

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2006 年 2 月 16 日 (16.02.2006)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2006/016712 A1

- (51) 国際特許分類:
C11D 9/02 (2006.01) *A61K 8/00* (2006.01)
C11D 13/00 (2006.01) *A61Q 19/10* (2006.01)
C11D 17/06 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/014974
- (22) 国際出願日: 2005 年 8 月 10 日 (10.08.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-234269 2004 年 8 月 11 日 (11.08.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日本油脂株式会社 (NOF CORPORATION) [JP/JP]; 〒1506019 東京都渋谷区恵比寿4丁目20番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 杉野 正明 (SUGINO, Masaaki) [JP/JP]; 〒6600095 兵庫県尼崎市大浜町1丁目56番地 日本油脂株式会社内 Hyogo (JP). 鶴岡 邦昭 (TSURUOKA, Kuniaki) [JP/JP]; 〒6600095 兵庫県尼崎市大浜町1丁目56番地 日本油脂株式会社内 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 南條 博道 (NANJO, Hiromichi); 〒5300047 大阪府大阪市北区西天満3丁目2番9号 翁ビル5階 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: POWDER SOAP COMPOSITION

(54) 発明の名称: 粉末状石鹼組成物

(57) Abstract: Disclosed is a powder soap composition containing a powder soap composed of a fatty acid alkali metal salt. The fatty acid alkali metal salt in this composition mainly contains an alkali metal salt of a saturated fatty acid having 12-16 carbon atoms. The average particle size of the powder soap is 50-500 μ m, and the moisture content in this composition is not more than 3% by mass.

(57) 要約: 本発明により、脂肪酸アルカリ金属塩となる粉末状石鹼を含有する、粉末状石鹼組成物が提供される。この組成物の脂肪酸アルカリ金属塩は、炭素数12～16の飽和脂肪酸アルカリ金属塩を主成分とし、該粉末状石鹼の平均粒径は50～500 μ mであり、そして該組成物の水分量は3質量%以下である。

明 細 書

粉末状石鹼組成物

5 技術分野

本発明は、粉末状石鹼組成物に関する。より詳細には、顔や手などの身体用の粉末状石鹼組成物に関する。

背景技術

10 従来より、顔や手などの身体用（皮膚用）洗浄剤には、高級脂肪酸アルカリ金属塩である石鹼が使用されている。石鹼は、洗浄後の独特のさっぱり感を有するだけでなく、生分解性も良好であり、環境に優しい洗浄材料である。

この石鹼を用いた身体用洗浄剤は、様々な形態のものが開発されている。例えば、従来から広く使用されている固形タイプ、粉末タイプ、液体タイプ、
15 ペーストタイプなどである。これらの中でも、粉末タイプの身体用洗浄剤は、固形タイプに比べて溶解しやすいため、冷水でも使用し易い点、必要量のみ取り出せる点などに優れる。また、粉末タイプは、液体タイプやペーストタイプと比べても、携帯時に漏れにくく、容器から出す際も容器が汚れにくい
20 ため取扱い易い。このように、粉末タイプの身体用洗浄剤（石鹼）は、例えば、洗面台を美しく保ちながら使用でき、かつ携帯性にも優れる製品形態として利点を有する。

粉末状石鹼は、通常、石鹼水溶液を調製した後、スプレードライなどにより噴霧乾燥し、ついで、水や非イオン界面活性剤などをバインダーとして添加して、ハイスピードミキサー、ヘンシェルミキサー、レーディゲミキサー
25 などで造粒して製造されている。この方法で製造される粉末状石鹼の水分は、溶解性を高める観点から、通常、7～15%程度で管理されている。しかし、

このような粉末状石鹼は流れ性が悪く、ブロッキングも生じやすい。従って、溶解性を重視し、計量用スプーンで取り出すこともあるような衣料用洗剤として使用する場合にのみ好適である。

5 一般に粉末タイプの身体用洗剤は、小さな出口を有する容器に充填されており、使用時には出口から簡便に適量取り出される必要がある。そのため、身体用洗剤としての粉末状石鹼は流れ性に優れること、流れ性を妨げるブロッキングが生じにくいことが必要とされるが、未だ、十分な流れ性あるいは抗ブロッキング性を有する粉末状石鹼は得られていない。

ところで、石鹼の原料として主に用いられる脂肪酸は、パーム油、ヤシ油
10 およびパーム核油由来の脂肪酸であり、不飽和脂肪酸を30～40質量%含有している。例えば、特開平8-3597号公報には、不飽和脂肪酸であるオレイン酸ナトリウムを主成分とする冷水に易溶な粉末状石鹼が開示されている。しかし、この不飽和脂肪酸を原料として得られる粉末状石鹼は、溶解性こそ優れるものの、着色が生じる、あるいは臭気が発生するという問題がある。
15 着色、臭気が発生などの問題を解決するため、特開2000-160196号公報では、炭素数が12～16の飽和脂肪酸を用いた石鹼が提案されている。しかし、この石鹼は固形石鹼であり、これを粉末化した場合、流れ性は悪く、ブロッキングが生じる。さらに、特開2004-189621号公報では、飽和脂肪酸ナトリウムを主成分とし、ビタミンE、多孔質二酸化珪素を配合した洗顔用粉末製剤が開示されている。この粉末製剤は、洗剤
20 性および起泡性が良好であり、使用感に優れる。さらに、多孔質二酸化珪素を相当量含有することによってブロッキングを防止することができる。しかし、流れ性および抗ブロッキング性については未だ不十分であり、十分な流れ性および抗ブロッキング性を有する粉末状石鹼が望まれている。

25

発明の開示

本発明の目的は、流れ性が良好な粉末状石鹼を提供することにある。さらに、溶解性が良好であり、ブロッキングが生じにくく、泡立ちおよび泡持ちに優れ、しかも洗浄後の感触が良好で、保存安定性に優れる顔や手などの身体用（皮膚用）の粉末状石鹼を提供することにある。

5 本発明の粉末状石鹼組成物は、脂肪酸アルカリ金属塩でなる粉末状石鹼を含有する粉末状石鹼組成物であって、該脂肪酸アルカリ金属塩が、炭素数12～16の飽和脂肪酸アルカリ金属塩を主成分とし、該粉末状石鹼の平均粒径が50～500 μ mであり、そして該組成物の水分量が3質量%以下である。

10 好適な実施態様においては、上記飽和脂肪酸アルカリ金属塩を構成する脂肪酸は、ラウリン酸5～50質量%、ミリスチン酸40～80質量%、およびパルミチン酸5～20質量%を含有し、かつ該ラウリン酸、ミリスチン酸、およびパルミチン酸の合計量が95～100質量%である。

好適な実施態様においては、上記粉末状石鹼中の飽和脂肪酸アルカリ金属
15 塩に含まれるアルカリ金属部分の総量を100質量%としたときのナトリウムの量は50質量%以上である。

好適な実施態様においては、上記粉末状石鹼組成物は、さらに、炭素数12～16の飽和脂肪酸を含有し、前記飽和脂肪酸アルカリ金属塩100質量部に対して、該炭素数12～16の飽和脂肪酸が1～15質量部の割合で含
20 有される。

好適な実施態様においては、上記粉末状石鹼の平均粒径は50～300 μ mである。

好適な実施態様においては、上記粉末状石鹼は、炭素数12～16の飽和脂肪酸を主成分とする脂肪酸とアルカリ金属化合物とを反応させて石鹼を得
25 る工程；該石鹼の水分量が5～15質量%となるように1次乾燥して1次乾燥物を得る工程；および該1次乾燥物の水分量が3質量%以下となるように

2次乾燥する工程を包含するプロセスにより得られる。

従って、本発明は、次の目的を達成し得る：流れ性が良好であり、ブロッキングを生じにくい粉末状石鹼組成物を提供すること；溶解性が良好であり、泡立ち、泡持ちが優れ、しかも洗浄後の感触が良好である粉末状石鹼組成物を提供すること；飽和脂肪酸のアルカリ金属塩を主成分とする石鹼を含有するため、着色や臭気の問題もなく、保存安定性にも優れる粉末状石鹼組成物を提供すること；および顔や手などに使用される身体洗浄用の粉末状洗浄剤として利用される粉末状石鹼組成物を提供すること。

10 発明を実施するための最良の形態

本発明の粉末状石鹼組成物は、炭素数12～16の飽和脂肪酸のアルカリ金属塩を主成分とする脂肪酸アルカリ金属塩でなる粉末状石鹼（粉末状の脂肪酸アルカリ金属塩）、および必要に応じてその他の成分を含有する。以下に、上記粉末状石鹼およびこの粉末状石鹼を含む組成物について、順次説明する。

（粉末状石鹼）

本発明に用いられる粉末状石鹼は、炭素数12～16の飽和脂肪酸アルカリ金属塩を主成分とし、必要に応じて、他の飽和脂肪酸アルカリ金属塩を含有する。さらに、組成物の着色や臭気の問題が生じない範囲で、不飽和脂肪酸アルカリ金属塩が含有されていてもよい。

炭素数12～16の飽和脂肪酸アルカリ金属塩は、ラウリン酸、ミリスチン酸、またはパルミチン酸のアルカリ金属塩である。具体的には、ラウリン酸ナトリウム、ミリスチン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム、ラウリン酸カリウム、ミリスチン酸カリウム、およびパルミチン酸カリウムが挙げられる。

他の飽和脂肪酸アルカリ金属塩としては、例えば、ステアリン酸（炭素数 18）、カプリン酸（炭素数 10）、イソステアリン酸（炭素数 18）、ヒドロキシステアリン酸（炭素数 18）、ベヘン酸（炭素数 22）などの脂肪酸のアルカリ金属塩などが挙げられる。

- 5 上記粉末状石鹸は、炭素数 12～16 の飽和脂肪酸アルカリ金属塩を、好ましくは 50 質量%以上、より好ましくは 70 質量%以上、特に好ましくは 90 質量%の割合で含有する。粉末状石鹸（飽和脂肪酸アルカリ金属塩）を構成する脂肪酸のうちで、炭素数 12～16 の脂肪酸（ラウリン酸、ミリスチン酸、およびパルミチン酸）は次の割合で含有されることが好ましい。すなわち、ラウリン酸が 5～50 質量%、好ましくは 10～40 質量%、ミリスチン酸が 40～80 質量%、好ましくは 55～70 質量%、およびパルミチン酸が 5～20 質量%、好ましくは 7～15 質量%であり、かつ該ラウリン酸、ミリスチン酸、およびパルミチン酸の合計量が 95～100 質量%、より好ましくは 97～100 質量%である。ラウリン酸が 5 質量%未満では、
10 粉末状石鹸の泡立ち、泡持ち、および溶解性が劣り、50 質量%を超えると、得られる粉末状石鹸組成物のブロッキングが生じ、流れ性も悪化する場合がある。ミリスチン酸が 40 質量%未満では泡持ちが低下し、80 質量%を超えると溶解性が低下する場合がある。パルミチン酸が 5 質量%未満では泡持ちが低下し、20 質量%を超えると粉石鹸の溶解性および泡立ちが劣り、使用感が低下する場合がある。ラウリン酸、ミリスチン酸、およびパルミチン酸の合計量が 95 質量%未満では泡立ちおよび泡持ちが低下し、洗浄後の感触が悪くなる場合がある。
15
20

- 25 上記粉末状石鹸中の飽和脂肪酸アルカリ金属塩に含まれるアルカリ金属部分の総量を 100 質量%としたときに、ナトリウムの量が 50 質量%以上であることが好ましい。具体的には、アルカリ金属は、ナトリウムおよびカリウムからなるが、ナトリウムとカリウムとの合計量を 100 質量部としたと

きに、その質量比（ナトリウム／カリウム）が100／0～50／50の割合となることが好ましい。粉末状石鹼の水への溶解性を高める点から、ナトリウム塩とカリウム塩が一般に併用される。カリウム塩は粘着性のあるゲル状物質になりやすいため、カリウム塩を単独で用いることは一般に行われていない。上記ナトリウム／カリウムの質量比が50／50より小さいと、泡立ちおよび泡持ちが低下し、粘着性によるブロッキングが生じ、流れ性も低下する場合がある。

本発明に用いられる脂肪酸アルカリ金属塩は、上記炭素数12～16の飽和脂肪酸を主成分とする脂肪酸とアルカリ金属化合物とを反応させることにより得られる。アルカリ金属化合物としては、ナトリウムまたはカリウムの水酸化物、炭酸化物などが挙げられる。具体的には、ラウリン酸、ミリスチン酸、およびパルミチン酸の少なくとも1種を主成分として含有する脂肪酸に上記アルカリ金属化合物を作用させる。反応条件は特に制限がなく、当業者が脂肪酸アルカリ金属塩を得るために通常用いる条件が用いられる。得られた脂肪酸アルカリ金属塩（石鹼）は必要に応じて粉碎され、水分量が5～15質量%、好ましくは7質量%～13質量%となるように1次乾燥を行う。1次乾燥は、石鹼乾燥用のバンド乾燥機、減圧乾燥塔、スプレードライ機などの当業者が通常用いる乾燥装置を用いて行われる。次いで、この1次乾燥物の水分量が3質量%以下、好ましくは1.5質量%以下となるように2次乾燥を行う。2次乾燥は、ニーダー式乾燥機、各種真空乾燥機、温風乾燥機、循環式乾燥機などの各種乾燥機を用いて行われる。このようにして、所定の水分含量を有する粉末状石鹼が得られる。上記乾燥は、後述のように、粉末状石鹼と他の成分とを混合した後に行ってもよい。

本発明によれば、上述のように2段乾燥を行うことによって、水分量を3質量%以下にすることが可能となった。このような低い水分量の粉末状石鹼は流れ性が良好である。これに対して、一般に粉末状石鹼を製造する場合、

通常、スプレードライによる乾燥方法が採用されており、水分量が7質量%～20質量%程度の粉末状石鹼が得られる。しかし、このスプレードライを用いた1段乾燥では、粉末状石鹼の水分量を7質量%未満にすることは困難であり、場合によっては、粉塵爆発等の危険性があり得る。

5 本発明により、上記工程で得られる粉末状石鹼は、必要に応じて、粒径が適宜調整される。例えば、得られた2次乾燥物の粒径を整えるために、粉碎、分級（篩い分け）などが行われる。小さい粒径の粉末状石鹼が得られた場合、例えば、ハイスピードミキサー、ヘンシェルミキサー、レーディグミキサー、各種分級機などを用いて造粒、分級などが行われる。

10 上記粉末状石鹼の平均粒径は、50～500 μm 、好ましくは50～300 μm 、より好ましくは100～250 μm である。平均粒径が50 μm 未満では、粉末状石鹼の粉立ちが強くなり使用しにくくなると同時に、使用時に粉末状石鹼がダマ状になり好ましくない。また、平均粒径が500 μm を超えると溶解性が低下すると共に使用時にざらつきが生じる。

15

（粉末状石鹼組成物）

本発明の粉末状石鹼組成物は、上述のように、炭素数12～16の飽和脂肪酸アルカリ金属塩を主成分とする脂肪酸アルカリ金属塩でなる粉末状石鹼を含有し、必要に応じてその他の成分を含有し得る。その他の成分としては、
20 脂肪酸、各種添加剤などが挙げられる。

これらのうち、脂肪酸は、主として、洗浄時に皮膚のしっとり感を得ることを目的として含有される。このような脂肪酸としては、飽和脂肪酸が好ましく、炭素数12～16の飽和脂肪酸がより好ましい。

上記粉末状石鹼組成物中の脂肪酸の含有量は特に制限されない。好ましくは炭素数12～16の飽和脂肪酸アルカリ金属塩100質量部に対して、
25 1～15質量部、好ましくは1～10質量部、より好ましくは1～5質量部で

ある。脂肪酸、特に炭素数 12～16 の飽和脂肪酸が 1 質量部以下では泡持ちが低下し、15 質量部を超えると、泡立ちが低下すると共に粉末状石鹼自体が柔らかくなりやすいため、得られる組成物中の各成分がブロッキングを生じるおそれがある。

- 5 上記組成物中に含有される添加剤は、通常、当業者が洗浄剤中に含有される成分であり、本発明の性能を損なわない範囲で組成物中に含有される。このような成分としては、例えば、シリカ、タルク、活性炭、カオリン、酸化チタン、セリサイト、マイカなどの材料の粉末；バクモンドウエキス、キッピエキス、アケビアエキス、シャクヤクエキス、タチバナ果皮エキス、ムクロジエキス、シソエキス、ペカンナッツエキス、藍エキス、スベリヒユエキス、
10 ヨクイニンエキス、ビンロウ樹種子エキス、トウキエキス、グレープフルーツ種子エキス等のエキス類；グリセリン、ポリメタクリロイルオキシエチルホスホリルコリン、スクワラン、カチオン化ポリマー、スクワレン、ヒアルロン酸、カチオン化セルロース等の保湿剤；トコフェロール、アスコルビン酸、ヘスペリジンなどの各種ビタミン類およびその誘導体；N-ラウロイル-L-グルタミン酸ナトリウムなどのアシルグルタミン酸塩；N-ココイル-N-メチルタウリン酸ナトリウムなどのアシルタウリン塩等の界面活性剤；香料；色素；紫外線吸収剤；殺菌剤；防腐剤；高級アルコール；エステルなどが挙げられる。これらの成分が固形物である場合には、粉末状石鹼
15 と同様に、平均粒径が 50～500 μm であることが好ましい。

- 本発明の粉末状石鹼組成物は上述のように、粉末状石鹼、および必要に応じてその他の成分（脂肪酸、各種添加剤など）を含有する。この組成物の各成分を含有する粉末状洗浄剤を得るには、例えば、上記粉末石鹼の 1 次乾燥物または 2 次乾燥物に、必要に応じて上記脂肪酸、各種添加剤などを加える。
25 上記脂肪酸としては、上記脂肪酸アルカリ金属塩を調製する際に、原料の脂肪酸のモル数に対してアルカリ金属化合物のモル数をやや少なくして反応さ

せることにより残留した脂肪酸をそのまま利用してもよい。

上記得られる混合物は、必要に応じて、さらに分級、乾燥などが行われる。

上記添加剤の量は特に限定されないが、通常、炭素数12～16の飽和脂肪酸アルカリ金属塩100質量部に対して、0～50質量部の割合で含有される。

上記成分のうち、植物抽出エキス類、各種ビタミン類、香料などの熱劣化を受けやすい成分は、2次乾燥物に添加することが好ましい。また、これら以外のその他の成分も生産性、コスト面などの観点から、2次乾燥物に添加することが好ましい。

最終的に得られる混合物（組成物）は、その水分量が、3質量%以下、好ましくは1.5質量%以下である。水分量が3質量%を超えると、粉末状石鹼のブロッキングが生じると共に流れ性が低下する。

（実施例）

以下、実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれらの例示に限定されない。

本実施例および比較例において使用した脂肪酸などは、以下の通りである。

ラウリン酸：商品名「NAA-122」（日本油脂株式会社製）

ミリスチン酸：商品名「NAA-142」（日本油脂株式会社製）

20 パルミチン酸：商品名「NAA-160」（日本油脂株式会社製）

ステアリン酸：商品名「NAA-180」（日本油脂株式会社製）

28質量%水酸化ナトリウム水溶液：試薬特級水酸化ナトリウムに蒸留水を加えて調製したもの

28質量%水酸化カリウム水溶液：試薬特級水酸化カリウムに蒸留水を加えて調製したもの

25 チンピエキス：商品名「チンピエキス」（日本油脂株式会社製）

タルク：商品名「ローズタルク」（日本タルク株式会社製）

（実施例 1）

脂肪酸（ラウリン酸 45 g、ミリスチン酸 45 g、およびパルミチン酸 10 g）に、約 440 g の蒸留水を加えて 70℃ にて混合した。これとは別に、
5 ナトリウム／カリウム（Na／K）が質量比で 85／15 となるように、28 質量％水酸化ナトリウム水溶液および 28 質量％水酸化カリウム水溶液を混合した混合アルカリ水溶液を調製した。上記の脂肪酸混合物を攪拌しながら、混合アルカリ水溶液を加えて反応させた。反応物を少量取り出し、フェノールフタレイン指示薬が中和点を示す微紅色に変化したことを確認した後、
10 直ちに反応を終了させた。

次いで、この反応物に、ラウリン酸、ミリスチン酸、およびパルミチン酸を各 1 g 加え、スプレードライヤ（GS310；ヤマト科学株式会社製）を用いて乾燥させた（1 次乾燥）。得られた 1 次乾燥物の水分量を測定したところ、10 質量％であった。さらに、1 次乾燥物を 1 L オープン型ニーダー
15 （S1-1 型ニーダー、株式会社森山製作所製）を用いて乾燥した（2 次乾燥）。得られた 2 次乾燥物の水分量を測定したところ、1.0 質量％であった。得られた 2 次乾燥物をミルサー（IFM-180G、岩谷産業株式会社）により粉碎して粉末状石鹼と脂肪酸とを含む粉末状洗浄剤を得た。この粉末状洗浄剤について、平均粒径、安息角、および水分量を測定した。さら
20 に、流れ性、ブロッキング、泡立ち、泡持ち、溶解性、使用感を評価した。これらの測定および評価には、以下の方法を用いた。結果を表 1 に示す。

＜平均粒径＞ レーザ回折式粒度分布測定装置 SALD-2100（株式会社島津製作所製）を用いて測定する。

＜安息角＞ パウダーテスター（PT-N 型）（ホソカワミクロン社製）を用いて測定する。
25

＜水分＞ JIS-K3304 に準拠して乾燥減量を測定する（105℃、

3 時間)。

<流れ性> 粉末状洗剤 50 g を、直径 5 mm の容器口を有する 100 mL の密閉容器に入れ、40℃、50%湿度の条件下にて5日保持した後、容器口から粉末が出る様子を目視により以下の条件で評価する。

5 ○：容器を傾けると粉末が流れ落ち、良好である

△：少し出難いが振ると流れ出る

×：ほとんど流れ出ない

<ブロッキング> 粉末状洗剤 50 g を 100 mL の密閉容器に入れ、40℃、50%湿度の条件下にて5日保持した後、1 L のビーカーに移した際のブロッキングの状態を目視により以下の基準で評価する。

○：全くブロッキングがない

△：弱いブロッキングがある

×：強いブロッキングがある

<泡立ち> 10代～30代の10名の女性をパネラーとして、粉末状洗剤 0.5 g を手にとって泡立てた場合の泡立ちの程度について、以下の基準で採点してもらった。

2点：速やかで、かつ良好な泡立ちである

1点：泡が立つまでに時間を要するが、泡立ちは良好である

0点：泡が立つまでに非常に時間がかかり、泡立ちも悪い

20 得られた点数の合計点により、以下のように評価し、表1に記載した。

○：14～20点（泡立ち良好）

△：7～13点（泡立ち普通）

×：0～6点（泡立ち不良）

<泡持ち> 10代～30代の10名の女性をパネラーとして、粉末状洗剤 0.5 g を手にとって泡立てた場合の泡持ちの程度について、以下の基準で採点してもらった。

2点：泡が容易に崩壊せず、泡の容量も変化しない

1点：泡は容易に崩壊しないが、時間と共に徐々に泡の容量が減少する

0点：泡が容易に崩壊し、速やかに泡の容量が減少する

得られた点数の合計点により、以下のように評価し、表1に記載した。

5 ○：14～20点（泡持ち良好）

 △：7～13点（泡持ち普通）

 ×：0～6点（泡持ち不良）

＜溶解性＞ 10代～30代の10名の女性をパネラーとして、粉末状洗
10 浄剤0.5gを手にとり、溶解の程度について、以下の基準で採点してもらった。

2点：容易に溶解し、溶け残りが無い

1点：溶解に時間がかかるが、溶け残りが無い

0点：溶け難く、時間をかけても溶け残りがある

得られた点数の合計点により、以下のように評価し、表1に記載した。

15 ○：14～20点（溶解性良好）

 △：7～13点（溶解性普通）

 ×：0～6点（溶解性不良）

＜使用感＞ 10代～30代の10名の女性をパネラーとして、粉末状洗
20 浄剤0.5gを手にとり、溶解して使用した場合について、以下の基準で採点してもらった。

2点：つっぱり感、ぬめり感がなく、良好な洗い上がりである

1点：わずかにつっぱり感、ぬめり感がある

0点：強いつっぱり感、ぬめり感がある

得られた点数の合計点により、以下のように評価し、表1に記載した。

25 ○：14～20点（使用感良好）

 △：7～13点（使用感普通）

×：0～6点（使用感不良）

（実施例2）

脂肪酸（ラウリン酸20g、ミリスチン酸68g、パルミチン酸10g、
およびステアリン酸2g）に、約440gの蒸留水を加えて70℃にて混合
5 した。この脂肪酸混合物を攪拌しながら、28質量%水酸化ナトリウム水溶
液（Na/K=100/0）を加えて反応させた。反応物を少量取り出し、
フェノールフタレイン指示薬が中和点を示す微紅色に変化したことを確認し
た後、直ちに反応を終了させた。

次いで、この反応物に、ミリスチン酸を5g加え、スプレードライヤ（G
10 S310；ヤマト科学株式会社製）を用いて乾燥させた（1次乾燥）。得ら
れた1次乾燥物の水分量を測定したところ、11質量%であった。さらに、
1次乾燥物を1Lオープン型ニーダー（S1-1型ニーダー、株式会社森山
製作所製）を用いて乾燥した（2次乾燥）。得られた2次乾燥物の水分量を
測定したところ、1.2質量%であった。得られた2次乾燥物をミルサー
15 （IFM-180G、岩谷産業株式会社）により粉碎して粉末状石鹼と脂肪
酸とを含む粉末状洗浄剤を得た。この粉末状洗浄剤について、実施例1と同
様に測定および評価を行った。結果を表1に示す。

（実施例3）

脂肪酸（ラウリン酸30.9g、ミリスチン酸61.8g、およびパルミ
20 チン酸10.3g）に、約440gの蒸留水を加えて70℃にて混合した。
これとは別に、ナトリウム/カリウム（Na/K）が質量比で70/30と
なるように、28質量%水酸化ナトリウム水溶液および28質量%水酸化カ
リウム水溶液を混合した混合アルカリ水溶液を調製した。

上記の脂肪酸混合物に、攪拌しながら上記混合アルカリ水溶液を加えて反
25 応させた。混合アルカリ水溶液の量は、含有されるアルカリ金属の量が、上
記脂肪酸の一部（ラウリン酸30g、ミリスチン酸60g、およびパルミチ

ン酸 10 g) から算出される合計モル数に対して、当モルとなるような量である (中和率 97.0%)。この反応により、3.0%の脂肪酸が石鹼中に遊離の状態で存在する。

次いで、この反応物を、スプレードライヤ (GS310; ヤマト科学株式会社製) を用いて乾燥させた (1次乾燥)。得られた1次乾燥物の水分量を測定したところ、8質量%であった。さらに、1次乾燥物を1Lオープン型ニーダー (S1-1型ニーダー、株式会社森山製作所製) を用いて乾燥した (2次乾燥)。得られた2次乾燥物の水分量を測定したところ、0.6質量%であった。得られた2次乾燥物をミルサー (IFM-180G、岩谷産業株式会社) により粉砕して粉末状石鹼と脂肪酸とを含む粉末状洗浄剤を得た。この粉末状洗浄剤について、実施例1と同様に評価した。結果を表1に示す。

(実施例4)

脂肪酸 (ラウリン酸 30 g、ミリスチン酸 60 g、およびパルミチン酸 10 g) に、約 440 g の蒸留水を加えて 70℃ にて混合した。これとは別に、ナトリウム/カリウム (Na/K) が質量比で 80/20 となるように、28質量%水酸化ナトリウム水溶液および 28質量%水酸化カリウム水溶液を混合した混合アルカリ水溶液を調製した。上記の脂肪酸混合物を攪拌しながら、混合アルカリ水溶液を加えて反応させた。反応物を少量取り出し、フェノールフタレイン指示薬が中和点を示す微紅色に変化したことを確認した後、直ちに反応を終了させた。

次いで、この反応物に、ラウリン酸を 2.5 g 加え、スプレードライヤ (GS310; ヤマト科学株式会社製) を用いて乾燥させた (1次乾燥)。得られた1次乾燥物の水分量を測定したところ、9質量%であった。さらに、1次乾燥物を1Lオープン型ニーダー (S1-1型ニーダー、株式会社森山製作所製) を用いて乾燥した (2次乾燥)。得られた2次乾燥物の水分量を

測定したところ、0.8質量%であった。

得られた2次乾燥物65gと、タルク3.4gにチンピエキス0.1gを加えてすり鉢を用いて均一に混合したエキス混合タルクと、タルク31.5gとを均一に混合し、ミルサー（IFM-180G、岩谷産業株式会社）により粉砕して粉末状洗浄剤を得た。この粉末状洗浄剤について、実施例1と同様に評価した。結果を表1に示す。

（比較例1～4）

表1に記載の成分を用いて、実施例1と同様の方法により粉末状洗浄剤を得た。これらの粉末状洗浄剤について、実施例1と同様に評価した。結果を表1に示す。

表 1

			実施例				比較例			
			1	2	3	4	1	2	3	4
脂肪酸 アルカリ 金属塩	脂肪酸 組成 (質量部)	ラウリン酸(C12)	45	20	30	30	45	30	2	30
		ミリスチン酸(C14)	45	68	60	60	45	60	68	60
		パルミチン酸(C16)	10	10	10	10	10	10	30	10
		ステアリン酸(C18)	0	2	0	0	0	0	0	0
		C12+C14+C16*1	100	98	100	100	100	100	100	100
	ナトリウム/カリウム		85/15	100/0	70/30	80/20	85/15	70/30	100/0	90/10
脂肪酸 (質量部)	ラウリン酸(C12)		1.0	0	0.9	2.5	2.0	0	0	2.0
	ミリスチン酸(C14)		1.0	5.0	1.8	0	0	0	0	0
	パルミチン酸(C16)		1.0	0	0.3	0	0	0	0	0
	ステアリン酸(C18)		0	0	0	0	0	5.0	0	0
	合計		3.0	5.0	3.0	2.5	2.0	5.0	0	2.0
チンピエキス(質量部)			0	0	0	0.1	0	0	0	0
タルク(質量部)			0	0	0	34.9	0	0	0	0
結果	平均粒径(μm)		160	172	181	145	612	536	312	600
	安息角(°)		0.42	0.39	0.41	0.38	0.68	0.63	0.59	0.64
	水分(質量%)		1.0	1.2	0.6	0.8	12.1	6.0	4.3	3.1
	ブロッキング		○	○	○	○	×	×	△	○
	流れ性		○	○	○	○	×	×	△	○
	泡立ち (点数)		○ (16)	○ (18)	○ (18)	○ (17)	○ (16)	○ (17)	×	○ (15)
	泡持ち (点数)		○ (17)	○ (19)	○ (18)	○ (18)	○ (17)	○ (18)	×	○ (16)
	溶解性 (点数)		○ (18)	○ (16)	○ (19)	○ (19)	×	×	×	×
	使用感 (点数)		○ (17)	○ (17)	○ (18)	○ (19)	×	×	×	×
			(17)	(17)	(18)	(19)	(4)	(5)	(2)	(4)

* 1…炭素数12～16の脂肪酸の合計(質量部)

20 表1の結果、水分が3質量%以下、平均粒径が50～500 μm の粉末状石鹼を主成分として含有する粉末状洗浄剤(本発明の粉末状石鹼組成物)は、安息角が小さく、流れ性も優れ、ブロッキングも生じず、泡立ち、泡持ち、溶解性および使用感のいずれも良好であった。これに対して、水分量が3質量%以上で、平均粒径も大きい粉末状洗浄剤からなる比較例1および2では、
25 安息角が大きく、流れ性が悪く、ブロッキングを起こした。さらに、溶解性が悪く、使用感も悪かった。また、平均粒径は満たすものの、水分含量が高

い（４．３質量％）比較例３は、流れ性、ブロッキング性は若干改良されているが、泡立ち、泡持ち、溶解性および使用感のいずれも不良であった。水分含量が比較的低いものの（３．１質量％）、平均粒径が大きい比較例４では、溶解性および使用感が不良であった。

5

産業上の利用可能性

本発明によれば、流れ性が良好であり、ブロッキングを生じにくく、さらに、溶解性が良好であり、泡立ち、泡持ちが優れ、しかも洗浄後の感触が良好である粉末状石鹼組成物が提供される。この粉末状石鹼組成物は、所定の炭素数を有する飽和脂肪酸のアルカリ金属塩を主成分とするアルカリ金属塩でなる石鹼を含有するため、着色や臭気の劣化の問題もなく、保存安定性にも優れている。本発明の粉末状石鹼組成物は、顔や手などに使用される身体洗浄用の粉末状石鹼として利用される。

10

請求の範囲

1. 脂肪酸アルカリ金属塩でなる粉末状石鹼を含有する、粉末状石鹼組成物であって、
 - 5 該脂肪酸アルカリ金属塩が、炭素数12～16の飽和脂肪酸アルカリ金属塩を主成分とし、
 該粉末状石鹼の平均粒径が50～500 μm であり、そして
 該組成物の水分量が3質量%以下である、粉末状石鹼組成物。
- 10 2. 前記飽和脂肪酸アルカリ金属塩を構成する脂肪酸が、ラウリン酸5～50質量%、ミリスチン酸40～80質量%、およびパルミチン酸5～20質量%を含有し、かつ該ラウリン酸、ミリスチン酸、およびパルミチン酸の合計量が95～100質量%である、請求項1に記載の粉末状石鹼組成物。
- 15 3. 前記粉末状石鹼中の飽和脂肪酸アルカリ金属塩に含まれるアルカリ金属部分の総量を100質量%としたときのナトリウムの量が50質量%以上である、請求項1または2に記載の粉末状石鹼組成物。
- 20 4. さらに、炭素数12～16の飽和脂肪酸を含有し、前記飽和脂肪酸アルカリ金属塩100質量部に対して、該炭素数12～16の飽和脂肪酸が1～15質量部の割合で含有される、請求項1から3のいずれかの項に記載の粉末状石鹼組成物。
- 25 5. 前記平均粒径が50～300 μm である、請求項1から4のいずれかの項に記載の粉末状石鹼組成物。

6. 前記粉末状石鹼が、炭素数 12 ～ 16 の飽和脂肪酸を主成分とする脂肪酸とアルカリ金属化合物とを反応させて石鹼を得る工程；該石鹼の水分量が 5 ～ 15 質量%となるように 1 次乾燥して 1 次乾燥物を得る工程；および該 1 次乾燥物の水分量が 3 質量%以下となるように 2 次乾燥する工程を包含するプロセスにより得られる；請求項 1 から 4 のいずれかの項に記載の粉末状石鹼組成物。
- 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/014974

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C11D9/02 (2006.01), **C11D13/00** (2006.01), **C11D17/06** (2006.01), **A61K8/00** (2006.01), **A61Q19/10** (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C11D1/00-19/00 (2006.01), **A61K8/00** (2006.01), **A61Q19/10** (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2004-189621 A (Kabushiki Kaisha Asahi Kemika, et al.), 08 July, 2004 (08.07.04), Claims; Par. Nos. [0014] to [0015]; examples (Family: none)	1-6
Y	JP 63-248899 A (Kanebo, Ltd.), 17 October, 1988 (17.10.88), Claims; page 2, lower right column, lines 14 to 17; examples (Family: none)	1-6
Y	JP 51-147507 A (Okada Fusenzai Kagaku Kabushiki Kaisha), 17 December, 1976 (17.12.76), Claims; examples (Family: none)	1-6

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
14 November, 2005 (14.11.05)

Date of mailing of the international search report
22 November, 2005 (22.11.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/014974

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2000-160196 A (NOF Corp.), 13 June, 2000 (13.06.00), Claims; examples (Family: none)	2, 4, 6
Y	JP 10-102099 A (NOF Corp.), 21 April, 1998 (21.04.98), Examples (Family: none)	6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C11D 9/02 (2006.01), C11D 13/00 (2006.01), C11D 17/06 (2006.01), A61K 8/00 (2006.01), A61Q 19/10 (2006.01)															
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C11D 1/00 ~ 19/00 (2006.01), A61K 8/00 (2006.01), A61Q 19/10 (2006.01)															
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2005年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2005年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2005年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2005年	日本国実用新案登録公報	1996-2005年	日本国登録実用新案公報	1994-2005年				
日本国実用新案公報	1922-1996年														
日本国公開実用新案公報	1971-2005年														
日本国実用新案登録公報	1996-2005年														
日本国登録実用新案公報	1994-2005年														
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)															
C. 関連すると認められる文献 <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示</th> <th>関連する 請求の範囲の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2004-189621 A (株式会社アサヒケミカ 外1名) 2004.07.08, 特許請求の範囲、段落[0014]-[0015]、実施例 (ファミリーなし)</td> <td>1~6</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 63-248899 A (鐘紡株式会社) 1988.10.17, 特許請求の範囲、第2頁右下欄第14-17行、実施例 (ファミリーなし)</td> <td>1~6</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 51-147507 A (岡田浮選剤化学株式会社) 1976.12.17, 特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)</td> <td>1~6</td> </tr> </tbody> </table>				引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	Y	JP 2004-189621 A (株式会社アサヒケミカ 外1名) 2004.07.08, 特許請求の範囲、段落[0014]-[0015]、実施例 (ファミリーなし)	1~6	Y	JP 63-248899 A (鐘紡株式会社) 1988.10.17, 特許請求の範囲、第2頁右下欄第14-17行、実施例 (ファミリーなし)	1~6	Y	JP 51-147507 A (岡田浮選剤化学株式会社) 1976.12.17, 特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)	1~6
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号													
Y	JP 2004-189621 A (株式会社アサヒケミカ 外1名) 2004.07.08, 特許請求の範囲、段落[0014]-[0015]、実施例 (ファミリーなし)	1~6													
Y	JP 63-248899 A (鐘紡株式会社) 1988.10.17, 特許請求の範囲、第2頁右下欄第14-17行、実施例 (ファミリーなし)	1~6													
Y	JP 51-147507 A (岡田浮選剤化学株式会社) 1976.12.17, 特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)	1~6													
☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。															
* 引用文献のカテゴリー <table border="0"> <tr> <td>「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの</td> <td>「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの</td> </tr> <tr> <td>「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの</td> <td>「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの</td> </tr> <tr> <td>「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)</td> <td>「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの</td> </tr> <tr> <td>「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td>「&」 同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</td> <td></td> </tr> </table>				「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの	「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの	「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)	「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの	「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献	「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願			
「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの														
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの														
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)	「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの														
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献														
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願															
国際調査を完了した日 14.11.2005		国際調査報告の発送日 22.11.2005													
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 滝口 尚良 電話番号 03-3581-1101 内線 3483													

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2000-160196 A (日本油脂株式会社) 2000. 06. 13, 特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)	2, 4, 6
Y	JP 10-102099 A (日本油脂株式会社) 1998. 04. 21, 実施例 (ファミリーなし)	6