13 的香波的 pH 调节至 7。用和实施例 II-27 同样的方法评价比较例 II-9 ~ 13 的香波。将结果示于表 28 中。

[0820] 比较例 II-14

[0821] 除了不添加油剂(B) 以外,用和实施例 II-27 同样的方法进行,调制比较例 II-14 的香波。与实施例 II-27 的香波同样地评价制得的比较例 II-14 的香波。将结果示于表 29 中。

[0822] [表 28]

[0823]

毛发化妆品(香波)		实施例	比较例					
		II-27	II-9	II-10	II-11	II-12	II-13	
配合组成 (质量份)	成分 (A)	C-HPC (II-2)	0.5					
		阳离子化瓜尔胶*1		0.5				
		阳离子化羟乙基纤维素*2			0.5			
		二甲基二烯丙基氯化铵·丙烯酰胺共聚物*3				0.5		
		二甲基二烯丙基氯化铵·乙烯基吡咯烷酮·乙烯基咪唑共聚物*4					0.5	
		阳离子化淀粉*5						0.5
	成分 (B)	二辛基碳酸酯*6	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	成分 (C)	月桂醇聚醚-2 硫酸钠	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
		椰子油脂脂肪酸酰胺丙基甜菜碱	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
		pH 调节剂	适量					
	纯净水*7	余量						
评价结果 (干燥后)	手指通过性	4.6	2.6	2.0	2.0	3.0	3.0	
	发粘感	5.0	2.6	2.6	2.0	3.0	3.6	
	齐整感	4.0	3.0	3.6	3.6	3.0	2.6	

[0824] \*1 三晶株式会社制造, JAGUAR C13S

[0825] \*2NALCO 公司制造, MERQUAT10

[0826] \*3NALCO 公司制造, MERQUAT550

[0827] \*4BASF 公司制造, Luviquat Sensation

[0828] \*5NALCO 公司制造, Sensomer CI50

[0829] \*6Cognis 公司制造, Cetiol CC

[0830] \*7 调节至总量为 100 质量份

[0831] [表 29]

[0832]

毛发化妆品 (香波)		实施例													比较例
		II-28	II-27	II-29	II-30	II-31	II-32	II-33	II-34	II-35	II-36	II-14			
成分 (A)	C-HPC (II-2)	0.5	0.5	0.5	0.01	0.1	1.0	1.0	3	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	
成分 (B)	二辛基醚*1 二辛基碳酸酯*2	1.0			1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.1	5.0	10			
成分 (C)	PPG-3 甲基醚肉豆蔻酸酯*3			1.0											
	月桂醇聚醚-2 硫酸钠 椰子油脂脂肪酸酰胺再基甜菜碱	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	
	pH 调节剂	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	
	纯净水*4														
成分 (B) / 成分 (A)		2.0	2.0	2.0	100	10	1.0	0.33	0.2	10	20	-	-	-	
评价结果 (干燥后)	手指通过性	5.0	4.6	4.0	4.6	5.0	4.6	3.6	4.0	5.0	4.6	3.0	3.0		
	发粘感	4.6	5.0	4.0	4.0	4.6	4.6	4.0	4.6	4.6	4.0	5.0	5.0		
	齐整感	4.6	4.0	4.6	4.0	4.6	4.6	4.0	3.6	5.0	5.0	2.6	2.6		

[0833] \*1Cognis 公司制造, Cetiol OE

- [0834] \*2Cognis 公司制造, Cetiol CC
- [0835] \*3Croda 公司制造, CRODAMOL STS
- [0836] \*4 调节至总量为 100 质量份
- [0837] [表 30]
- [0838]

毛发化妆品 (香波)		实施例												
成分 (A)	C-HPC (II-2)	II-37	II-38	II-39	II-40	II-41	II-42	II-43	II-44	II-45	II-46	II-47	II-48	II-49
成分 (B)	二辛基癸 <sup>1</sup>	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	月桂醇聚醚-1 硫酸钠	10												
	月桂醇聚醚-2 硫酸钠		10						10	10	10	10	10	10
	月桂醇聚醚-4.5 醋酸钠			10										
	月桂醇聚醚-2 磺基琥珀酸钠				10									
	烷基谷氨酸钠 <sup>2</sup>					10								
成分 (C)	椰子油脂肪酸酰胺丙基甜菜碱						10		2					
	月桂基羟甲基羟甲基咪唑甜菜碱 <sup>3</sup>													
	月桂基羟甲基羟甲基甜菜碱 <sup>4</sup>									2				
	椰子油脂肪酸单乙醇酰胺										2			
	椰子油脂肪酸甲基乙醇酰胺 <sup>5</sup>											2		
	月桂醇聚醚 (3)												2	
	鲸蜡硬脂醇醚 (16)													2
	鲸蜡糖苷 <sup>6</sup>							10						
	pH 调节剂													
	纯净水 <sup>7</sup>													
综合评价 (干燥后)		4.0	4.6	4.6	4.6	4.6	4.0	4.6	4.4	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6
	干指通过性													
	发粘感	4.0	4.4	4.4	3.4	4.6	4.6	4.6	4.4	4.6	4.6	4.6	4.6	4.6
	齐整感	4.0	4.6	4.6	4.6	4.0	4.0	4.0	3.6	4.0	5.0	5.0	4.4	4.4

[0839] \*1Cognis 公司制造, Cetiol OE

[0840] \*2 味之素株式会社制造, 商品名 :AMISOFT CS-11

- [0841] \*3 花王株式会社制造,商品名:AMPHITOL20YB(有效成分40%),添加25质量份
- [0842] \*4 花王株式会社制造,商品名:AMPHITOL20HD(有效成分30%),添加6.7质量份
- [0843] \*5 花王株式会社制造,商品名:AMINON C11S
- [0844] \*6 花王株式会社制造,商品名:MYDOL10(有效成分40%),添加25质量份
- [0845] \*7 调节至总量为100质量份
- [0846] 由表28~30可知,实施例II-27~49的香波与比较例II-9~14的香波相比,干燥后无油腻发粘感,能够赋予良好的手指通过性和齐整感。
- [0847] (1) 实施例III-1~7、比较例III-1、2(乳液的调制)
- [0848] 作为成分(A)使用制造例I-2中制得的C-HPC(I-2),调制表31所示组成的乳液。
- [0849] (工序(I))
- [0850] 用烧杯取10质量%的C-HPC(A)水溶液(对于比较例III-1、2所示的阳离子化羟乙基纤维素、阳离子化瓜尔胶,为1质量%水溶液)以及阴离子表面活性剂(C'),混合至均匀,调制C-HPC(A)和阴离子表面活性剂(C')的混合物。
- [0851] (工序(II))
- [0852] 在上述混合物中加入油剂(B),一边以300rpm(0.78m/s)的速度搅拌一边乳化60分钟,最后加入剩余的水,调制乳液。
- [0853] (2) 油滴的平均粒径的测定
- [0854] 使用动态光散射粒径测定装置LA-950(株式会社堀场制作所制造)测定油滴的平均粒径。为了防止测定时混入气泡,在LA-950的样品池中使乳化物完全分散后(测定条件:搅拌7、循环7),停止搅拌和循环之后测定。在温度为25℃下测定体积标准的中值粒径,将其作为平均粒径。
- [0855] 油滴的平均粒径越小,表示油剂(B)的乳化力越大;粒径越大,表示乳化力越小。
- [0856] (3) 乳化状态的评价
- [0857] 将(1)中调制的乳液用适量的水稀释,制成5质量%的水溶液。从该乳液的外观按照下述的评价标准进行评价。将结果示于表31中。
- [0858] (评价标准)
- [0859] • 乳化状态
- [0860] A:可以乳化
- [0861] B:不能乳化(油滴合而为一)
- [0862] [表31]
- [0863]



			实施例							比较例		
乳液调制			III-1	III-2	III-3	III-4	III-5	III-6	III-7	III-1	III-2	
配合组成 (质量份)	成分(A)	C-HPC (I-2)	0.5	1.0	2.0	3.0	1.0	2.0	3.0			
		阳离子化羟乙基纤维素 *1								1.0		
		阳离子化瓜尔胶 *2									1.0	
	成分(B)	二甲基聚硅氧烷*3	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	
	成分(C')	月桂醇聚醚-2 硫酸钠	0.05	0.10	0.20	0.30					0.10	0.10
		月桂醇聚醚-4.5 醋酸钠					0.40	0.80	1.20			
	纯净水*4	余量										
评价结果	油滴的平均粒径 (μm)		7.5	5.7	8.6	11.6	5.9	8.6	10.1	39.7	86.4	
	乳化状态		A	A	A	A	A	A	A	B	B	

[0864] \*1NALCO 公司制造, MERQUAT 10

[0865] \*2 三晶株式会社制造, JAGUAR C13S

[0866] \*3 信越化学工业株式会社制造, 商品名 :KF-96H-100, 000cs

[0867] \*4 调节至总量为 100 质量份

[0868] 实施例 III-8 ~ 16、比较例 III-3 ~ 6 (护发素的制造、评价)

[0869] (工序(III))

[0870] 用烧杯取适量的水和表面活性剂(C), 加热至 80℃ 混合得到水溶液, 将该水溶液加入所述聚合物水溶液, 均匀混合。向其中加入已融化的油分(B)、鲸蜡醇、硬脂醇, 搅拌乳化 30 分钟, 冷却。之后, 添加表 31 所示组成的乳液, 均匀混合。最后, 补充由于加热蒸发的水分, 测定 pH。用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液) 调节 pH 至 5。另外, 在比较例 III-3 中, 替代表 31 所示的乳液而使用市售的乳液(Dow CorningToray Co., Ltd. 制造, BY22-029)。

[0871] 使用下述所示的普通香波清洗发束, 用 35 ~ 40℃ 的温水充分弄湿之后, 涂布实施例 III-8 ~ 16 的护发素 1g, 使之渗透。之后, 用温水冲洗 30 秒, 用毛巾擦干水分, 用梳子整理发束, 进一步用吹风机的热风干燥, 完成之后用梳子整理发束, 得到评价用发束。

[0872] 5 名专门评价小组成员按照以下所示的评价标准、评价方法, 评价毛发的手指通过性、发粘感、齐整性、湿润感。将结果示于表 32、33 中。

[0873] (普通香波的组成)

[0874] (成分)(%)

[0875]

聚氧乙烯月桂基醚硫酸钠 (作为 EMAL E-27C (花王株式会社制造, 有效成分 27 重量%) 42.0%)	11.3
椰子油脂肪酸 N-甲基乙醇酰胺 (AMINON C-11S (花王株式会社制造))	3.0
柠檬酸	0.2
对羟基苯甲酸甲酯	0.3
纯净水	余量

[0876] 合计 100.0

- [0877] (普通香波的制造)
- [0878] 用烧杯取各成分,升温至 80℃,混合,确认均匀溶解之后冷却,得到普通香波。
- [0879] (评价标准·评价方法)
- [0880] • 手指通过性
- [0881] 5:手指通过性非常好
- [0882] 4:手指通过性好
- [0883] 3:手指通过性普通
- [0884] 2:手指通过性差
- [0885] 1:手指通过性非常差
- [0886] • 发粘感
- [0887] 5:不发粘
- [0888] 4:不怎么发粘
- [0889] 3:普通
- [0890] 2:稍微发粘
- [0891] 1:发粘
- [0892] • 齐整感
- [0893] 5:毛发的齐整性非常好
- [0894] 4:毛发的齐整性好
- [0895] 3:普通
- [0896] 2:毛发的齐整性差
- [0897] 1:毛发完全不齐整
- [0898] • 湿润感
- [0899] 5:强烈感觉得到
- [0900] 4:感觉得到
- [0901] 3:普通
- [0902] 2:不怎么感觉得到
- [0903] 1:完全感觉不到
- [0904] 将比较例 III-3 的手指通过性、发粘感、齐整感、湿润感作为基准分 3,平均 5 位专门评价小组成员的评价结果,求得评分。
- [0905] [表 32]
- [0906]

毛发化妆品 (护发素)	实施例										比较例		
	III-8	III-9	III-10	III-11	III-12	III-13	III-14	III-3	III-4	III-5			
使用的乳液	80	81	82	83	84	85	86		27	28			
成分 (A) C-HPC (I-2)	0.02	0.04	0.08	0.12	0.04	0.08	0.12						
阳离子化羟乙基纤维素*1									0.02				
阳离子化瓜尔胶*2										0.02			
鲸蜡醇	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3			
硬脂醇	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6			
成分 (B)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0		2.0	2.0			
二甲基聚硅氧烷*3													
二甲基聚硅氧烷*4													
山嵛基三甲基氯化铵	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5			
成分 (C)	0.002	0.004	0.008	0.012					0.002	0.002			
月桂醇聚醚-2 硫酸钠													
月桂醇聚醚-4,5 羧酸钠					0.016	0.032	0.048						
pH 调节剂					适量								
纯净水*5					余量								
手指通过性	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.6	4.6	3.0	2.4	2.4			
有无发粘	3.0	3.6	3.6	3.8	3.8	4.0	3.6	3.0	4.0	2.0			
齐整感	3.6	3.6	3.6	4.0	3.6	3.6	3.6	3.0	3.0	3.0			
湿润感	3.6	3.6	4.0	3.6	3.6	4.0	4.0	3.0	3.0	3.0			
评价结果 (干燥后)													

[0907] \*1NALCO 公司制造, MERQUAT10

[0908] \*2 三晶株式会社制造, JAGUAR C13S

[0909] \*3 信越化学工业株式会社制造, KF-96H-100, 000cs

[0910] \*4Dow Corning Toray Co.,Ltd. 制造, BY22-029

[0911] \*5 调节至总量为 100 质量份

[0912] [表 33]

[0913]

		实施例		
毛发化妆品(护发素)		III-15	III-16	
配合组成 (质量份)	使用的乳液	85	85	
	成分(A)	C-HPC (I-2)	0.02	0.04
	成分(B)	鲸蜡醇	1.3	1.3
		硬脂醇	2.6	2.6
		二甲基聚硅氧烷*1	0.5	1.0
	成分(C)	山嵛基三甲基氯化铵	1.5	1.5
		月桂醇聚醚-4.5 羧酸钠	0.008	0.016
		pH 调节剂	适量	
	纯净水*2	余量		
评价结果 (干燥后)	手指通过性	4.0	3.6	
	齐整感	3.6	3.6	
	有无发粘	4.0	4.0	
	湿润感	3.6	3.2	

[0914] \*1 信越化学工业株式会社制造, KF-96H-100, 000cs

[0915] \*2 调节至总量为 100 质量份

[0916] 由表 32、33 可知, 实施例 III-8 ~ 16 的护发素与比较例 III-3 ~ 5 的护发素相比, 不油腻发粘, 能够赋予良好的手指通过性、湿润感和齐整感。

[0917] 实施例 III-17 ~ 22 (香波的制造、评价)

[0918] 作为成分(A) 使用 C-HPC (I-2), 调制表 34 所示的组成的香波。

[0919] 具体而言, 用烧杯取阳离子化瓜尔胶和适量的水, 使之均匀溶解。向其中加入表面活性剂(C), 加热至 60℃ 使之溶解。冷却至 45℃, 向其中加入乙二醇二硬脂酸酯(B) 和表 31 所示的组成的乳液, 搅拌乳化 30 分钟冷却。最后补充由于加热蒸发的水分, 测定 pH。根据需要用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液和 48% 氢氧化钠水溶液) 调节 pH 至 7。通过和实施例 I-1 同样的评价方法, 评价毛发的通过性、有无发粘、齐整感、湿润感。将结果示于表 34 中。另外, 评价将比较例 III-6 的手指通过性、有无发粘、齐整感、湿润感作为基准分 3, 平均 5 名专门评价小组成员的评价结果, 求得评分。

[0920] 比较例 III-6

[0921] 除了将配合的乳液更换为市售的乳液(Dow Corning Toray Co.,Ltd. 制造, 商品名:BY22-029) 以外, 用和实施例 III-17 ~ 22 同样的方法调制。另外, 香波的 pH 使用 pH 调节剂(50% 柠檬酸水溶液和 48% 氢氧化钠水溶液) 调节至 7。

[0922] [表 34]

[0923]

		实施例						比较例	
毛发化妆品(香波)		III-17	III-18	III-19	III-20	III-21	III-22	III-6	
配合组成 (质量份)	使用的乳液	81	82	83	84	85	86		
	成分(A)C-HPC (I-2)	0.04	0.08	0.12	0.04	0.08	0.12		
		阳离子化瓜尔胶*1	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
	成分(B)	二甲基聚硅氧烷*2	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	
		二甲基聚硅氧烷*3							2.0
		乙二醇二硬脂酸酯*4	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
	成分(C)	月桂醇聚醚-1 硫酸钠	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0
		月桂醇聚醚-2 硫酸钠	0.004	0.008	0.012				
		月桂醇聚醚-4.5 醋酸钠				0.016	0.032	0.048	
		椰油酰基丙基甜菜碱	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
		椰子油脂肪酸单乙醇酰胺	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
		NaCl	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
		pH 调节剂	适量						
		纯净水*5	余量						
评价结果 (干燥后)	手指通过性	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.0	
	有无发粘	4.0	4.0	4.0	3.6	4.0	4.0	3.0	
	齐整感	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.6	3.0	
	湿润感	3.6	3.2	3.2	3.6	3.6	4.0	3.0	

[0924] \*1 三晶株式会社制造, JAGUAR C13S

[0925] \*2 信越化学工业株式会社制造, KF-96H-100, 000cs

[0926] \*3Dow Corning Toray Co., Ltd. 制造, BY22-029

[0927] \*4 花王株式会社制造, SA-M2

[0928] \*5 调节至总量为 100 质量份

[0929] 由表 34 可知, 实施例 III-17 ~ 22 的香波相比于比较例 III-6 的香波, 不油腻发粘, 能够赋予良好的手指通过性、湿润感以及齐整感。

[0930] 产业上利用的可能性

[0931] 本发明的毛发化妆品可以适合利用于洗发香波、护发剂、护理剂、护发素、免冲洗型的护发素、发乳、吹干露(blow lotion)、发膜、染发剂、护发啫喱(conditioning gel)、护理泡沫等的领域中。