

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4681425号
(P4681425)

(45) 発行日 平成23年5月11日(2011.5.11)

(24) 登録日 平成23年2月10日(2011.2.10)

(51) Int.Cl.		F I	
C O 7 C 233/18	(2006.01)	C O 7 C 233/18	C S P
C O 7 C 233/36	(2006.01)	C O 7 C 233/36	
A 6 1 K 8/42	(2006.01)	A 6 1 K 8/42	
A 6 1 Q 5/12	(2006.01)	A 6 1 Q 5/12	

請求項の数 1 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2005-330504 (P2005-330504)	(73) 特許権者	000000918
(22) 出願日	平成17年11月15日(2005.11.15)		花王株式会社
(65) 公開番号	特開2007-137786 (P2007-137786A)		東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1
(43) 公開日	平成19年6月7日(2007.6.7)		〇号
審査請求日	平成19年12月21日(2007.12.21)	(74) 代理人	110000084
前置審査			特許業務法人アルガ特許事務所
		(74) 代理人	100068700
			弁理士 有賀 三幸
		(74) 代理人	100077562
			弁理士 高野 登志雄
		(74) 代理人	100096736
			弁理士 中嶋 俊夫
		(74) 代理人	100117156
			弁理士 村田 正樹

最終頁に続く

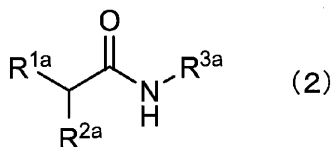
(54) 【発明の名称】 毛髪弾性改善剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

次の一般式(2)：

【化1】



〔式中、R^{1a}及びR^{2a}は同一又は異なって炭素数7～14の炭化水素基を示し、R^{3a}は炭素数1～6のアルコキシ基で置換されていてもよい炭素数1～12のアルキル基を示す。〕

で表わされるモノアミド誘導体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、毛髪の弾力性を回復するための毛髪弾性改善剤に関する。

【背景技術】

【0002】

毛髪は、ドライヤー熱やブラッシング等の日常的なヘアケア行動による物理的的刺激や、シャンプー、パーマ、ヘアカラー、ブリーチ等による化学的的刺激に繰り返し曝されるため、損傷状態になりやすい。特に毛先は、これら刺激に繰り返し曝されることが多いため、損傷が著しい。また、加齢に伴う髪質変化はこれら物理的、化学的的刺激による損傷を加速させ、健康な髪本来のしなやかさ、弾力性を損なわせる要因となりうる。

【0003】

このような損傷状態の毛髪の修復は、一般に、損傷により消失した成分やそれらの類似成分を補うことにより行われている。たとえば、修復機能の発現には毛髪との相互作用(親和性)が重要と考えられ、修復剤としてL-アルギニンや場合によってはこれとアンモニウム塩を併用すること(例えば、特許文献1参照)や、没食子酸誘導体を用いること(

10

【特許文献1】特開2001-81013号公報

【特許文献2】特開2000-314084号公報

【0004】

しかしながら、これらの修復剤では毛髪に対して弾力性を付与する効果が十分とは言えず、本質的な内部からの補修により毛髪の弾性を改善する剤が求められていた。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、日常的な物理的、化学的的刺激により損傷を受けた毛髪の弾力性を回復し、毛髪の物性を改善させる物質を提供することに関する。

20

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは、日常的な物理的、化学的的刺激により損傷を受けた毛髪の弾力性を回復し、毛髪の物性を改善させる物質を探索したところ、特定の分岐鎖を有する脂肪酸のモノアミド誘導体が優れた毛髪弾性改善効果を示すことを見出した。

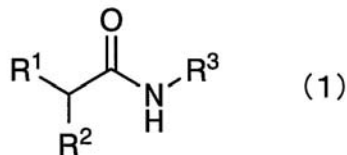
【0007】

すなわち本発明は、次の一般式(1)：

【0008】

【化1】

30



【0009】

〔式中、R¹及びR²は同一又は異なって炭素数4～14の炭化水素基を示し、R³は水素原子又は炭素数1～6のアルコキシ基、炭素数1～6のヒドロキシアルコキシ基及び炭素数1～6のアルキルアミノ基から選ばれる基で置換されていてもよい炭素数1～12のアルキル基を示す。〕

40

で表されるモノアミド誘導体を有効成分とする毛髪弾性改善剤に係るものである。

【0010】

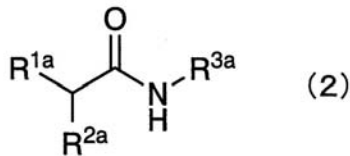
また本発明は、上記モノアミド誘導体を含有する毛髪用化粧品に係るものである。

【0011】

また本発明は、次の一般式(2)：

【0012】

【化2】



【0013】

〔式中、 R^{1a} 及び R^{2a} は同一又は異なって炭素数7～14の炭化水素基を示し、 R^{3a} は炭素数1～6のアルコキシ基で置換されていてもよい炭素数1～12のアルキル基を示す。〕

10

で表わされるモノアミド誘導体に係るものである。

【発明の効果】

【0014】

本発明の毛髪弾性改善剤及び毛髪用化粧品によれば、毛髪、特にヘアカラーやパーマ剤で損傷を受けた毛髪の弾性を回復させて、柔軟化し、よりしなやかなで柔らかい感触とさせることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

本発明の化学式中、 R^1 及び R^2 で示される炭素数4～14の炭化水素基としては、分岐又は直鎖の何れでもよく、また、飽和又は不飽和炭化水素基の何れでもよいが、好ましくはアルキル基である。具体的には、例えばn-ブチル、2-メチルプロピル、t-ブチル、n-ペンチル、n-ヘキシル、3-メチルヘキシル、1,3,3-トリメチルブチル、n-ヘプチル、n-オクチル、n-ノニル、n-デシル、n-ウンデシル、n-ドデシル、n-トリデシル、n-テトラデシル等が挙げられる。

20

【0016】

このうち、 R^1 及び R^2 の何れか一方が炭素数6～14、好ましくは9～12のアルキル基であり、他方が炭素数4～12、好ましくは7～10のアルキル基であるのが好ましく、カルボニル基に結合する好適な R^1R^2-CH- 基を例示すれば、例えば1-ブチルヘプチル基、1-ヘキシルノニル基、1-オクチルウンデシル基、1-デシルトリデシル基、1-ドデシルヘプタデシル基、1-ヘプチルデシル基、6-メチル-1-(3-メチルヘキシル)ノニル基、4,6,6-トリメチル-1-(1,3,3-トリメチルブチル)ヘプチル基等が挙げられる。

30

尚、 R^1 及び R^2 が共に炭素数7以上の炭化水素基で、 R^3 が炭素数1～6のアルコキシ基で置換されていてもよい炭素数1～12のアルキル基である化合物(一般式(2))は、新規化合物である。

【0017】

R^3 で示される炭素数1～6のアルコキシ基、炭素数1～6のヒドロキシアルコキシ基及び炭素数1～6のアルキルアミノ基から選ばれる基で置換されていてもよい炭素数1～12のアルキル基における炭素数1～12のアルキル基としては、分岐又は直鎖の何れでもよいが、直鎖のアルキル基が好ましい。具体的には、例えばメチル基、エチル基、n-プロピル基、n-ブチル基、n-ペンチル基、n-ヘキシル基、n-オクチル基、2-エチルヘキシル基、n-デシル基、n-ドデシル基等が挙げられる。

40

【0018】

当該アルキル基に置換し得る好適な基は、炭素数1～6のアルコキシ基としては、例えばメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基等が挙げられ、炭素数1～6のヒドロキシアルコキシ基としては、例えば2-ヒドロキシエトキシ基、3-ヒドロキシプロポキシ基等が挙げられ、炭素数1～6のアルキルアミノ基としては、例えばジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジプロピルアミノ基、ジブチルアミノ基等が挙げられる。

【0019】

50

R³で示される炭素数 1 ~ 6 のアルコキシ基、炭素数 1 ~ 6 のヒドロキシアルコキシ基及び炭素数 1 ~ 6 のアルキルアミノ基から選ばれる基で置換されていてもよい炭素数 1 ~ 12 のアルキル基の好適な例としては、例えば、メチル基、エチル基、n - プロピル基、n - ブチル基、n - ペンチル基、n - ヘキシル基、n - オクチル基、2 - エチルヘキシル基、n - デシル基、n - ドデシル基、2 - メトキシエチル基、2 - エトキシエチル基、3 - メトキシプロピル基、3 - エトキシプロピル基、1 - メトキシ - 2 - プロピル基、1 - エトキシ - 2 - プロピル基、2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エチル基、2 - ジメチルアミノエチル基、3 - ジメチルアミノプロピル基、4 - ジメチルアミノブチル基、6 - ジメチルアミノヘキシル基、2 - ジエチルアミノエチル基、3 - ジエチルアミノプロピル基、4 - ジエチルアミノブチル基、6 - ジエチルアミノヘキシル基等が挙げられる。

10

【0020】

一般式(2)中、R^{1a}及びR^{1b}で示される炭素数 7 ~ 14 の炭化水素基で示される炭化水素基としては、R¹及びR²で示したものと同様のものが挙げられ、R^{3a}で示される炭素数 1 ~ 6 のアルコキシ基で置換されていてもよい炭素数 1 ~ 12 のアルキル基としては、R³で示したものと同様のものが挙げられる。

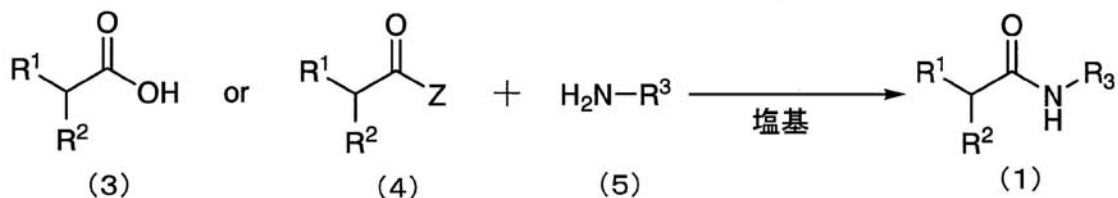
【0021】

本発明のモノアミド誘導体(1)及び(2)は、例えば以下に示すように、カルボニル位のアルファ位に分岐鎖を有するゲルベタイプの脂肪酸(3)又はその酸塩化物、エステル、酸無水物等の反応性誘導体(4)と、アミン(5)又はアンモニアを縮合させることにより得ることができる。

20

【0022】

【化3】



【0023】

[式中、R¹ ~ R³は前記と同じものを示し、Zは塩素原子、炭素数 1 ~ 6 のアルコキシ基(R³と同様)、又はR⁴R⁵-CH-CO-O-基(ここで、R⁴及びR⁵は、R¹及びR²と同様の炭化水素基を示す)を示す。]

30

【0024】

反応条件は、通常ペプチド化学等の分野において行われるアミド化反応に従えばよく、無溶媒系又は適当な溶媒を用いて、脱水剤又は塩基性触媒存在下あるいは非存在下で、常圧 ~ 1.33 Pa の減圧下、0 ~ 250 で反応させることが好ましい。

溶媒としては、例えばジメチルホルムアミド、クロロホルム、ジクロロメタン、テトラヒドロフラン、酢酸エチル、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等を用いればよく、塩基性触媒としては、ナトリウムメトキサイド、ナトリウムエトキサイド、カリウム - tert - ブトキサイド等の金属アルコキサイド、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の金属水酸化物、並びに炭酸カリウム、炭酸カルシウム等の金属炭酸塩等が挙げられる。脱水剤としては、ジシクロヘキシルカルボジイミド、ジイソプロピルカルボジイミド、N - エチル - N' - 3 - ジメチルアミノプロピルカルボジイミド等が挙げられる。

40

また、反応終了後は、必要に応じて水洗、カラムクロマトグラフィー、粉体処理、蒸留、晶析等により精製をしてもよい。

【0025】

脂肪酸(3)は、公知の方法によって得ることができるが、「ISOCARB」(小倉合成工業社製)、「イソステアリン酸」(日産化学社製)、「イソステアリン酸N」(日産化学社製)等の市販品を用いることもできる。

50

【0026】

本発明のモノアミド誘導体は、毛髪弾性回復作用（動的粘弾性測定装置を用いた毛髪の弾性回復率Rが30%以上）を有し、毛髪柔軟化効果を発揮することから、適当な媒体に含有させることにより、毛髪に良好な感触を与える毛髪弾性改善剤や毛髪用化粧品とすることができる（実施例参照）。当該毛髪用化粧品は、毛髪の弾性回復、柔軟化作用を有し、毛髪の弾性改善又は柔軟化する旨の表示をした製品とすることができる。

【0027】

本発明の毛髪弾性改善剤及び毛髪用化粧品は、透明液状、ジェル状、クリーム状、乳液状、ムース状等の剤形から適宜選択することができ、シャンプー、リンス、トリートメント、コンディショナー、ヘアリキッド等の形態とすることができる。

10

【0028】

本発明の毛髪弾性改善剤及び毛髪用化粧品は、モノアミド誘導体に、水、エタノール及び水性エタノール等の媒体を用い、通常化粧品等の製造に使用される添加剤、例えば界面活性剤等の乳化剤、粘度調整剤、pH調整剤、キレート剤、分散媒、軟化剤、粉体、油剤、油状物質、ポリマー、防腐剤、香料、安定剤、着色剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、保湿剤、抗フケ剤、ビタミン剤、殺菌剤、抗炎症剤等の薬効成分、植物エキス類等を適宜配合し、常法に従って製造することができる。またその際、pH2~10、好ましくはpH3~8に調整するのが好ましい。

【0029】

本発明の毛髪弾性改善剤及び毛髪用化粧品においては、特にカチオンポリマー、カチオン界面活性剤、油剤、芳香族アルコール等を配合するのが好ましい。ここで、カチオンポリマーとしては、例えばカチオン化セルロース誘導体、カチオン性澱粉、カチオン化グアーガム誘導体、ジアリル四級アンモニウム塩のホモポリマー、ジアリル四級アンモニウム塩/アクリルアミド共重合体、四級化ポリビニルピロリドン誘導体、ポリグリコールポリアミン縮合物、ヒドロキシエチルセルロース/ジメチルジアリルアンモニウムクロライド共重合体、ビニルピロリドン/四級化ジメチルアミノエチルメタクリレート共重合体、ビニルピロリドン/アルキルアミノアクリレート共重合体、ビニルピロリドン/アルキルアミノアクリレート/ビニルカプロラクタム共重合体、ビニルピロリドン/メタクリルアミドプロピル塩化トリメチルアンモニウム共重合体、アルキルアクリルアミド/アクリレート/アルキルアミノアルキルアクリルアミド/ポリエチレングリコールメタクリレート共重合体、アジピン酸/ジメチルアミノヒドロキシプロピルエチレントリアミン共重合体（米国サンドス社製「カルタレチン」）等が挙げられ、特にカチオン化セルロース誘導体、カチオン化グアーガム誘導体、ジアリル四級アンモニウム塩/アクリルアミド共重合体が好ましい。これらカチオンポリマーは、2種以上を併用することができ、またその含有量は、本発明の毛髪用化粧品中0.1~10重量%が好ましい。

20

30

【0030】

カチオン界面活性剤としては、四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤及び三級アミン型カチオン界面活性剤を用いることができる。

【0031】

四級アンモニウム塩カチオン界面活性剤としては、モノ長鎖アルキル（C12~22）四級アンモニウム塩、ジ長鎖アルキル（C12~22）四級アンモニウム塩、分岐アルキル（C12~28）四級アンモニウム塩等、具体的には、塩化セチルトリメチルアンモニウム、臭化セチルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、臭化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ジセチルジメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化ジココイルジメチルアンモニウム、塩化ミリスチルジメチルベンジルアンモニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム、エチル硫酸ラノリン脂肪酸アミノプロピルエチルジメチルアンモニウム（クオタニウム-33）等が挙げられる。

40

【0032】

三級アミン型カチオン界面活性剤としては、アルキルオキシアルキレン三級アミン塩、

50

アルキルアミドアルキレン三級アミン塩等、具体的には、N,N-ジメチルオクタデシロキシプロピルアミン塩酸塩、ステアラミドプロピルジメチルアミン乳酸塩、ベヘナミドプロピルジメチルアミン乳酸塩等が挙げられる。三級アミン型カチオン界面活性剤は、三級アミンと酸とを別々に配合して本願発明の毛髪用化粧品としても、予め三級アミンの酸付加塩として配合して本願発明の毛髪用化粧品としてもよい。いずれにしろ、毛髪用化粧品を弱酸性にして三級アミンをプロトンが付加したカチオン状態にさせる必要がある。これらカチオン界面活性剤は、2種以上を併用してもよく、またその含有量は、0.1~20重量%が好ましい。

【0033】

油剤としては、炭素系のものとケイ素系のもの（シリコーン類）を用いることができる。これらは、室温で液体のものと固体のもの（いずれも含有する。炭素系の油剤としては、スクワレン、スクワラン、流動パラフィン、流動イソパラフィン、シクロパラフィン等の炭化水素類；ヒマシ油、カカオ油、ミンク油、アボガド油、オリーブ油等のグリセリド類；ミツロウ、鯨ロウ、ラノリン、カルナウバロウ等のロウ類；ミリスチルアルコール、セチルアルコール、オレイルアルコール、ステアシルアルコール、イソステアシルアルコール、2-オクチルドデカノール等のアルコール類；パルミチン酸イソプロピル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ラウリン酸ヘキシル、乳酸セチル、モノステアリン酸プロピレングリコール、オレイン酸オレイル、2-エチルヘキサン酸ヘキサデシル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸トリデシル等のエステル類；ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、イソパ
20
ルミチン酸等の高級脂肪酸類、その他ポリオキシプロピレンブチルエーテル等が挙げられる。これらのうち、エステル類が好ましく、特に2-エチルヘキサン酸ヘキサデシル、イソノナン酸イソノニル、パルミチン酸イソプロピル等が好ましい。ケイ素系の油剤（シリコーン類）としては、例えばジメチルポリシロキサン、アミノ変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、メチルフェニルポリシロキサン、脂肪酸変性シリコーン、アルコール変性シリコーン、アルコキシ変性シリコーン、エポキシ変性シリコーン、フッ素変性シリコーン、環状シリコーン、アルキル変性シリコーン等が挙げられる。

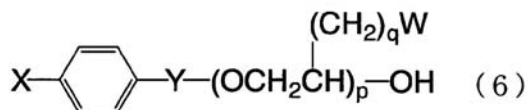
これらの油剤は、2種以上を併用してもよく、またその含有量は、本発明の毛髪用化粧品中0.1~20重量%が好ましい。

【0034】

本発明の毛髪化粧品においては、下記の芳香族アルコール（6）：

【0035】

【化4】



【0036】

〔式中、Xは水素原子、メチル基又はメトキシ基を示し、Yは単結合又は炭素数1~3の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基もしくはアルケニレン基を示し、Wは水素原子又は水酸基を示し、p及びqはそれぞれ0~5の数を示す〕

【0037】

を含有させることにより、モノアミド誘導体の毛髪への浸透を促進させることができる。当該芳香族アルコール（6）としては、例えばベンジルアルコール、シンナミルアルコール、フェネチルアルコール、p-アニシルアルコール、p-メチルベンジルアルコール、フェノキシエタノール、2-ベンジルオキシエタノール等が挙げられる。これらのうち、特に、ベンジルアルコールと2-ベンジルオキシエタノールが好ましい。

これらの芳香族アルコール類は、2種以上を併用してもよく、またその含有量は、本発明の毛髪化粧品中好ましくは0.1~50重量%、より好ましくは0.2~30重量%で

10

20

30

40

50

ある。

【0038】

本発明の毛髪弾性改善剤及び毛髪用化粧品には、モノアミド誘導体が0.01~20重量%、より好ましくは0.1~10重量%程度含有するのが好ましい。尚、洗い流さないタイプの毛髪用化粧料の場合、含有量は、洗い流すタイプの毛髪用化粧料の約1/2~1/10とするのが好ましい。

【実施例】

【0039】

製造例1

N-(3-メトキシプロピル)-2-デシルテトラデカン酸アミド(化合物1)

10

滴下漏斗、メカニカルスターラー、温度計及び窒素導入管を備えた200mLの4口フラスコに、2-デシルテトラデカン酸(小倉合成工業社製、ISOCARB24)52.58g(0.14mol)を入れ、180 に加熱した。窒素気流下(25mL/min)で副生する水を留去しながら、メトキシプロピルアミン32.00g(0.36mol, 1.25eq.対脂肪酸)を1時間かけて滴下した。滴下終了後、酸価を指標に脂肪酸の残存量が減少しなくなるまで(20h)180 にて反応熟成を行い、粗生成物を得た(56.51g)。このうち8.56gをシリカゲルカラムクロマトグラフィー(クロロホルム、メタノール)により精製し、標記物質8.08g(脂肪酸からの収率90%)を白色固体として得た。

【0040】

性状 白色固体

20

m.p. (); 73.0-73.9

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,); 5.98-5.90(m, 1H), 3.45(t, J=5.8Hz, 2H), 3.40-3.32(m, 5H), 1.98-1.88(m, 1H), 1.75(quint, J=6.2Hz, 2H), 1.53-1.22(m, 40H), 0.85(t, J=6.7Hz, 6H)

IR (ATR, cm⁻¹); 3289, 2918, 2850, 1707, 1638, 1549, 1466, 1386, 1126, 926, 721

【0041】

製造例2

製造例1と同様にして、以下の化合物2~15を合成した。それぞれの収率、性状、スペクトルデータを以下に示す。

30

(1) N-(2-(2-ヒドロキシエトキシ)エチル)-2-デシルテトラデカン酸アミド(化合物2)

収率 83%

性状 白色固体

m.p. (); 69.0-70.3

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,); 5.88(t, J=2.9Hz, 1H), 3.73(t, J=4.0Hz, 2H), 3.58-3.52(m, 4H), 3.47(t, J=5.3Hz, 2H), 2.01-1.91(m, 2H), 1.54-1.22(m, 40H), 0.85(t, J=6.8Hz, 6H)

IR (ATR, cm⁻¹); 3283, 2918, 2850, 1627, 1551, 1466, 1133, 1058, 890

【0042】

40

(2) N-(2-エチルヘキシル)-2-デシルテトラデカン酸アミド(化合物3)

収率 96%

性状 白色固体

m.p. (); 56.9-57.9

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,); 5.40-5.32(m, 1H), 3.18(t, J=5.8Hz, 2H), 2.01-1.88(m, 1H), 1.80-1.22(m, 46H), 0.90-0.82(m, 12H)

IR (ATR, cm⁻¹); 3294, 2955, 2917, 2850, 1642, 1546, 1466, 1378, 720

【0043】

(3) N-ドデシル-2-デシルテトラデカン酸アミド(化合物4)

収率 58%

50

- 性状 白色固体
m.p. () ; 76.2-77.6
¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.40-5.32(m, 1H), 3.21-3.30(m, 2H), 1.99-1.86(m, 1H), 1.78-1.22 (m, 59H), 0.85(t, J=6.7Hz, 9H)
IR (ATR, cm⁻¹) ; 3292, 2956, 2917, 2873, 2849, 1644, 1542, 1465, 1372, 718
【 0 0 4 4 】
(4) N - (3 , 3 ' - ジメチルアミノ - 1 - プロピル) - 2 - デシルテトラデカン酸アミド (化合物 5)
収率 82%
性状 白色固体 10
m.p. () ; 62.8-64.2
¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 6.93-6.88(m, 1H), 3.33-3.32(m, 2H), 2.39(t, J=6.3 Hz, 2H), 2.24(s, 6H), 2.00-1.88(m, 1H), 1.87-1.22(m, 42H), 0.85(t, J=6.7Hz, 6H)
IR (ATR, cm⁻¹) ; 3295, 2954, 2918, 2850, 2816, 2764, 1638, 1546, 1466, 1377, 1259, 1238, 1042, 722
【 0 0 4 5 】
(5) N - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エチル) - 2 - ヘプチルウンデカン酸アミド (化合物 6)
収率 70%
性状 白色固体 20
m.p. () ; 53.3
¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.94(t, J=6.0Hz, 1H), 3.90-3.28(m, 8H), 2.25(m, 1 H), 2.09-0.90(m, 29H), 0.87(t, J=6.2Hz, 6H)
IR (ATR, cm⁻¹) ; 3285, 3090, 2920, 2850, 1641, 1553, 1467, 1128, 1070
【 0 0 4 6 】
(6) N - (3 - メトキシプロピル) - 2 - ヘプチルウンデカン酸アミド (化合物 7)
収率 70%
性状 白色固体
m.p. () ; 59.9
¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.96(t, J=6.0Hz, 1H), 3.62-3.13(m, 7H), 2.00-1.87 (m, 1H), 1.83-0.94(m, 30H), 0.87(t, J=6.1Hz, 6H) 30
IR (ATR, cm⁻¹) ; 3284, 3090, 2921, 2851, 1637, 1551, 1467, 1125
【 0 0 4 7 】
(7) N - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ)エチル) - 5 , 7 , 7 - トリメチル - 2 - (1 , 3 , 3 - トリメチルブチル) オクタン酸アミド (化合物 8)
収率 62%
性状 無色油状
¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 6.09(s, 1H), 3.90-3.28(m, 8H), 1.96-1.31(m, 6H), 1.61-0.50(m, 30H)
IR (ATR, cm⁻¹) ; 3297, 2951, 2867, 1645, 1546, 1467, 1127, 1067 40
【 0 0 4 8 】
(8) N - (3 - メトキシプロピル) - 5 , 7 , 7 - トリメチル - 2 - (1 , 3 , 3 - トリメチルブチル) オクタン酸アミド (化合物 9)
収率 73%
性状 無色油状
¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.93(s, 1H), 3.62-3.13(m, 7H), 1.90-1.28(m, 7H), 1.28-0.50(m, 30H)
IR (ATR, cm⁻¹) ; 3289, 3085, 2951, 2868, 1638, 1547, 1466, 1123
【 0 0 4 9 】
(9) N - (2 - エチルヘキシル) - 5 , 7 , 7 - トリメチル - 2 - (1 , 3 , 3 - トリメチル

ルブチル)オクタン酸アミド(化合物10)

収率 52%

性状 淡黄色固体(WAX状)

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.31(brs, 1H), 3.19(t, J=5.8Hz, 2H), 1.94-1.79(m, 1H), 1.52-0.90(m, 19H), 0.87-0.61(m, 30H)

IR (ATR, cm⁻¹) ; 3292, 2954, 2868, 1637, 1550, 1465, 1393, 1378, 1364, 1245, 764, 708

【0050】

(10) N - ドデシル - 5, 7, 7 - トリメチル - 2 - (1, 3, 3 - トリメチルブチル) オクタン酸アミド(化合物11)

10

収率 74%

性状 黄色油状

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.36-5.31(m, 1H), 3.23-3.20(m, 2H), 1.68-1.07(m, 31H), 1.04-0.74(m, 27H)

IR (ATR, cm⁻¹) ; 3291, 3086, 2953, 2924, 2854, 1638, 1550, 1466, 1393, 1364, 1246, 720

【0051】

(11) N - (2 - エチルヘキシル) - 7 - メチル - 2 - (3 - メチルヘキシル) デカン酸アミド(化合物12)

20

収率 79%

性状 淡黄色固体(WAX状)

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.33(brs, 1H), 3.19(t, J=5.8Hz, 2H), 2.05-1.85(m, 1H), 1.62-1.10(m, 31H), 0.90-0.73(m, 18H)

IR (ATR, cm⁻¹) ; 3292, 3089, 2958, 2925, 2873, 2858, 1638, 1551, 1460, 1379, 1247, 766, 710

【0052】

(12) N - ドデシル - 7 - メチル - 2 - (3 - メチルヘキシル) デカン酸アミド(化合物13)

収率 80%

性状 淡黄色油状

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.38(brs, 1H), 3.25-3.21(m, 2H), 1.95-1.80(m, 1H), 1.46-1.06(m, 42H), 0.85-0.72(m, 15H)

IR (ATR, cm⁻¹) ; 3284, 3088, 2957, 2923, 2854, 1639, 1550, 1461, 1378, 1249, 721

【0053】

(13) N - (3 - メトキシプロピル) - 7 - メチル - 2 - (3 - メチルヘキシル) デカン酸アミド(化合物14)

収率 45%

性状 淡褐色油状

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.94(brs, 1H), 3.15(t, J=5.8Hz, 2H), 3.36-3.32(m, 5H), 2.15-1.91(m, 1H), 1.75(quint, J=6.3Hz, 2H), 1.58-1.09(m, 22H), 0.85-0.72(m, 12H)

IR (ATR, cm⁻¹) ; 3283, 3087, 2957, 2925, 2872, 2858, 1639, 1549, 1460, 1379, 1250, 1224, 1191, 1123, 939, 705

【0054】

(14) N - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ) エチル) - 7 - メチル - 2 - (3 - メチルヘキシル) デカン酸アミド(化合物15)

収率 73%

性状 淡黄色油状

¹H-NMR (CDCl₃, 200MHz,) ; 5.82(brs, 1H), 3.81-3.72(m, 2H), 3.58-3.50(m, 6H),

50

2.15-1.99(m, 2H), 1.61-1.12(m, 22H), 0.86-0.76(m, 12H)

IR (ATR, cm^{-1}); 3291, 2957, 2926, 2858, 1644, 1548, 1459, 1378, 1349, 1251, 1128, 1067, 887, 697

【 0 0 5 5 】

製造例 3

2 - ヘプチルウンデカン酸アミド (化合物 1 6)

滴下漏斗、メカニカルスターラー、温度計を備えた300mLの4口フラスコに2 - ヘプチルウンデカン酸50.00g (0.18mol)、トルエン (50mL) を入れ、滴下漏斗から室温で塩化チオニル25.00g (0.21mol, 1.2eq.対脂肪酸) を滴下した。更に80 で2時間加熱した。その後、溶剤等を減圧留去し、酸塩化物 (57.15g) を得た。

10

得られた酸塩化物のうち25.00g (0.087mol) を、濃アンモニア水18.69g (0.31mol, 4eq.対酸塩化物) とイソプロピルアルコール (50mL)、水 (36.54g) の入った300mLフラスコに、氷冷下、滴下しその後、室温で2時間反応を続けた。反応溶液をクロロホルムに溶解し、水洗3回、クロロホルム溶液を硫酸マグネシウムで乾燥後、溶媒留去して、得られた粗生成物 (18.04g) のうち7.39gを再結晶により精製して、標記化合物5.55gを白色固体として得た (脂肪酸からの収率62%)。

【 0 0 5 6 】

性状 白色固体

m.p. (); 106.7

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 200MHz,); 5.43(s, 2H), 2.18-1.97(m, 8H), 1.80-0.97(m, 28H), 0.87(t, $J=6.5\text{Hz}$, 6H)

20

IR (ATR, cm^{-1}); 3369, 3176, 2917, 2850, 1655, 1465

【 0 0 5 7 】

製造例 4

製造例 3 と同様にして、以下の化合物 1 7 を合成した。それぞれの収率、性状、スペクトルデータを以下に示す。

5, 7, 7 - トリメチル - 2 - (1, 3, 3 - トリメチルブチル) オクタン酸アミド (化合物 1 7)

収率 83%

性状 白色固体 (WAX状)

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 200MHz,); 5.48(s, 1H), 5.34(s, 1H), 1.95-1.65(m, 3H), 1.65-1.32(m, 4H), 1.32-1.06(m, 4H), 1.06-0.50(m, 24H)

30

IR (ATR, cm^{-1}); 3391, 3196, 2952, 2868, 1648, 1467

【 0 0 5 8 】

実施例 1

以下の化合物を用いて、表 1 及び 2 に示す毛髪用化粧料を調製し、以下の方法で評価した。

化合物 6 : N - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ) エチル) - 2 - ヘプチルウンデカン酸アミド

化合物 7 : N - (3 - メトキシプロピル) - 2 - ヘプチルウンデカン酸アミド

40

化合物 9 : N - (3 - メトキシプロピル) - 5, 7, 7 - トリメチル - 2 - (1, 3, 3 - トリメチルブチル) オクタン酸アミド

化合物 10 : N - (2 - エチルヘキシル) - 5, 7, 7 - トリメチル - 2 - (1, 3, 3 - トリメチルブチル) オクタン酸アミド

化合物 11 : N - ドデシル - 5, 7, 7 - トリメチル - 2 - (1, 3, 3 - トリメチルブチル) オクタン酸アミド

化合物 12 : N - (2 - エチルヘキシル) - 7 - メチル - 2 - (3 - メチルヘキシル) デカン酸アミド

化合物 13 : N - ドデシル - 7 - メチル - 2 - (3 - メチルヘキシル) デカン酸アミド

化合物 14 : N - (3 - メトキシプロピル) - 7 - メチル - 2 - (3 - メチルヘキシル

50

) デカン酸アミド

化合物 15 : N - (2 - (2 - ヒドロキシエトキシ) エチル) - 7 - メチル - 2 - (3 - メチルヘキシル) デカン酸アミド

化合物 16 : 2 - ヘプチルウンデカン酸アミド

【 0 0 5 9 】

【 表 1 】

ヘアトリートメント剤 (重量%)

配合成分	本発明品						
	1	2	3	4	5	6	7
化合物 16	0.5						
化合物 6		0.5					
化合物 7			0.5				
化合物 15				0.5			
化合物 14					0.5		
化合物 12						0.5	
化合物 13							0.5
N, N-ジメチルオクタデシルオキシプロピルアミン	1	1	1	1	1	1	1
ステアリルアルコール	3	3	3	3	3	3	3
ベンジルアルコール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
乳酸	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
水	92.5	92.5	92.5	92.5	92.5	92.5	92.5

10

20

【 0 0 6 0 】

【 表 2 】

ヘアトリートメント剤 (重量%)

配合成分	本発明品			比較品	
	8	9	10	1	2
化合物 9	0.5				
化合物 10		0.5			
化合物 11			0.5		
ステアリン酸アミド				0.5	
アルギニン					0.5
N, N-ジメチルオクタデシルオキシプロピルアミン	1	1	1	1	1
ステアリルアルコール	3	3	3	3	3
ベンジルアルコール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
乳酸	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
水	92.5	92.5	92.5	92.5	92.5

30

40

【 0 0 6 1 】

1. 試験毛の調製

未だパーマ、ヘアカラー等の化学処理をしたことのない日本人女性の毛髪 (バージン毛、約 20 cm) から、5g の毛髪トレスをつくり、以下の前処理を施したものを試験毛とした。

花王ラビナス「ハイブリーチ」の 1 剤 / 2 剤規定割合の混合液を毛髪トレス 1 本当たり 5g、40 で 20 分間処理、次いでプレーンシャンプー / プレーンリンス処理、ドライヤー乾燥を 90 回繰り返した。以上のブリーチ、シャンプー / プレーンリンス処理のサイクルを 8 回実施 (ブリーチ計 8 回、シャンプー / リンス計 720 回) して使用した。なお、

50

プレーンシャンプーはポリオキシエチレン(2.5)ラウリル硫酸ナトリウムを15重量%含有するものであり、プレーンリンスは、塩化ジステアリルジメチルアンモニウムを3.6重量%含有するものである。

【0062】

2. 試験毛の処理

まず、試験毛をプレーンシャンプーで洗浄する。その後、10重量倍の本発明の毛髪用化粧品(pH4.0)に40、120分浸漬し、ヘアトリートメント剤を拭取り、流水による洗浄、タオルドライ、評価条件下で乾燥を行ってヘアトリートメント処理毛を得る。得られた処理毛について、以下に示すように弾性率の測定を実施した。

<動的粘弾性測定装置による評価>

動的粘弾性測定装置DMTA V(レオメトリックサイエンティフィック・エフ・イー社)を用いて動的粘弾性(貯蔵弾性率 E' :毛髪の硬さに相当、単位Pa)を温度:22±1、相対湿度:20±1%RH、周波数:10Hzで測定し、下記式により毛髪弾性回復率Rを算出した。本発明の毛髪用化粧品で処理した毛髪の毛髪弾性の改善効果については、本発明の毛髪用化粧品未処理の値(0%)からバージン毛の値(100%)への到達度(%)で表すことができ、30%以上でやや有効、50%以上で有効、70%以上で著効と判断した。結果を表3に示す。

【0063】

【数1】

$$\text{毛髪弾性回復率 } R = (E_1' - E_2') / (E_1' - E_0') \times 100$$

健常毛の貯蔵弾性率: E_0'

試験毛の貯蔵弾性率: E_1'

試験毛を本発明の毛髪用化粧品で処理した毛髪の貯蔵弾性率 E_2'

【0064】

【表3】

評価対象	弾性回復率R (%)	評価
本発明品1	71	著効
本発明品2	34	やや有効
本発明品3	67	有効
本発明品4	66	有効
本発明品5	45	やや有効
本発明品6	54	有効
本発明品7	55	有効
本発明品8	76	著効
本発明品9	65	有効
本発明品10	58	有効
比較品1	10	—
比較品2	12	—

【0065】

本発明の毛髪用化粧品を使用することにより、弾性が低下し硬くなった毛髪の弾性が回復され、柔軟化が認められた。

フロントページの続き

- (74)代理人 100111028
弁理士 山本 博人
- (72)発明者 井下 美緒
栃木県芳賀郡市貝町赤羽 2 6 0 6 花王株式会社研究所内
- (72)発明者 菅井 由也
栃木県芳賀郡市貝町赤羽 2 6 0 6 花王株式会社研究所内
- (72)発明者 斉藤 裕映
東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内
- (72)発明者 永井 実
栃木県芳賀郡市貝町赤羽 2 6 0 6 花王株式会社研究所内
- (72)発明者 棚町 宏人
東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内
- (72)発明者 薄波 史子
東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

審査官 福井 美穂

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

- (58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)
C A / R E G I S T R Y (S T N)
A 6 1 K 8、A 6 1 Q 5