

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6841654号  
(P6841654)

(45) 発行日 令和3年3月10日(2021.3.10)

(24) 登録日 令和3年2月22日(2021.2.22)

(51) Int. Cl.		F 1
A 6 1 K	8/891	(2006.01)
A 6 1 K	8/898	(2006.01)
A 6 1 K	8/89	(2006.01)
A 6 1 K	8/31	(2006.01)
A 6 1 K	8/06	(2006.01)

請求項の数 5 (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2016-253379 (P2016-253379)  
 (22) 出願日 平成28年12月27日(2016.12.27)  
 (65) 公開番号 特開2018-104358 (P2018-104358A)  
 (43) 公開日 平成30年7月5日(2018.7.5)  
 審査請求日 令和1年10月30日(2019.10.30)

(73) 特許権者 500004955  
 旭化成ワッカーシリコン株式会社  
 東京都千代田区内神田1-16-8  
 (72) 発明者 五十嵐 憲二  
 茨城県筑西市向上野1500-3 旭化成  
 ワッカーシリコン株式会社内  
 (72) 発明者 村上 彰  
 茨城県筑西市向上野1500-3 旭化成  
 ワッカーシリコン株式会社内  
 審査官 佐々木 典子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水中油型シリコンエマルジョン組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記の(A)、(B)で示されるオルガノポリシロキサン、(C)で示されるオルガノポリシロキサンおよび/または炭化水素系油剤、および(D)を含有する水中油型エマルジョン組成物であって、

(A) アルキル基、アリアル基、アリル基、アラルキル基およびエポキシ基からなる群から選択される置換基で変性されるオルガノポリシロキサン、

(B) アミノ基、ポリエーテル基、ヒドロキシル基、カルボキシル基、カルビノール基、メルカプト基およびアクリル基からなる群から選択される置換基で変性されるオルガノポリシロキサン、

(C) ジメチルポリシロキサン、シラノール基を有するジメチルポリシロキサン、および/または炭化水素系油剤、

(D) 水

前記水中油型エマルジョン組成物全体を100質量部とした場合、

前記成分(A)を5~30質量部、

前記成分(B)を5~30質量部、

前記成分(C)を10~50質量部含み、

前記成分(A)~(C)の合計は20~70質量部であり、

エマルジョンの油滴中で、前記成分(A)、(B)および前記成分(C)が、安定的または準安定的に共存することを特徴とする水中油型エマルジョン組成物。

## 【請求項 2】

下記の ( a )、( b )、( c ) および ( d ) を含有する水中油型エマルジョン組成物であって、

- ( a ) アルキル変性オルガノポリシロキサン、
- ( b ) アミノ変性オルガノポリシロキサン、
- ( c ) ジメチルポリシロキサン
- ( d ) 水

前記す注油型エマルジョン組成物全体を 100 質量部とした場合、

前記成分 ( a ) を 5 ~ 30 質量部、

前記成分 ( b ) を 5 ~ 30 質量部、

前記成分 ( c ) を 10 ~ 50 質量部含み、

前記成分 ( a ) ~ ( c ) の合計は 20 ~ 70 質量部であり、

エマルジョンの油滴中で、前記成分 ( a )、( b ) および前記成分 ( c ) が、安定的または準安定的に共存することを特徴とする毛髪化粧料用水中油型エマルジョン組成物。

## 【請求項 3】

エマルジョン組成物であって、

前記成分 ( c ) の 25 での粘度が  $10 \sim 60000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  であることを特徴とする請求項 2 に記載の毛髪化粧料用水中油型エマルジョン組成物。

## 【請求項 4】

エマルジョン組成物の製造方法であって、

前記エマルジョン組成物は、下記の ( a )、( b )、( c ) および ( d ) を含有し、

- ( a ) アルキル変性オルガノポリシロキサン、
- ( b ) アミノ変性オルガノポリシロキサン、
- ( c ) ジメチルポリシロキサン
- ( d ) 水

前記成分 ( c ) に前記成分 ( a ) または前記成分 ( b ) のいずれか一方を加えて混合する工程と、前記工程において加えられなかった前記成分 ( b ) または前記成分 ( a ) をさらに加えて乳化することにより、エマルジョンの油滴中で、前記成分 ( a )、( b ) および前記成分 ( c ) が、安定的または準安定的に共存させる工程とを有することを特徴とする毛髪化粧料用水中油型エマルジョン組成物の製造方法。

## 【請求項 5】

請求項 2 または 3 のいずれかに 1 項に記載の水中油型エマルジョン組成物を含有する毛髪化粧料組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、油性成分としてオルガノポリシロキサンを含有し、保存安定性に優れた水中油型エマルジョン組成物に関し、より詳しくは、2 種以上の変性シリコーンポリマーを混合してエマルジョン化でき、基材を被覆した上で機能を与える水中油型エマルジョン組成物に関する。さらに詳しくは、毛髪に十分吸着した上で、しっとり感等を付与することが可能な毛髪化粧料用水中油型エマルジョン組成物に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来から、シリコーンは有機変性させることにより、様々な効果や機能を付与し、広い用途で使用されている。その中で、同時に複数の効果を持たせることが求められることが多い。このことは基材にシリコーンで被覆し、親油的機能を発現させることにおいて顕著である。そのためには、2 種以上の有機変性基、すなわち、一方は基材に密着する作用を有する極性の置換基、もう一方は親油的機能を発揮する非極性の置換基、で修飾されたシリコーンが提案されている。一方で、特に 2 種以上の有機変性基でシリコーンを修飾する場

10

20

30

40

50

合、製造工程の難しさや製造コストの問題があった。

一方、有機変性シリコーンをオイル状で提供することよりも、エマルジョン化して提供することは、扱い易さ、安全面、配合のしやすさ、効果的な機能発現などの面で、最近ではより広く求められている。

#### 【0003】

用途面で化粧品を例に取れば、シリコーンは毛髪や皮膚をコーティングし様々な好ましい機能、例えばしっとり感、滑り性、光沢付与、保湿性、つや付与など、を与える材料として広く使われており、シリコーンの変性基が重要な機能を与える大きな要素となる。通常、1種の変性シリコーンで所望の特性を得ることは難しく、2種以上の変性基が必要である。例えば、毛髪や皮膚に密着しやすい機能と、親油的な機能としてのしっとり感を出すための機能を現すには2種以上の変性基が必要である。同一のシリコーン鎖に2種以上の変性基を導入することは製造上難しく、コストも高くなる。また、化粧品への応用の場合、シリコーンをオイル状で供給するよりも、エマルジョンで供給した方が、水ベースである化粧料へ配合がしやすく、取扱いも安全であり、粒子状で分散していることにより均一に化粧料へ配合できる等の理由でエマルジョンが有利である。

10

#### 【0004】

また、ポリッシュの用途においても、基材に対する密着力と光沢を与える機能とを併せ持つ必要が多く、また、水ベースでの最終品配合が有利であり、製造、コスト、機能、安全面等からエマルジョンが有利である。アルミダイカストの用途においても、型への密着性とアルミ成形品の離型性等の両立が求められるため、2種以上の変性基を有するシリコーンが求められている。また、エマルジョンの状態ですべてに塗布することは薄くて均一な被膜形成が可能になるほか、工程面で安全性に優れる。

20

さらに、各種コーティング、各種繊維処理といった用途においても、それらの基材への被覆のための密着性と、求められる親油的特性、例えば撥水性、柔軟性、耐熱性といった特性を併せ持つ必要が多く、2種以上の変性基を有するシリコーンが求められている。また、エマルジョンの状態ですべてに配合することは扱いが安全で容易である場合が多く、基材に均一なシリコーンのコーティングや処理が可能になり、工程面で安全性に優れる。

#### 【0005】

よって、上記したような用途において、変性基が2種以上あるシリコーンが求められているものの、製造面、コスト面で容易ではなく、また、扱い易さ、安全面、配合のしやすさ、機能発現の意味でエマルジョンが求められている、という共通の課題がある。

30

#### 【0006】

上記の課題を解決し、エマルジョン化の要望により、2種以上の有機変性ポリマーを混合してエマルジョン化することが種々用途にて要望されているが、その試み自体が限定的であった。特に極性の異なる基を有する2種以上のポリマーを混合してエマルジョンすることは、ジメチルポリシロキサンとアミノ変性基含有のポリシロキサンの組み合わせの場合に限ってはできたものの、それ以外の場合では試みられていなかった。

#### 【0007】

また、従来から、シリコーン類は、シャンプーやコンディショナー、ヘアトリートメント、ヘアインス、ヘアパック、アウトバストリートメントなどの毛髪化粧料に対して、洗浄やすすぎの際のきしみ感をなくし、毛髪に滑らかな感触、及び乾燥後の通り性、優れたまとまり性など、滑らかな感触を付与する目的で使用されている。このようなシリコーン類は、毛髪化粧料の配合成分の一つとして他の配合成分と共に混合して使用される場合もあるが、シリコーン類をあらかじめ水中油型のエマルジョンとしてから、他の配合成分と混合して使用する場合もある。エマルジョンとするのは、毛髪に対する効果が大きい高粘度のシリコーンを用いる場合に、他成分と直接混合することが難しい場合があることや、シリコーンをあらかじめ適当な粒子径としておくことで、シリコーン類の効果がより発揮されるためである。

40

#### 【0008】

アミノ変性オルガノポリシロキサンは毛髪への優れたコンディショニング等の効果を与え

50

るシリコーンとして、毛髪化粧料を中心にこれまで広く使用されてきた。アミノ基が毛髪に対し吸着する作用があるので、シリコーンが毛髪に保持しやすく、シリコーンの持つ毛髪への化粧料としての効果が発揮されやすいためである。また、アミノ変性オルガノポリシロキサンはエマルジョン化された組成物としても提供され、化粧料等へ配合されている。

ところが、毛髪に対する、より高度な要求、例えば毛髪を乾燥後のしっとり感などに対しては、アミノ変性オルガノポリシロキサンでは十分な作用および効果を発揮するのが困難であった。

#### 【0009】

これに対し、特許文献1ではアルキル変性オルガノポリシロキサンを毛髪化粧料に配合し毛髪の間隔を向上する旨が開示されている。また、さらに特許文献2ではアルキル変性オルガノポリシロキサンをエマルジョン化させて同様の目的で使用することが開示されている。さらに特許文献3では、アルキル変性オルガノポリシロキサンまたはそれを環状シロキサンで希釈したものを同様の目的で使用することが開示されている。

#### 【0010】

しかし、アルキル変性オルガノポリシロキサンは単独で配合すると、アミノ変性オルガノポリシロキサンのような毛髪への付着性が弱く、コンディショニング効果等の毛髪への化粧料としての効果が十分でないという問題があった。アルキル変性オルガノポリシロキサンをエマルジョン化したものを配合した場合でも、同様の問題があった。

#### 【0011】

また、アミノ変性オルガノポリシロキサンのエマルジョンとアルキル変性オルガノポリシロキサンのエマルジョンを併用して配合する方法も用いられているが、アルキル変性オルガノポリシロキサンの毛髪への付着性は弱いことは改良されず、結果として、アルキル変性オルガノポリシロキサンの持つ潜在的な優れたしっとり感は現れず、アミノ変性オルガノポリシロキサン、アルキル変性オルガノポリシロキサンの各単独のエマルジョンを併用して混合しても所望の効果は現れなかった。また、エマルジョンに含有される乳化剤の影響で最終製品の粘度が下がるなどの問題があった。

また、アルキル変性オルガノポリシロキサンの髪への付着性を向上させるため、アミノ変性オルガノポリシロキサンとアルキル変性オルガノポリシロキサンの混合オイルを乳化する方法もあるが、技術的に困難であった。

さらには、特許文献4には、シリコーンの同一分子鎖上にアミノ基とアルキル基を両方導入した2官能修飾変性シリコーンを用いる方法が開示されている。しかし、製造は煩雑かつコストが高くなり、また、毛髪の要求に対して柔軟な組成の変更を行い最適化させることなどが難しいという問題があった。

#### 【0012】

これにより、毛髪処理において、優れたしっとり感を出すには、アミノ変性オルガノポリシロキサン、アルキル変性オルガノポリシロキサンの各単独のエマルジョンを混合するのではなく、エマルジョン中の同一の油滴中に両シリコーンが共存している必要があることが示唆される。しかも両者は何らかの結束的機能の下に安定または準安定状態で共存している状態が好ましいと考えられる。この状態ならばアミノ変性オルガノポリシロキサンとアルキル変性オルガノポリシロキサンが互いに影響し合い、毛髪にしっかりと密着することにより被覆しつつしっとり感を出すことが期待される。

#### 【0013】

毛髪以外の化粧品においても皮膚等への密着性と所望の機能の発現、ポリッシュ、アルミダイカスト、各種コーティング、繊維処理等への応用においても、その基材への密着性と所望の親油的機能発現においては、2種以上の変性シリコーンが同様に、エマルジョン中の同一の油滴中に存在し、しかも両者は何らかの結束的機能の下に安定または準安定状態で共存している状態である必要が期待される。

必要な変性基の種類は用途の違いにより異なるが、これらの用途に共通しているのは、基材への密着性を出すには極性の高い変性基が導入されたシリコーンが2種のうちの1種で

10

20

30

40

50

ある。化粧品や繊維であれば、たんぱく質への密着が必要なため、アミノ変性シリコーンが求められ、ポリッシュやダイカストや各種コーティング剤では、金属の場合はカルボキシル基等の極性基を有するシリコーンが求められる。もう1種のシリコーンの種類は用途により必要なものが異なるが、親油的機能の中でも撥水性や硬さや耐熱性等の機能が要求されることが多いため、アルキル基やアリル基が求められることが多い。

【0014】

上記した各用途において、共通して捉えられることとして、基材への密着を促進する置換基として極性の基で変性されたシリコーンと、所望の機能を発現するための親油的性質を有する置換基として非極性の基で変性されたシリコーンのもつ内的特性、すなわち、密着性、親油性が、各用途における、基材への被覆と、各用途において必要な上記の外的特性へとつながることが必要である。

10

よって、アルキル変性シリコーンとアミノ変性シリコーンの組み合わせをはじめ、極性基で変性されるシリコーンと非極性基で変性されるシリコーンが同一の油滴上に存在するエマルジョンが各種の用途で求められている。

【0015】

よって、いかなる公知技術も、極性と非極性の2種以上の有機変性ポリマーを、安定または準安定状態で存在している状態でエマルジョン化する方法について開示したものはなかった。

また、いかなる公知技術も、乾燥後の毛髪にしっとり感を与えるシリコーンを開示したものはなかった。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0016】

【特許文献1】特開2008-50280号公報

【特許文献2】特開2008-74845号公報

【特許文献3】特開2003-12466号公報

【特許文献4】特開2008-143858号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0017】

30

本発明は、基材へ被覆する作用を有する極性の基で変性されたオルガノポリシロキサンと、親油的機能を発揮する非極性の基で変性されたオルガノポリシロキサンを、同一油滴内で安定的または準安定的に共存でき、製造法が容易で、基材に十分被覆しかつ親油的機能を発揮できる水中油型シリコーンエマルジョン組成物を提供することを目的とする。

また、本発明は、毛髪化粧料として用いた場合、特に乾燥後の毛髪に、効率よく付着、密着することにより被覆し、しっとり感などの感触効果を発揮でき、製造法が容易な水中油型シリコーンエマルジョン組成物を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0018】

本発明者らは、通常のエマルジョン化方法では製造し得ない2種以上のシリコーンに対し、ジメチルポリシロキサン等の第3成分を加えることで課題を解決できることを見出し、本発明をなすに至った。すなわち、本発明は、下記の(A)、(B)で示されるオルガノポリシロキサン、(C)示されるオルガノポリシロキサンおよび/または炭化水素系油剤、および(D)を含有する水中油型エマルジョン組成物であって、(A)アルキル基、アリール基、アリル基、アラルキル基およびエポキシ基からなる群から選択される置換基で変性されるオルガノポリシロキサン、(B)アミノ基、ポリエーテル基、ヒドロキシル基、カルボキシル基、カルピノール基、メルカプト基およびアクリル基からなる群から選択される置換基で変性されるオルガノポリシロキサン、(C)ジメチルポリシロキサン、シラノール基を有するジメチルポリシロキサン、および/または、および(D)水、エマルジョンの油滴中で、前記成分(A)、(B)および前記成分(C)が、安定的または準安

40

50

定的に共存することを特徴とする水中油型エマルジョン組成物である。

【0019】

また、本発明者らは、通常のエマルジョン化方法では製造し得ないアルキル変性オルガノポリシロキサンとアミノ変性オルガノポリシロキサンの混合物に対し、第3成分としてジメチルポリシロキサンを加えることで課題を解決できることを見出し、本発明をなすに至った。すなわち、本発明は、下記の(a)、(b)、(c)および(d)を含有する水中油型エマルジョン組成物であって、(a)アルキル変性オルガノポリシロキサン、(b)アミノ変性オルガノポリシロキサン、(c)ジメチルポリシロキサンおよび(d)水、エマルジョンの油滴中で、前記成分(a)、(b)および前記成分(c)が、安定的または準安定的に共存することを特徴とする毛髪化粧品用水中油型エマルジョン組成物、その製造方法、または前記エマルジョンを含有する毛髪化粧品組成物である。

10

【0020】

前記毛髪化粧品用エマルジョン組成物は、組成物全体を100質量部とした場合に、前記成分(a)が0.01~70質量部、成分(b)が0.01~70質量部、成分(c)が0.01~70質量部を含有してなるものであり、前記成分(c)の25での粘度が10~60000mPa・sであることが好ましい。

【発明の効果】

【0021】

本発明の水中油型エマルジョン組成物は、従来、油滴中に安定または準安定状態エマルジョン化し得なかった2種以上のオルガノポリシロキサンのエマルジョン、すなわち、基材に密着することにより被覆する作用を有する極性のシリコーンポリマーと、親油的機能を有する非極性のシリコーンポリマーの組み合わせからなるオルガノポリシロキサンのエマルジョン、を提供することにより、種々用途に応用した場合に、個々のオルガノポリシロキサンを併用する場合に比して、煩雑さおよびコストも低減できるほか、各々のオルガノポリシロキサンの持つ効果を加算する効果、さらには相乗する効果を期待できる。特に極性が異なり互いに相溶性の低い2種以上のオルガノポリシロキサンにおいては、その効果を特徴的に発揮されることが期待できる。

20

【0022】

本発明の毛髪化粧品用水中油型エマルジョン組成物は、毛髪化粧品へ配合した場合、アルキル変性オルガノポリシロキサンとアミノ変性オルガノポリシロキサンが均一混合した状態で毛髪を処理できるので、各々のオルガノポリシロキサンの持つ良好な特性、すなわち、毛髪へ密着しやすい特性と毛髪にしっとり感、まとまり等を与える効果の2つの効果を相乗的に発揮することができる。特に、乾燥後の毛髪においても長時間安定的にシリコーン分が保持され、優れたしっとり感が継続することができる。また、保水効果、傷んだ髪へのしっとり感付与、非常電性などの毛髪への効果も期待できる。

30

アルキル変性オルガノポリシロキサンとアミノ変性オルガノポリシロキサンを併用して毛髪に処理する場合、あるいは、それぞれのエマルジョンを併用して毛髪に処理する場合に比して、優れたしっとり感を継続させる効果は格段に大きい。すなわち、思いがけずも、アルキル変性オルガノポリシロキサンとアミノ変性オルガノポリシロキサン単体の、あるいはそれらのエマルジョン単体から得られる効果が相乗的に得られることを見出した。

40

【0023】

また、本発明の毛髪化粧品用水中油型エマルジョン組成物は、同一シロキサン分子鎖上にアルキル基とアミノ基の双方を導入したオルガノポリシロキサンに比べ、製造のコストと煩雑さを大幅に低下できるほか、水系であるがゆえに安全、環境面においてもメリットを生じ、用途上の詳細な要求に合わせるための成分の調整が大幅にやりやすいという効果を生じる。

また、アルキル変性オルガノポリシロキサンとアミノ変性オルガノポリシロキサンを併用して毛髪に処理する場合に比して、全体のエマルジョンの使用量を少なくできるので、界面活性剤による最終製品の粘度低下が起きないという効果も生じる。

【発明を実施するための形態】

50

## 【 0 0 2 4 】

以下に本発明に係る水中油型エマルジョン組成物、毛髪化粧品用水中油型エマルジョン組成物の詳細を説明する。

## 【 0 0 2 5 】

## (成分(A))

本発明の成分(A)は、アルキル基、アリール基、アリル基、アラルキル基およびエポキシ基からなる群から選択される置換基により変性されるオルガノポリシロキサンである。この群は、毛髪その他の基材上において、親油的性質を基本とし、用途に応じた機能を発揮する基を表す。

同一シロキサン分子鎖に少なくとも1種のこれらの基があればよい。また、2種以上の基があってもよい。これらの基の他にはどのような基があっても構わない。

前記アルキル、アリール基、アラルキル、エポキシ基における炭素数、導入率等は限定されない。また、脂環式構造を有する基もアルキル基に含まれる。また、これらの基により変性されたオルガノポリシロキサンの分子量、骨格構造、粘度等も限定されない。また、混合物であってもよい。

## 【 0 0 2 6 】

## (成分(B))

本発明の成分(B)は、アミノ基、ポリエーテル基、ヒドロキシル基、カルボキシル基、カルビノール基、メルカプト基およびアクリル基からなる群から選択される置換基により変性されるオルガノポリシロキサンである。この群は、毛髪その他の基材に密着する機能を発揮する基を表す。

同一シロキサン分子鎖に少なくとも1種のこれらの基があればよい。また、2種以上の基があってもよい。これらの基の他にはどのような基があっても構わない。

前記アミノ基、ポリエーテル基、ヒドロキシル基、カルボキシル基、カルビノール基、メルカプト基またはアクリル基における炭素数、導入率等は限定されない。また、これらの基により変性されたオルガノポリシロキサンの分子量、骨格構造、粘度等も限定されない。また、混合物であってもよい。

## 【 0 0 2 7 】

## (成分(C))

本発明の成分(C)はジメチルポリシロキサン、シラノール基を有するジメチルポリシロキサン、および/または炭化水素系油剤である。

## 【 0 0 2 8 】

シラノール基を有するジメチルポリシロキサンにおけるシラノール基が存在する部位は、分子鎖の末端でも側鎖でもよい。また、シラノール基のモル数にも限定がない。

炭化水素系油剤は、その化学構造は限定されない。広く市販されている油剤を使用できる。例えば、鉱物油、流動パラフィンなどが例示される。

ジメチルポリシロキサン、シラノール基を有するジメチルポリシロキサン、炭化水素系油剤の分子量、骨格構造、粘度等も限定されない。

## 【 0 0 2 9 】

本発明の水中油型エマルジョン組成物は、前記成分(A)、(B)、(C)のオルガノポリシロキサンまたは炭化水素系油剤を成分として含有するものである。

成分(A)、(B)、(C)のエマルジョン中における含有量および、(A)、(B)、(C)間の量的比率は限定されず、任意の含有量、量比で使用できる。

## 【 0 0 3 0 】

## (成分(a))

本発明の成分(a)は、平均組成が一般式(1)で表されるアルキル変性オルガノポリシロキサンである。このアルキル変性オルガノポリシロキサンは、水性エマルジョンの中で、親油的性質を基本として、毛髪に対してしっとり感などを付与する成分である。



一般式(1)において、 $R^1$ は、分子中で同一でも異なってもよく、炭素数1~20

10

20

30

40

50

の非置換の1価の炭化水素基、もしくは水素原子または水酸基から選択される。非置換の1価の炭化水素基の例としては、メチル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基；フェニル基などのアリール基；2-フェニルエチル、2-フェニルプロピルなどのアラルキル基を挙げることができる。これらの中ではメチル基及び/またはフェニル基が好ましく、50モル%以上がメチル基であることが特に好ましい。R<sup>1</sup>として、一部に、炭素数1~3のアルコキシ基を含むことを妨げない。

【0031】

一般式(1)のR<sup>2</sup>は、分子中で同一でも異なってもよく、メチル基を除く、アルキル基を含有する炭化水素基である。炭素数は2~40である。

【0032】

アルキル基としては、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、n-ヘキシル基、n-ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、エイコシル基、ヘンエイコシル基、ドコシル基、テトラコシル基、ペンタコシル基、ヘキサコシル基、ヘプタコシル基、オクタコシル基、トリアコンチル基、テトラトリアコンチル基、オクタトリアコンチル基、テトラコンチル基、2-ヘプチルウンデシル基、2-ウンデシルペンタデシル基、2-デシルテトラデシル基、2-デシルペンタデシル基、2-エチルヘキシル基、2-オクチルドデシル基、2-ウンデシルテトラデシル基、メチル分岐イソステアリル基、メチル分岐ドデシル基、メチル分岐ノニル基等が挙げられる。

毛髪にしっとり感を与えるためには、アルキル鎖長が長い方がよい、すなわち、炭素数が多い方がよい。経済上の理由もしくは製造上の容易さを兼ね合わせると、炭素数8以上、かつ50以下のアルキル基が好ましい。

【0033】

一般式(1)のa、bは自然数で、アルキル変性ポリオルガノシロキサンのケイ素に結合した置換基R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>の平均数を示すものであり、a+bは1.8~2.2である。該オルガノポリシロキサンの分子構造は直鎖のみならず、分岐する構造を有していても良いことを示すが、好ましくは、直鎖型の構造を有するものである。

【0034】

炭素数2以上のアルキル基を有しないR<sup>1</sup>の平均数aと炭素数2以上のアルキル基を含有するR<sup>2</sup>の平均数bとの比a/bは、0.5~100であって、アルキル基を有しないシロキサンユニットとアルキル基を含有するシロキサンユニットの比の目安となるものである。この比が600を超えると、融点が高くなり、扱いが困難になると、毛髪のべたつき等が多くなる。また、15未満だと毛髪へのしっとり感を与える作用が小さくなる。

【0035】

また、成分(a)のアルキル変性オルガノポリシロキサンは、その融点が10~60、さらには20~50であるものが好ましい。なお、当該オルガノポリシロキサンの融点は、示差走査熱量計(DSC)を用いて測定した場合の値である。

毛髪にしっとり感を与えるためには、炭素数8以上、かつ50以下のアルキル基が好ましいことから、融点の好ましい範囲は10~60となる。

【0036】

本発明の成分(a)として用いられるアルキル変性オルガノポリシロキサンは、一般にアルキル変性オルガノポリシロキサンオイルとして知られているもので、当業者に公知の方法により製造することができるが、代表的なアルキル変性オルガノポリシロキサンオイルの合成法は以下の通りである。すなわち、側鎖に、ケイ素原子に直結した水素原子を有するオルガノポリシロキサンに、片末端にアルケニル基を有する炭化水素化合物を、白金を含有する付加型反応触媒等の触媒作用により、アルキル基をオルガノポリシロキサンに導入する方法が最も一般的である。

製造に用いる炭化水素化合物の投入割合を調整することにより、特定の融点を有するアルキル変性オルガノポリシロキサンオイルを得ることができる。これらアルキル変性オルガ

10

20

30

40

50

ノポリシロキサンオイルは、融点が本発明の範囲にあれば、単独でも2種類以上の混合物としても使用することができる。

【0037】

本発明の成分(a)の含有量は、本発明のエマルジョン中で、エマルジョン全体を100質量部とした場合、0.01~70質量部である。0.01質量部未満では、毛髪に対するコンディショニング効果が弱くなり、70質量部を超えると、水性エマルジョンの粘度が高くなり取り扱い性が悪くなる。より好ましくは5~30質量部である。5質量部未満では、コンディショニング効果が十分でなく、アミノ変性オルガノポリシロキサン(b)との相乗効果が十分に発揮されない。また、30質量部を超えると、成分(a)~(c)の混合物が凝固し製造工程において加熱装置が必要となり、製造が煩雑になり経済的にも不利となる。

10

【0038】

(成分(b))

本発明の成分(b)は、平均組成が一般式(2)で表されるアミノ変性オルガノポリシロキサンである。このアミノ変性オルガノポリシロキサンは、水性エマルジョンの中で、毛髪に対して滑らかな感触、通り性などを付与する成分である。



一般式(2)において、 $R^3$ は、分子中で同一でも異なってもよく、炭素数1~20の非置換の1価の炭化水素基もしくは水素原子または水酸基から選択される。非置換の1価の炭化水素基の例としては、一般式(1)の $R^1$ で例示したものと同様なものを挙げる

20

ことができる。 $R^3$ として、一部に、炭素数1~3のアルコキシ基を含むことを妨げない。

【0039】

一般式(2)の $R^4$ は、1又は2個以上のアミノ基を含有する炭化水素基であって、下記の一般式(3)で表されるようなものである。



式(3)中、 $R^5$ 、 $R^7$ は、2価のC1~C18炭化水素残基を表し、 $R^6$ 、 $R^8$ 及び $R^9$ は、水素原子または未置換のC1~C10のアルキル基を表し、tは、0または1~6の整数を表す。

30

【0040】

2価のC1~C18炭化水素残基 $R^5$ 及び $R^7$ の例は、メチレン基、エチレン基、n-プロピレン基、イソ-プロピレン基、n-ブチレン基、イソ-ブチレン基、t-ブチレン基、n-ペンチレン基、イソ-ペンチレン基、ヘキシレン基、例えばn-ヘキシレン基、ヘプチレン基、例えばn-ヘプチレン基、オクチレン基、例えばn-オクチレン基及びイソ-オクチレン基、例えば2,2,4-トリメチルペンチレン基、ノニレン基、例えばn-ノニレン基、デシレン基、ドデシレン基、例えばn-ドデシレン基、オクタデシレン基である。 $R^6$ 、 $R^8$ 及び $R^9$ のアルキル基の例は、 $R^1$ で挙げたC10までのアルキル基である。

【0041】

好ましい $R^4$ 基の例として、 $-CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH_2 - CH_2 - CH_2 - C$   
 $H_2 - NH(CH_3)$ 、 $-CH_2 - CH_2 - CH_2 - N(CH_3)_2 - CH_2 - CH_2 -$   
 $NH - CH_2 - CH_2 - NH_2 - CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH(CH_3)$ 、 $-CH_2 -$   
 $CH_2 - CH_2 - NH - CH_2 - CH_2 - N(CH_3)_2 - CH_2 - CH_2 - CH_2 - N$   
 $H - CH_2 - CH_2 - NH(CH_2CH_3)$ 、 $-CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH - CH_2$   
 $- CH_2 - N(CH_2CH_3)_2 - CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH - CH_2 - CH_2 - N$   
 $H(cyclo - C_6H_{11})$ を挙げるができる。化粧品用に好ましい、

40

$R^2$ は、 $-CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH_2 - CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH - CH_2 -$   
 $CH_2 - NH_2$ 、特に好ましくは、 $-CH_2 - CH_2 - CH_2 - NH - CH_2 - CH_2 -$   
 $NH_2$ である。

【0042】

50

一般式(2)のc、dは自然数で、アミノ変性ポリオルガノシロキサンのケイ素に結合した置換基 $R^3$ 、 $R^4$ の平均数を示すものであり、 $c + d$ は1.8~2.2である。該オルガノポリシロキサンの分子構造は直鎖のみならず、分岐する構造を有していても良いことを示すが、好ましくは、直鎖型の構造を有するものである。

**【0043】**

アミノ基を有しない $R^3$ の平均数cと1個または2個以上のアミノ基を含有する $R^4$ の平均数dとの比 $c/d$ は、15~600であって、アミノ基を有しないシロキサンユニットとアミノ基を含有するシロキサンユニットの比の目安となるものである。アミノ変性オルガノポリシロキサン中のアミノ基の全体量を示すものとして、該シロキサン1gを中和するに要する1規定塩酸の容量(mL)で表わされるアミン数も用いられる。このアミン数は、アミノ変性ポリオルガノシロキサンの1分子中のアミノ基の数と分子量によって異なることとなる。本発明のアミノ変性オルガノポリシロキサンのアミン数は、0.1~3.0であることを要し、好ましくは、0.15~2.0のものである。アミン数が0.1未満であると、毛髪表面に吸着する能力が弱くなり、アミン数が3.0を超えると親水基であるアミノ基の数が多くなりすぎ、毛髪へ吸着しにくくなる。

10

**【0044】**

本発明の(b)アミノ変性オルガノポリシロキサンの粘度は、25で100~10000mPa·sであり、好ましくは、200~4000mPa·sである。1000mPa·s未満では、毛髪に対する十分なコンディショニング効果が得られず、10000mPa·sを超えると毛髪に対し毛先まで均一な通り性やまとまり性を与えることができない。

20

**【0045】**

本発明の成分(b)として用いられるアミノ変性オルガノポリシロキサンは、一般にアミノ変性オルガノポリシロキサンオイルとして知られているもので、当業者に公知の方法により製造することができるが、代表的なアミノ変性オルガノポリシロキサンオイルの合成法は以下の通りである。すなわち、アミノアルキル基のケイ素原子への導入は、通常はシランの段階で行われ、アミノアルキルシランがまず製造される。アミノアルキルシランを加水分解し、アミノ基含有シロキサンオリゴマーまたはアミノ基含有ジシロキサンとし、更に、ジメチルシロキサンの線状オリゴマーまたは環状オリゴマーと、アルカリ触媒の存在下に、Si-O結合の再平衡化反応を行うことによりアミノ変性オルガノポリシロキサンオイルとする。再平衡化反応の際、ヘキサメチルジシロキサンを使用すれば、末端トリメチルシリル型のアミノ変性オルガノポリシロキサンオイルが得られる。製造に用いるオリゴマー類またはジシロキサンの量比を調整することにより、特定の動粘度及びアミン数を有するアミノ変性オルガノポリシロキサンオイルを得ることができる。これらアミノ変性オルガノポリシロキサンオイルは、動粘度とアミン数が本発明の範囲にあれば、単独でも2種類以上の混合物としても使用することができる。

30

**【0046】**

本発明の成分(b)の含有量は、本発明のエマルジョン中で、エマルジョン全体を100質量部とした場合、0.01~70質量部である。0.01質量部未満では、毛髪に対するコンディショニング効果が弱くなり、70質量部を超えると、水性エマルジョンの粘度が高くなり取り扱い性が悪くなる。より好ましくは5~30質量部である。5質量部未満では、コンディショニング効果が十分でなく、アルキル変性オルガノポリシロキサン(a)との相乗効果が十分に発揮されない。また、30質量部を超えると、すすぎ時の引っかかり感が増えて感触が悪くなる。

40

**【0047】**

成分(b)中、一般式(1)で表されるアルキル変性オルガノポリシロキサンに対する一般式(2)で表されるアミノ変性オルガノポリシロキサンの質量比が1/20~2/1であることが好ましい。より好ましくは、1/15~1/2である。1/20未満では、毛髪に対して十分な通り性及び乾燥後のしっとり感などを十分に与えることができず、2/1を超えてアミノ変性オルガノポリシロキサンの比率が高まるとエマルジョンの安定性が低下することや、毛髪に対して十分な感触効果が得られない。

50

## 【 0 0 4 8 】

(成分(c))

本発明の成分(c)は、ジメチルポリシロキサンである。このジメチルポリシロキサンは、エマルジョン中で、成分(a)アルキル変性オルガノポリシロキサンおよび成分(b)アミノ変性オルガノポリシロキサン間の均一な混合状態に調整する働きを担う成分である。成分(a)と成分(b)の特性を引き出し、また、場合により、成分(a)と成分(b)の相乗効果を引き出す成分である。しかし、一方では、成分(c)自身も毛髪に対して滑らかな感触、通り性などを付与する成分でもある。少なくとも、成分(a)と成分(b)の効果を阻害する成分ではない。

## 【 0 0 4 9 】

前記ジメチルポリシロキサンの分子構造は直鎖のみならず、分岐する構造を有していても良いが、好ましくは、直鎖型の構造を有するものである。本発明のジメチルポリシロキサンは、当業者にとって公知の方法で製造することができる。好ましいジメチルポリシロキサン、すなわちジメチコンの具体例として、トリメチルシロキシ末端ジメチコン、ヒドロキシ末端ジメチコン、を挙げることができる。本発明の成分(c)のジメチルポリシロキサンとしては、入手が容易で経済性に優れる理由から、トリメチルシロキシ末端ジメチコンを用いることが好ましい。

## 【 0 0 5 0 】

成分(a)アルキル変性オルガノポリシロキサンと成分(b)アミノ変性オルガノポリシロキサンとは、溶解度パラメータ(以下、「SP」と略す)値が比較的近いにもかかわらず、相溶性はその期待よりもよくない。極性の高いアミノ基が局在しているためと考えられる。そのため、アルキル変性オルガノポリシロキサンとアミノ変性オルガノポリシロキサンの混合物または、これらを共乳化したエマルジョンは安定には存在しない。

そこで、成分(b)アミノ変性オルガノポリシロキサンとSP値がほぼ同じジメチコンを介在させることにより、エマルジョン中で、成分(a)アルキル変性オルガノポリシロキサンと成分(b)アミノ変性オルガノポリシロキサンとの距離を保ちながら、全体としては均一な混合状態が得られることがわかった。すなわち我々は、本発明において、成分(c)が、このような均一混合状態を調整する働きをすることを見出した。

なお、成分(C)ジメチルポリシロキサン、シラノール基を有するジメチルポリシロキサン、炭化水素系油剤からなる群から選ばれる少なくとも1種のオルガノポリシロキサンまたは炭化水素系油剤が、成分(A)アルキル基、アリール基、アラルキル基およびエポキシ基により変性されるオルガノポリシロキサンからなる群から選ばれる少なくとも1種のオルガノポリシロキサンと、成分(B)アミノ基、ポリエーテル基、ヒドロキシル基、カルボキシル基、カルビノール基、メルカプト基およびアクリル基により変性されるオルガノポリシロキサンからなる群から選ばれる少なくとも1種のオルガノポリシロキサンに対して均一混合状態を調整する働きも、同様である。

## 【 0 0 5 1 】

成分(c)ジメチルポリシロキサンの粘度は制限されないが、25℃での粘度が10~60000 mPa・sであることが好ましい。粘度がこの範囲にあると、成分(a)と成分(b)をより十分に取り込むことができる一方、エマルジョンとしてより安定に存在することができる。粘度が10 mPa・s未満だと、成分(c)が成分(a)と成分(b)を取り込む作用が弱くなり、60000 mPa・sを超えると、エマルジョンの安定性がより低下するからである。さらに好ましくは、100~40000 mPa・sの範囲がよい。

成分(c)ジメチルポリシロキサンは、粘度が前記の範囲にある限り、高粘度と低粘度のジメチルポリシロキサンとして、粘度が異なる2種以上のジメチルポリシロキサンの混合物であってもよい。むしろ、混合物とすることにより、単一の分子量分布を有するオルガノポリシロキサンを用いる場合よりも、高重合度で高粘度のオルガノポリシロキサン成分を多量に含むこととなるために、毛髪に対する付着性が向上し、好ましい。

## 【 0 0 5 2 】

本発明の成分(c)の含有量は、本発明のエマルジョン中で、エマルジョン全体を100質量部とした場合、0.01~70質量部である。0.01質量部未満では、エマルジョン中で成分(a)と成分(b)を均一混合状態にすることができず、70質量部を超えると、成分(a)および/または成分(b)のエマルジョン中での相対的な濃度が低くなるので、毛髪に対するシリコンの保持および/またはしっとり感が発現しにくくなる。より好ましくは10~50質量部である。この範囲では、成分(a)と(b)のエマルジョンの油滴中での均一混合状態が十分となり、毛髪へ均一に付着できる。

#### 【0053】

本発明の水中油型シリコンエマルジョン組成物は、通常、界面活性剤を含有する。成分(a)、(b)および(c)を乳化せしめるための成分である。シリコンエマルジョンを作製する際に用いられる一般的な界面活性剤が通常であり、カチオン系、アニオン系、非イオン系の界面活性剤、あるいは両親媒性の界面活性剤のほか、界面活性の働きをするシリカ粒子等も含有できる。環境を悪化させないことや人体の刺激性の低さからは、非イオン系界面活性剤が好ましい。特に、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンヒマシ油等が好ましい。本発明において、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油またはポリオキシエチレンヒマシ油のエチレンオキサイド付加モル数は、60以上が好ましい。エチレンオキサイド付加モル数が60未満であると、同量添加の場合、エマルジョンの粒径が大きくなり、エマルジョンの保存安定性の点で好ましくなく、界面活性剤量の添加量を更に増やさなければならぬなどの問題がある。

本発明における界面活性剤の含有量は、本発明のエマルジョン中で、1~10質量%である。1質量%未満では乳化が困難であり、10質量%を超えると、水性エマルジョン組成物の粘度が高くなり取り扱い性が悪くなる。より好ましくは3~7質量%である。

#### 【0054】

本発明の水中油型シリコンエマルジョン組成物中における、成分(a)~(c)の合計配合量の制限はない。好ましくは、エマルジョン組成物100質量部中における、成分(a)~(c)の合計配合量は、10~70質量部であることが好ましい。10質量部未満では、化粧品に配合した場合に、コンディショナー効果が十分でなく、70質量部を超えると、エマルジョンの分散安定性、保存安定性が十分でなく、また、化粧品にも均一に配合しにくくなる。

#### 【0055】

本発明における水(成分(D)、成分(d))は、特に限定されないが、イオン交換水を用いることが好ましく、好ましくはpH2~12、特に好ましくはpH4~10である。鉱水を用いることは推奨されないが、用いる時は金属不活性化剤などと合わせて用いることが望ましい。乳化の際に用いられる水の添加量は、本発明のエマルジョン中で40~90質量%、好ましくは40~60質量%に相当する量である。本発明のエマルジョンは水による希釈に対して安定であって、エマルジョンの調製後に更に希釈が可能であり、希釈後のエマルジョン中の水の量には特に制限はない。

#### 【0056】

本発明のエマルジョン組成物は、本発明の目的を損なわない範囲で、毛髪用化粧料の配合成分として許容できる他の成分を含んでいて良い。このような他の成分としては、4級アンモニウム含有化合物、フェノキシエタノール、安息香酸ナトリウム、メチルパラベン、プロピルパラベン、サリチル酸、グリセリン、ブチレングリコール、プロピレングリコール、イソプロパノール等の防腐剤、アミノ酸系活性剤、各種界面活性剤、グアーガムやキサンタンガムなどの増粘剤、香料などを挙げることができる。

#### 【0057】

本発明のエマルジョン組成物の製造方法は特に限定されないが公知の方法で作製することができ、エマルジョンの製造のために適当な常用の混合機、例えばホモジナイザー、コロイドミル、ホモキサー、高速ステーターローター攪拌装置などを用いて上記成分を混合、乳化することにより製造することができる。乳化は、成分(A)~(D)、または、成分(a)~(d)のすべてを混合、攪拌して水中油型エマルジョンを調製する方法、また

10

20

30

40

50

は、成分(A)~(C)、または、成分(a)~(c)を段階的に界面活性剤またはシリカ粒子によりエマルジョン化し、更に残部の水や界面活性剤やシリカ粒子を添加して攪拌し、水中油型エマルジョンとする方法のいずれでも採用することができる。ただし、成分(C)が成分(A)および(B)の、成分(c)が成分(a)および(b)が共存するための結束的役割を発現していることが必要である。

いったん、油中水型エマルジョンとしてから、水中油型エマルジョンとする方法が、エマルジョン粒子径の調整が容易である点、及びエマルジョンの安定性の点で好ましい。

#### 【0058】

本発明の水中油型シリコーンエマルジョンの油滴中において、成分(a)および(b)間のみでは安定または準安定な共存状態を得ることができないので、エマルジョンの作製工程中で成分(c)を加えて乳化することにより、エマルジョンの油滴中で、前記成分(a)、(b)および前記成分(c)が、安定的または準安定的に共存することが可能となる。よって、本発明の毛髪化粧料用水中油型エマルジョン組成物の製造方法としては、成分(c)を加えることが好ましい。

具体的な工程としては、成分(c)に成分(a)を加えて混合後、さらに前記成分(b)を加えて混合し、あるいは、成分(c)に成分(b)を加えて混合後、さらに前記成分(a)を加えて混合し、乳化することが好ましい。成分(a)と(b)は相溶しないので、最初にこれらを混合すると相分離を起こしてしまう。特に、成分(a)は通常固形なので、混合容器中で不均一に散在してしまう。まず、成分(a)と成分(c)を混合して、液状の均一な混合物にしておき、そこへ成分(b)を加えると、成分(b)と(c)の溶解はほぼ自発的に進むので、この方法により、成分(a)~(c)の間の混合状態は最良となる。しかる後に、エマルジョンを作製すれば、成分(c)が成分(a)および(b)間の安定的または準安定的に共存させる状態となりやすい。

なお、成分(a)は、融点以上に加熱して溶融状態で他成分と混合するのが好ましい。また、乳化工程に入る前に、成分(a)、(b)、(c)が相分離しない状態を確かめ、その状態が維持されているうちに乳化の工程に入ることが好ましい。

#### 【0059】

上記した成分(C)または成分(c)による結束的作用により、エマルジョンの油滴中で成分(A)および(B)、または成分(a)および(b)が、安定または準安定な共存状態になるので、エマルジョンを毛髪またはその他に適用し、油滴の成分を毛髪または基材上で、成分(A)および(B)、または成分(a)および(b)が、ある程度混合した状態で被覆できる。そなわち、相分離せず共存することになる。よって、そのような状態で成分(B)または成分(b)は基材上で十分な密着機能を発現することができる。このことは、成分(A)、(B)による各単独のエマルジョン、または成分(a)、(b)による各単独のエマルジョンを併用ないしは、これらを混合させて基材に適用したとしても得られない作用である。

#### 【0060】

本発明の水中油型シリコーンエマルジョンにおけるエマルジョン粒子径は限定されない。ただし、概ね1 $\mu$ m以下の粒径が望ましい。1 $\mu$ mを超えると、エマルジョンの安定性が劣り、また、化粧料等へ配合した場合に安定的に配合しにくくなる。

#### 【実施例】

#### 【0061】

次に本発明を実施例によって説明する。なお、本発明はこれによって限定されるものではない。また、実施例における本発明の水中油型シリコーンエマルジョン、および、実施例、比較例におけるコンディショナー組成物に対する評価方法は、以下のようにして行った。また、すべての粘度の数値は、25の温度のものである。

#### 【0062】

<安定性評価方法>

作製した水中油型シリコーンエマルジョンを50mlスクリー管に30g入れ、初期および室温または40で貯蔵1か月後に、クリーミング、沈降分離の有無を確認した。

10

20

30

40

50

評価基準；

：クリーミング、沈降分離全くなし、：クリーミング、沈降分離ほとんどなし、：  
クリーミング、沈降分離の傾向あり、x：クリーミング、沈降分離あり。

【0063】

< 感触評価方法 >

コンディショナー組成物の評価；作製した組成物、1.0gを長さ25cm、重量2.0gの毛束に1分間刷り込み、1分間40の流水ですすぐことを3回繰り返し処理した。25度で1日乾燥後の毛髪のしっとり感、滑らかさ、柔らかさ、つやをパネル3名で評価した。

評価法はパネル3名で、1対比較法で行った。

10

評価基準；

各サンプルにつき、3名で、サンプル間の相対評価した点数の合計からランク付けした。

：相対的に非常に良好、：相対的に良好、：相対的にやや不良、x：相対的に不良。

【0064】

< 実施例1 >

成分(c)として粘度が12500mPa・sであるトリメチルシリル末端ジメチルポリシロキサン30質量部に、成分(a)として融点が35のアルキル変性オルガノポリシロキサンを、40下で融解させてから、10質量部加えて混合し、成分(b)として粘度が2000mPa・sで、アミン数が0.6であるN-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピル基含有ジメチルポリシロキサン(アモジメチコン)5質量部を混合し、相分離を起こさない状態のオイル状の混合物を得た。

20

前記オイル状混合物が相分離しないうちに、オルガノポリシロキサン混合物45質量部に、さらに、界面活性剤としてエチレンオキサイド付加数が200モルであるポリオキシエチレン硬化ヒマシ油5質量部と、精製水50質量部を、IKA製、ウルトラタラックスT50ベーシックシャフトジェネレーターG45G3000rpmにて、室温で20分攪拌することにより、水中油型シリコーンエマルジョン1を得た。処方を表1に示す。

水中油型シリコーンエマルジョン1の安定性評価を行った。結果を表2に示す。

次に、水中油型シリコーンエマルジョン1を用いて、表3に示すようにコンディショナー組成物を作製し、毛髪への感触付与効果(しっとり感、滑らかさ、柔らかさ、つや)を評価した。その結果を表4に示す。

30

【0065】

< 実施例2 >

成分(a)を粘度が1000mPa・sであるフェニル変性シリコーンとし、成分(a)の添加は常温で行った以外は、実施例1と同様にして、水中油型シリコーンエマルジョン2を得た。処方を表1に示す。

水中油型シリコーンエマルジョン2の安定性評価を行った。結果を表2に示す。

次に、水中油型シリコーンエマルジョン2を用いて、表3に示すようにコンディショナー組成物を作製し、毛髪への感触付与効果(しっとり感、滑らかさ、柔らかさ、つや)を評価した。その結果を表4に示す。

40

【0066】

< 実施例3 >

成分(c)を粘度が70000mPa・sであるトリメチルシリル末端ジメチルポリシロキサンとした以外は、実施例1と同様にして、水中油型シリコーンエマルジョン3を得た。処方を表1に示す。

水中油型シリコーンエマルジョン3の安定性評価の評価を行った。結果を表2に示す。

次に、水中油型シリコーンエマルジョン3を用いて、表3に示すようにコンディショナー組成物を作製し、毛髪への感触付与効果(しっとり感、滑らかさ、柔らかさ、つや)を評価した。その結果を表4に示す。

【0067】

50

## &lt; 比較例 1 &gt;

融点が35 のアルキル変性オルガノポリシロキサン40 下で融解させたもの30 質量部と粘度が2000 mPa・s で、アミン数が0.6 であるN-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピル基含有ジメチルポリシロキサン(アモジメチコン)15 質量部を混合したところ、混合物にはやや相分離の傾向が見られた。そのオルガノポリシロキサン混合物45 質量部に、更に、界面活性剤としてエチレンオキサイド付加数が200 モルであるポリオキシエチレン硬化ヒマシ油5 質量部と、精製水50 質量部を、IKA製、ウルトラタラックスT50 ベーシック シャフトジェネレーターG45G 3000 rpmにて、室温で20分攪拌することにより水中油型シリコーンエマルジョン4を得た。処方を表1に示す。

10

水中油型シリコーンエマルジョン4の安定性評価を行った。結果を表2に示す。

【0068】

## &lt; 比較例 2 &gt;

粘度が12500 mPa・s であるトリメチルシリル末端ジメチルポリシロキサン67 質量部、融点が35 のアルキル変性オルガノポリシロキサン22 質量部、および、粘度が2000 mPa・s で、アミン数が0.6 であるN-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピル基含有ジメチルポリシロキサン(アモジメチコン)11 質量部を混合し、オルガノポリシロキサン混合物1を得た。処方を表1に示す。

次に、オルガノポリシロキサン混合物1を表3に示すようにコンディショナー組成物を作製し、毛髪への感触付与効果(しっとり感、滑らかさ、柔らかさ、つや)を評価した。その結果を表4に示す。

20

【0069】

## &lt; 比較例 3 &gt;

実施例1における、成分(a)融点が35 のアルキル変性オルガノポリシロキサン、成分(b)粘度が2000 mPa・s のアモジメチコン、および、成分(c)粘度が12500 mPa・s のジメチルポリシロキサンの混合物の代わりに、それぞれの単体45 質量部とした以外は、実施例1と同様にして、水中油型シリコーンエマルジョンを得た。融点が35 のアルキル変性オルガノポリシロキサンから得たものを水中油型シリコーンエマルジョン5、粘度が2000 mPa・s のアモジメチコンから得たものを水中油型シリコーンエマルジョン6、粘度が12500 mPa・s のジメチルポリシロキサンから得たものを水中油型シリコーンエマルジョン7とする。処方を表1に示す。

30

次に、水中油型シリコーンエマルジョン5、6、7を用いて、表3に示すようにコンディショナー組成物を作製した。ただし、水中油型シリコーンエマルジョン5は1.0 質量部、水中油型シリコーンエマルジョン6は0.5 質量部、水中油型シリコーンエマルジョン7は2.9 質量部を用いた。毛髪への感触付与効果(しっとり感、滑らかさ、柔らかさ、つや)を評価した。その結果を表4に示す。

【0070】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3		
	水中油型シリコーンエマルジョン 1	水中油型シリコーンエマルジョン 2	水中油型シリコーンエマルジョン 3	水中油型シリコーンエマルジョン 4	オルガノポリシロキサン混合物 1	水中油型シリコーンエマルジョン 5	水中油型シリコーンエマルジョン 6	水中油型シリコーンエマルジョン 7
(a) アルキル変性オルガノポリシロキサン	10		10	30	22	45		
(a) フェニル変性オルガノポリシロキサン		10						
(b) アミノ変性ジメチルポリシロキサン (2,000 mPa·s)	5	5	5	15	11		45	
(c) ジメチルポリシロキサン (12500 mPa·s)	30	30			67			45
(c) ジメチルポリシロキサン (70000 mPa·s)			30					
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 (EO 200 mol)	5	5	5	5		5	5	5
(d) 水	50	50	50	50		50	50	50
合計	100	100	100	100	100	100	100	100

10

【 0 0 7 1 】

【表 2】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1
	水中油型シリコーンエマルジョン 1	水中油型シリコーンエマルジョン 2	水中油型シリコーンエマルジョン 3	水中油型シリコーンエマルジョン 4
初期安定性	◎	◎	○	×
貯蔵安定性	室温/1か月	◎	◎	○
	40℃/1か月	◎	◎	○

20

【 0 0 7 2 】

【表 3】

成 分	質量部	
	エマルジョン添加系 (実施例1~3、比較例1、3)	オイル添加系 (比較例 2)
ヒドロキシエチルセルロース	1、3)	2.0
水	91.5	93.9
セタノール	0.5	0.5
ステアリルアルコール	0.5	0.5
ベヘントリモニウムクロリド	0.2	0.2
ポリソルベート 80	0.5	0.5
クエン酸	0.2	0.2
EDTA-4Na	0.2	0.2
水中油型シリコーンエマルジョン	4.4	-
オルガノポリシロキサン混合物	-	2.0
合計	100	100

30

【 0 0 7 3 】

【表 4】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 2	比較例 3		
	水中油型シリコーンエマルジョン 1	水中油型シリコーンエマルジョン 2	水中油型シリコーンエマルジョン 3	オルガノポリシロキサン混合物 1	水中油型シリコーンエマルジョン 5	水中油型シリコーンエマルジョン 6	水中油型シリコーンエマルジョン 7
コンディショナー組成物100質量部中の水中油型シリコーンエマルジョンまたはオルガノポリシロキサン混合物の質量部数	4.4	4.4	4.4	2.0	1.0	0.5	2.9
	4.4(合計)						
しっとり感	◎	○	◎	△	△		
滑らかさ	◎	◎	◎	△	△		
柔らかさ	◎	◎	◎	△	△		
つや	○	◎	○	×	×		

40

【 0 0 7 4 】

50

表 2 において、実施例と比較例との比較より、本発明の成分 ( a ) ~ ( c ) による水中油型シリコーンエマルジョン組成物の安定性が良好であることが判明した。

また、表 4 において、実施例と比較例との比較より、本発明の成分 ( a ) ~ ( c ) による水中油型シリコーンエマルジョン組成物をコンディショナー処方に取り込み、毛髪を処理した場合に、しっとり感はじめ良好な感触を与えることが判明した。

**【産業上の利用可能性】**

**【 0 0 7 5 】**

本発明の水中油型シリコーンエマルジョン組成物は、乾燥後の毛髪に対して、しっとり感などを付与することができ、適当なエマルジョン粒子径を有し、長期に保存しても安定であって、シャンプーやコンディショナーなどの毛髪化粧品の原料として有用である。

---

フロントページの続き

(51) Int.Cl.			F I		
A 6 1 Q	5/00	(2006.01)	A 6 1 Q	5/00	
A 6 1 Q	5/12	(2006.01)	A 6 1 Q	5/12	
B 0 1 J	13/00	(2006.01)	B 0 1 J	13/00	A

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

(58) 調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)  
A 6 1 K 8 / 0 0 - 8 / 9 9  
A 6 1 Q 1 / 0 0 - 9 0 / 0 0