

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4137639号
(P4137639)

(45) 発行日 平成20年8月20日(2008.8.20)

(24) 登録日 平成20年6月13日(2008.6.13)

(51) Int.Cl.	F 1
A 6 1 K 8/72 (2006.01)	A 6 1 K 8/72
A 6 1 K 8/19 (2006.01)	A 6 1 K 8/19
A 6 1 K 8/34 (2006.01)	A 6 1 K 8/34
A 6 1 K 8/06 (2006.01)	A 6 1 K 8/06
A 6 1 K 8/92 (2006.01)	A 6 1 K 8/92

請求項の数 70 (全 44 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2002-562317 (P2002-562317)
(86) (22) 出願日	平成14年2月5日(2002.2.5)
(65) 公表番号	特表2004-522751 (P2004-522751A)
(43) 公表日	平成16年7月29日(2004.7.29)
(86) 国際出願番号	PCT/US2002/003373
(87) 国際公開番号	W02002/062310
(87) 国際公開日	平成14年8月15日(2002.8.15)
審査請求日	平成16年11月25日(2004.11.25)
(31) 優先権主張番号	60/266,596
(32) 優先日	平成13年2月5日(2001.2.5)
(33) 優先権主張国	米国(US)
(31) 優先権主張番号	60/318,979
(32) 優先日	平成13年9月13日(2001.9.13)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	500227358
	アンコル インターナショナル コーポレ イション
	アメリカ合衆国 60004 イリノイ アーリントン ハイッ ウェスト シュア ドライブ 1500 ワン ノース ア ーリントン
(74) 代理人	110000556
	特許業務法人 有古特許事務所
(72) 発明者	セングプタ, アショーク ケー,
	アメリカ合衆国 60010 イリノイ バーリントン エッシントン レーン 4 975

前置審査

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 パーソナルケア及び化粧品用組成物のための多機能粒子添加剤、並びに、その製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

日焼け止め活性の効能を改善する紫外線(UV)フィルタを含む、化粧品、パーソナルケ
ア製品または薬学的調製品のための組成物であって、以下の成分、すなわち；

(a) 無機酸化物、スメクタイト粘土、および、それらの混合物からなるグループから
選択され、かつそれらの少なくとも90%が、30ミクロンと同等またはそれに満たない
粒径を有する粒子材料；

(b) リグノスルホン酸塩、リグニン、フミン酸塩、タンニン酸塩、それらの誘導体、
および、それらの混合物からなるグループから選択されるポリマーであるポリフェノール
の天然高分子；および

(c) 水、親水性有機溶媒、および、それらの混合物からなるグループから選択される
親水性液体、

を含む、ことを特徴とする組成物。

【請求項 2】

その形態が、ポリフェノールの天然高分子を含有する溶液である親水性液体での無機酸
化物および／またはスメクタイト粘土のスラリー；当該スメクタイト粘土と当該ポリフェ
ノールの天然高分子との混合物；当該ポリフェノールの天然高分子、当該無機酸化物およ
び当該スメクタイト粘土の混合物；および、当該無機酸化物と当該ポリフェノールの天然
高分子との混合物からなるグループから選択される請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

前記粒子材料が、コロイダルシリカ、ラポナイト、アルミナ、油小滴、顔料、ラテックスポリマー、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 4】

前記粒子材料が、スメクタイト粘土を含む請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 5】

前記スメクタイト粘土が、ベントナイト、モンモリロナイト、サポナイト、ヘクトライト、ビデライト、ステベンサイト、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項 4 に記載の組成物。

【請求項 6】

前記粒子材料が、 TiO_2 、 ZnO 、および、それらの混合物からなるグループから選択される無機金属酸化物に基づく日焼け止め活性化合物を含む請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 7】

前記粒子材料の固体成分が、スメクタイト粘土および／または無機酸化物を含む請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 8】

前記粒子材料が、その 1 重量%～100 重量%のスメクタイト粘土と、残余の無機酸化物または無機酸化物の混合物を含む請求項 7 に記載の組成物。

【請求項 9】

前記ポリフェノールの天然高分子が、リグノスルホン酸塩；クラフトリグニン；スルホン化されたクラフトリグニン；オキシリグニン；スルホン化されたオキシリグニン；フミン酸塩；スルホン化されたフミン酸塩；タンニン酸塩；スルホン化されたタンニン酸塩；アクリル酸塩、アクリル酸、アクリルアミド、スチレンスルホン酸塩およびナフタリンスルホン酸塩からなるグループから選択されるモノマーで共重合されたリグノスルホン酸塩；アゾリグノスルホン酸塩；アゾリグニン；リグノスルホン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；リグニンホルムアルデヒド濃縮液；フミン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；タンニン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；疎水性に改変されたリグノスルホン酸塩；疎水性に改変されたリグニン；疎水性に改変されたフミン酸塩；疎水性に改変されたタンニン酸塩；陽イオンに改変されたリグノスルホン酸塩；陽イオンに改変されたリグニン；陽イオンに改変されたフミン酸塩；陽イオンに改変されたタンニン酸塩；アミノリグノスルホン酸塩；アミノリグニン；アミノフミン酸塩；アルキル化されたリグノスルホン酸塩；アルキル化されたリグニン；アルキル化されたフミン酸塩；架橋されたリグノスルホン酸塩；架橋されたリグニン、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 10】

前記ポリフェノールの天然高分子の重量平均分子量が、5,000～100,000 である請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 11】

前記ポリフェノールの天然高分子が、酸化防止剤である請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 12】

スラリーの形態で、かつ前記親水性液体が、水のみ、または、グリセロール、プロピレングリコール、イソプロパノール、エタノール、ポリエチレングリコール、および、それらの混合物からなるグループから選択される親水性有機溶媒と水との混合物である請求項 2 に記載の組成物。

【請求項 13】

前記粒子材料の量が、組成物の全重量の 1 重量%～95 重量%である請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 14】

前記粒子材料の量が、組成物の全重量の 10 重量%～65 重量%である請求項 13 に記載の組成物。

10

20

30

40

50

【請求項 15】

前記ポリフェノールの天然高分子の量が、組成物に含まれる粒子材料の重量の0.05重量%～300重量%である請求項1に記載の組成物。

【請求項 16】

前記ポリフェノールの天然高分子の量が、組成物に含まれる粒子材料の5重量%～100重量%である請求項15に記載の組成物。

【請求項 17】

前記ポリフェノールの天然高分子の量が、組成物に含まれる粒子材料の10重量%～60重量%である請求項16に記載の組成物。

【請求項 18】

ゼラチン、大豆蛋白質、小麦蛋白質、カゼイン、および、それらの混合物からなるグループから選択される蛋白質をさらに含む請求項1に記載の組成物。

【請求項 19】

組成物の全重量の0.1重量%～5重量%の蛋白質ゲル化剤を含む請求項18に記載の組成物。

【請求項 20】

前記蛋白質ゲル化剤が、ゼラチンである請求項19に記載の組成物。

【請求項 21】

キサンタンガム、ポリアクリル酸塩、疎水性に改変されたポリアクリル酸塩、および、それらの混合物からなるグループから選択され、かつ組成物の全重量の0.1重量%～5重量%の量のゲル化剤をさらに含む請求項1に記載の組成物。

【請求項 22】

植物油、花油、鉱油、シリコーン油、石油由来油、炭化水素、および、それらの混合物からなるグループから選択される油小滴をさらに含む請求項1に記載の組成物。

【請求項 23】

スメクタイト粘土、無機酸化物、および、それらの混合物からなるグループから選択され、かつ組成物の全重量の1重量%～65重量%の量の粒子材料と、リグノスルホン酸塩、リグニン、フミン酸塩、タンニン酸塩、それらの誘導体、および、それらの混合物からなるグループから選択され、かつ組成物の全重量の0.05重量%～60重量%の量のポリフェノールの天然高分子を含む請求項1に記載の組成物。

【請求項 24】

前記ポリフェノールの天然高分子が、リグノスルホン酸塩；クラフトリグニン；スルホン化されたクラフトリグニン；オキシリグニン；スルホン化されたオキシリグニン；フミン酸塩；スルホン化されたフミン酸塩；タンニン酸塩；スルホン化されたタンニン酸塩；アクリル酸塩、アクリル酸、アクリルアミド、スチレンスルホン酸塩およびナフタリンスルホン酸塩からなるグループから選択されるモノマーで共重合されたリグノスルホン酸塩；アゾリグノスルホン酸塩；アゾリグニン；リグノスルホン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；リグニンホルムアルデヒド濃縮液；フミン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；タンニン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；疎水性に改変されたリグノスルホン酸塩；疎水性に改変されたリグニン；疎水性に改変されたフミン酸塩；疎水性に改変されたタンニン酸塩；陽イオンに改変されたリグノスルホン酸塩；陽イオンに改変されたリグニン；陽イオンに改変されたフミン酸塩；陽イオンに改変されたタンニン酸塩；アミノリグノスルホン酸塩；アミノリグニン；アミノフミン酸塩；アルキル化されたリグノスルホン酸塩；アルキル化されたリグニン；アルキル化されたフミン酸塩；架橋されたリグノスルホン酸塩；架橋されたリグニン、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項23に記載の組成物。

【請求項 25】

前記スメクタイト粘土が、ベントナイト、モンモリロナイト、サボナイト、ヘクトライト、ビデライト、ステペンサイト、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項23に記載の組成物。

10

20

30

40

50

【請求項 26】

前記粒子材料が、 TiO_2 、 ZnO 、および、それらの混合物からなるグループから選択される無機金属酸化物に基づく日焼け止め活性化合物を含む請求項 23 に記載の組成物。

【請求項 27】

前記粒子材料が、少なくともその一部が剥離したスメクタイト粘土を含む請求項 23 に記載の組成物。

【請求項 28】

日焼け止め活性化合物をさらに含み、かつ油中水形乳濁液、水中油形乳濁液、および水性ゲルからなるグループから選択される形態である請求項 1 に記載の組成物。

10

【請求項 29】

前記日焼け止め活性化合物が、オクチルメトキシシナメート、ホモサレート、オクトクリレン、オクチルサリチル酸塩、メチルベンジリデンカンフル、フェニルベンズイマイダゾールスルホン酸、エチルヘキシルトリアゾン、オキシベンゾン、メチルアントラニル酸塩、アボベンゾン、および、それらの混合物からなるグループから選択され、前記無機酸化物が、酸化亜鉛、二酸化チタン、および、それらの混合物からなるグループから選択され、および、前記親水性液体が、水、グリセロール、プロピレングリコール、イソプロパノール、エタノール、ポリエチレングリコール、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項 28 に記載の組成物。

【請求項 30】

20

スキンケアクリーム、スキンケアローション、日焼け止め用薬学的調製品、シャンプー、ヘアコンディショナー、頭髮着色剤、ヘアスタイリング助剤、リキッドメ-キャップ、ファンデーション、ひげ剃り用クリーム、ひげ剃り用クリームローション、局所用薬剤、発汗抑制剤、および、それらの混合物からなるグループから選択される用途に供される請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 31】

請求項 1 に記載の組成物の製造方法であって、以下のプロセス(A)～(D)、すなわち；
(A) 溶液にポリフェノールの天然高分子を含有する親水性液体において無機酸化物および／またはスメクタイト粘土のスラリーを調製する；

(B) 当該ポリフェノールの天然高分子、当該無機酸化物および当該スメクタイト粘土の混合物を調製する；

30

(C) 当該スメクタイト粘土と当該ポリフェノールの天然高分子との混合物を調製する；および

(D) 当該無機酸化物と当該ポリフェノールの天然高分子、すなわち、その重量平均分子量が、5,000～100,000であるポリフェノールの天然高分子との混合物を調製する、

プロセスからなるグループから選択されたいずれかのプロセスを含む、ことを特徴とする請求項 1 に記載の組成物の製造方法。

【請求項 32】

前記組成物が、コロイダルシリカ、ラポナイト、アルミナ、油小滴、顔料、ラテックスポリマー、および、それらの混合物からなるグループから選択される粒子材料をさらに含む請求項 31 に記載の製造方法。

40

【請求項 33】

前記粒子材料の固体成分が、スメクタイト粘土および／または無機酸化物を含む請求項 32 に記載の製造方法。

【請求項 34】

前記粒子材料が、その 1 重量%～100 重量%のスメクタイト粘土と、残余の無機酸化物または無機酸化物の混合物を含む請求項 33 に記載の製造方法。

【請求項 35】

前記粒子材料が、その 1 重量%～99 重量%のスメクタイト粘土と、残余の無機酸化物

50

または無機酸化物の混合物を含む請求項 3 4 に記載の製造方法。

【請求項 3 6】

前記粒子材料が、その 1 0 重量%～9 0 重量%のスメクタイト粘土と、残余の無機酸化物または無機酸化物の混合物を含む請求項 3 5 に記載の製造方法。

【請求項 3 7】

前記粒子材料が、 TiO_2 、 ZnO 、および、それらの混合物からなるグループから選択される無機金属酸化物に基づく日焼け止め活性化合物を含む請求項 3 2 に記載の製造方法。

【請求項 3 8】

前記スメクタイト粘土が、ベントナイト、モンモリロナイト、サボナイト、ヘクトライト、ビデライト、ステベンサイト、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項 3 1 に記載の製造方法。

10

【請求項 3 9】

前記組成物が、植物油、花油、鉱油、シリコン油、石油由来油、炭化水素、および、それらの混合物からなるグループから選択される油小滴をさらに含む請求項 3 1 に記載の製造方法。

【請求項 4 0】

前記組成物が、スラリーの形態で、かつ前記親水性液体が、水のみ、または、グリセロール、プロピレングリコール、イソプロパノール、エタノール、ポリエチレングリコール、および、それらの混合物からなるグループから選択される親水性有機溶媒と水との混合物である請求項 3 1 に記載の製造方法。

20

【請求項 4 1】

前記粒子材料の量が、組成物の全重量の 1 重量%～9 5 重量%である請求項 3 2 に記載の製造方法。

【請求項 4 2】

前記粒子材料の量が、組成物の全重量の 1 0 重量%～6 5 重量%である請求項 4 1 に記載の製造方法。

【請求項 4 3】

前記ポリフェノールの天然高分子の量が、組成物に含まれる粒子材料の重量の 0 . 0 5 重量%～3 0 0 重量%である請求項 3 1 に記載の製造方法。

30

【請求項 4 4】

前記ポリフェノールの天然高分子の量が、組成物に含まれる粒子材料の重量の 5 重量%～1 0 0 重量%である請求項 4 3 に記載の製造方法。

【請求項 4 5】

前記ポリフェノールの天然高分子の量が、組成物に含まれる粒子材料の重量の 1 0 重量%～6 0 重量%である請求項 4 4 に記載の製造方法。

【請求項 4 6】

前記組成物が、皮膚刺激性の付与を回避するために、乳化を促す界面活性剤を用いずに製造されている請求項 3 1 に記載の製造方法。

【請求項 4 7】

前記組成物が、ゼラチン、大豆蛋白質、小麦蛋白質、カゼイン、および、それらの混合物からなるグループから選択される蛋白質をさらに含む請求項 3 1 に記載の製造方法。

40

【請求項 4 8】

前記組成物が、その全重量の 0 . 1 重量%～5 重量%の蛋白質ゲル化剤を含む請求項 4 7 に記載の製造方法。

【請求項 4 9】

前記蛋白質ゲル化剤が、ゼラチンである請求項 4 8 に記載の製造方法。

【請求項 5 0】

前記組成物が、キサンタンガム、ポリアクリル酸塩、疎水性に改変されたポリアクリル酸塩、および、それらの混合物からなるグループから選択され、かつ組成物の全重量の 0

50

. 1 重量%～5 重量%の量のゲル化剤をさらに含む請求項 4 7 に記載の製造方法。

【請求項 5 1】

前記組成物が、乳化された油小滴を含み、かつ、前記ポリフェノールの天然高分子が、凝集と結合に対して乳化された油小滴を乳化および安定させる請求項 3 1 に記載の製造方法。

【請求項 5 2】

前記ポリフェノールの天然高分子が、粒子材料を添加される前に、親水性液体に溶解されて前記ポリフェノールの天然高分子の溶液を形成する請求項 3 1 に記載の製造方法。

【請求項 5 3】

前記ポリフェノールの天然高分子溶液および前記粒子材料が、ポリフェノールの天然高分子を含む親水性液体内の粒子材料を均一に分散させるために混合される請求項 5 2 に記載の製造方法。

【請求項 5 4】

以下の工程、すなわち；

(1) 天然高分子の溶液を形成するために、水、親水性有機溶媒、および、それらの混合物からなるグループから選択される親水性液体にポリフェノールの天然高分子を溶解し；

(2) ポリフェノールの天然高分子溶液にて粒子材料を均一に分散するために、当該ポリフェノールの天然高分子の溶液に、スメクタイト粘土、無機酸化物、および、それらの混合物からなるグループから選択された粒子材料を添加して、十分に混合し、および、

(3) 工程(2)で得られた材料を剪断して、粘土小板の表面に前記ポリフェノールの天然高分子が吸着されている安定なゲル、すなわち、当該粒子材料の全重量の 0.05 重量%～300 重量%の量の前記ポリフェノールの天然高分子を含むゲルを形成する、

工程を含む、請求項 3 1 に記載の製造方法。

【請求項 5 5】

前記粒子材料が、スメクタイト粘土を含み、前記剪断工程が、前記スメクタイト粘土の少なくとも一部の剥離を招くに十分な時間をかけて行い、および、前記ポリフェノールの天然高分子は、安定なゲルを形成するために粘土小板の表面に吸着される請求項 5 4 に記載の製造方法。

【請求項 5 6】

前記粒子材料が、その 0 重量%～100 重量%のスメクタイト粘土と、残余の無機酸化物または無機酸化物の混合物を含む請求項 5 4 に記載の製造方法。

【請求項 5 7】

前記粒子材料が、その 1 重量%～99 重量%のスメクタイト粘土と、残余の無機酸化物または無機酸化物の混合物を含む請求項 5 6 に記載の製造方法。

【請求項 5 8】

前記粒子材料が、その 10 重量%～90 重量%のスメクタイト粘土と、残余の無機酸化物または無機酸化物の混合物を含む請求項 5 7 に記載の製造方法。

【請求項 5 9】

前記親水性液体が、水のみ、または、グリセロール、プロピレングリコール、イソプロパノール、エタノール、ポリエチレングリコール、および、それらの混合物からなるグループから選択される親水性有機溶媒と水との混合物であり、かつ、水の濃度が、親水性有機溶媒の濃度より大きい請求項 5 4 に記載の製造方法。

【請求項 6 0】

前記スメクタイト粘土が、ベントナイト、モンモリロナイト、サポナイト、ヘクトライト、ビデライト、ステベンサイト、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項 5 5 に記載の製造方法。

【請求項 6 1】

前記粒子材料が、 TiO_2 、 ZnO 、および、それらの混合物からなるグループから選択される無機金属酸化物に基づく日焼け止め活性化合物を含む請求項 5 4 に記載の製造方

10

20

30

40

50

法。

【請求項 6 2】

前記ポリフェノールの天然高分子が、リグノスルホン酸塩、リグニン、フミン酸塩、タンニン酸塩、それらの誘導体、および、それらの混合物からなるグループから選択されるポリマーである請求項 5 4 に記載の製造方法。

【請求項 6 3】

前記ポリフェノールの天然高分子が、リグノスルホン酸塩；クラフトリグニン；スルホン化されたクラフトリグニン；オキシリグニン；スルホン化されたオキシリグニン；フミン酸塩；スルホン化されたフミン酸塩；タンニン酸塩；スルホン化されたタンニン酸塩；アクリル酸塩、アクリル酸、アクリルアミド、スチレンスルホン酸塩およびナフタリンスルホン酸塩からなるグループから選択されるモノマーで共重合されたリグノスルホン酸塩；アゾリグノスルホン酸塩；アゾリグニン；リグノスルホン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；リグニンホルムアルデヒド濃縮液；フミン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；タンニン酸塩ホルムアルデヒド濃縮液；疎水性に改変されたリグノスルホン酸塩；疎水性に改変されたリグニン；疎水性に改変されたフミン酸塩；疎水性に改変されたタンニン酸塩；陽イオンに改変されたリグノスルホン酸塩；陽イオンに改変されたリグニン；陽イオンに改変されたフミン酸塩；陽イオンに改変されたタンニン酸塩；アミノリグノスルホン酸塩；アミノリグニン；アミノフミン酸塩；アルキル化されたリグノスルホン酸塩；アルキル化されたリグニン；アルキル化されたフミン酸塩；架橋されたリグノスルホン酸塩；架橋されたリグニン；および、それらの混合物からなるグループから選択されるポリマーである請求項 6 2 に記載の製造方法。

【請求項 6 4】

前記ポリフェノールの天然高分子の重量平均分子量が、5,000～10,000である請求項 5 4 に記載の製造方法。

【請求項 6 5】

前記ポリフェノールの天然高分子の重量平均分子量が、5,000～100,000である請求項 5 4 に記載の製造方法。

【請求項 6 6】

親水性有機溶媒でゲルを希釈して、親水性有機溶媒と水との重量比率を1：1～6：1に調整する工程をさらに含む請求項 5 4 に記載の製造方法。

【請求項 6 7】

化粧品、パーソナルケア製品または薬学的調製品において、以下のいずれか一つの機能、すなわち；

(i) 水、親水性有機溶媒、および、それらの混合物からなるグループから選択される親水性液体の粘度を増大させる機能；

(ii) 水、親水性有機溶媒、および、それらの混合物からなるグループから選択される親水性液体での乳状化および凝集に対して油小滴を乳化および安定させる機能；および、

(iii) 酸化防止剤としての機能、

のいずれか一つの機能を引き出す方法であって、請求項 1 に記載の組成物を、化粧品、パーソナルケア製品または薬学的調製品に添加することを含む、ことを特徴とする方法。

【請求項 6 8】

皮膚または頭髮の性質、すなわち、感覚、外観、紫外線保護、および、それらの組合せからなるグループから選択される性質を増強する方法であって、請求項 1 に記載の組成物を、皮膚または頭髮に塗布する工程を含む、ことを特徴とする方法。

【請求項 6 9】

有機質または無機質紫外線フィルタ材料、親水性液体、および、スメクタイト粘土、粒状紫外線フィルタ材料、およびスメクタイト粘土と粒状紫外線フィルタ材料との組み合わせからなるグループから選択される粒子材料を含有する日焼け止め剤の日焼け保護機能(SPF)を増大する方法であって、当該日焼け止め剤の粒子材料の重量の0.05重量%～300重量%の量のポリフェノールの天然高分子を、当該日焼け止め剤に添加する工程を

含む、ことを特徴とする方法。

【請求項 70】

前記有機質紫外線フィルタ材料が、オクチルメトキシシナメート、ホモサレート、オクトクリレン、オクチルサリチル酸塩、メチルベンジリデンカンフル、フェニルベンズイマイダゾールスルホン酸、エチルヘキシルトリアゾン、オキシベンゾン、メチルアントラニル酸塩、アボベンゾン、および、それらの混合物からなるグループから選択され、前記無機質紫外線フィルタ材料が、酸化亜鉛、二酸化チタン、および、それらの混合物からなるグループから選択され、および、前記親水性液体が、水、グリセロール、プロピレングリコール、イソプロパノール、エタノール、ポリエチレングリコール、および、それらの混合物からなるグループから選択される請求項 69 に記載の方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(参照される関連適用)

この適用は、2001年2月5日にファイルされた60/266596番、及び、2001年9月13日にファイルされた60/318979番の優先権の適用の35 U. S. C. § 119 (e) の下で利益を要求する。

【0002】

本発明は、パーソナルケア及び化粧品薬品のための多機能粒子添加剤に関し、並びに、製造方法に関する。より好ましくは、下記のことに関する。

20

【0003】

i) パーソナルケア及び化粧品薬品中の組成として添加されたとき、同時に次の目的の1つ以上に役立つことができる添加剤組成物； i) 紫外線(UVR)フィルタとして使用される日焼け止め活性の効能を改善する、 i i) 水、グリコール、グリセリン及びアルコールのような親水性の溶媒又はこれらの溶媒の混合物を増粘する、 i i i) 水中油型(O/W)乳濁液中の油小滴を乳化させ安定させる、及び、 i v) 酸化防止剤としての機能する；

i i) スメクタイト粘土のような粒子に基づいた増粘剤/ゲル化剤、及び/又は、二酸化チタン又は酸化亜鉛のような粒子に基づいたUVフィルタ、及び、これらの粒子材料のためのある種類の分散剤又は表面処理剤からなる添加剤；

30

i i i) ヒドロキシル、フェノール、カルボニル及びカルボキシ基のような水素結合を形成している群と同様に、フェノール、カテコール及び他の芳香族の群のような分極化可能な官能基を含んでいる、天然高分子に基づいた表面処理剤(様々な粒子の表面上でこれらの巨大分子の吸着を後に可能にする)；

i v) O/W乳濁液中の油小滴を乳化させ安定させることができる多機能添加剤中に含まれ、その結果、多機能添加剤がO/W乳濁液に基づいた化粧品薬品中の組成として使用されるとき、ポリマー分子は、乳化剤/安定剤の役割をする、上述した型の天然高分子に基づいた表面処理剤；

v) 懸濁液中で上記粒子材料の粒子の濃度を増加させるために、及び/又は、そのような懸濁された粒子(化粧品の分散中でこれらの粒子の物質の増粘、又は、UVフィルタリング性能を促進する又は保存する)のコロイドの安定性(凝析に対する安定性)を与えるために分散剤又は表面処理剤として上記天然高分子の使用；

40

v i) 有機の日焼け止め活性の有効性を増強し、また、これらのUVフィルタを含んでいる日焼け止め製品の、日焼け保護機能(SPF、UVフィルタの効能の基準)を増加させることができる添加剤；

v i i) 添加剤は酸化防止剤の機能を有することによって、多機能添加剤中の組成として天然高分子に基づいた表面処理剤の使用(本質的にポリフェノールである)；

v i i i) スメクタイト粘土のような天然の増粘剤、及び、二酸化チタン及び酸化亜鉛のような天然の粒子のUVフィルタと結合して使用される天然高分子である、多機能添加剤中の組成としての表面処理剤の使用(化粧品中の天然の成分の使用のために消費者需要

50

に提供される) ;

i X) 単一の添加剤、したがって薬品の製造で容易な提供及びコストの削減 によって、セクション i) にリストされた様々な機能的な特性 (パーソナルケア及び化粧品の薬品において有用である) を有する方法 ;

X) スメクタイト粘土のような粒子材料を表面処理し、したがってゲル水溶液中の粒子を生産する i n - s i t u 方法 (粒子の増粘剤の機能が 1 つ以上の親水性の溶媒中で実現されることを可能にする)。

【0004】

本発明の添加剤組成物が使用されてもよい、パーソナルケア及び化粧品の製品の例は、スキンケアクリーム、ローション、顔のクリーム、及び、日焼け止め剤 ; シャンプー、コンディショナー、着色剤及びヘアスタイリング助剤のようなヘアケア製品 ; リキッドメーキャップ、ファンデーション、ひげ剃り用クリーム及びローションを含んでいてもよい。添加剤も、有害な UV 放射線から皮膚の増強された保護から利益を得ることができる、外用薬剤の薬品中で使用されることができる。上記パーソナルケア、化粧品及び薬剤の製品は、水中油型乳濁液又は油中水型乳濁液の形態、又は、ゲルであることができる。

【背景技術】

【0005】

I. 粒子に基づいた増粘剤

スメクタイト粘土は、粘土学の小板と参照される個々で平面のシリケート層の積層として生じる、無機の粒子材料の分類である。スメクタイト粘土の例は、モンモリロナイト、ベントナイト、ビデライト、ヘクトライト、サポナイト、及び、ステペンサイトを含んでいる。

【0006】

これらの粘土は、水溶液組成物、特に、水中油型 (O/W) 乳濁液で有名な粒子のゲル化剤又は増粘剤である。基本的に、粒子のゲルの構成は、懸濁された媒体を固体して動けなくするネットワーク構造を形成する、懸濁されたコロイド粒子の発現である。個々の小板又は少数で凝集された小板 (tactoids) の積層が、それらの近隣の小板で会合される粒子間に従事するとき、粘土に基づいたゲルが形成されてもよい。これらの粒子対粒子が利用可能な合計体積の全体にわたって伸びて構成されるならば、連続的であるゲル (それ自体の内に懸濁された媒体を固定して、粒子構造で会合される) は、形成される。そのような会合された粒子間は、液体中で懸濁された粒子間に一般に作用する、引力と斥力との間の相互作用によって管理される。流動分野での平面の粘土粒子の配向による流体力学の結果は、さらに、粘土懸濁液の流体力学の特性に寄与してもよい。

【0007】

明白に、粒子のゲルの強さは、ゲルの与えられる体積中の粒子間の会合の数に依存し、懸濁された粒子の濃度が高くなればなるほど、ゲルは強くなることを暗示する。さらに、斥力の相互作用を超えて引力の相互作用の支配 (粒子間の分離距離の減少につれて増加する見込み) は、懸濁された粒子が隣接物を会合することを必要とする。面が平行な配置に整列しないとき、2 つの隣接した小板の間の分離距離はそれらの長さに沿って変わるので、粒子の濃度の増加は、それらの分離距離 (平面の粒子には特に劇的になりうる効果) を減少する傾向がある。それにもかかわらず、隣接した粘土小板間のあまりにも強い引力は、一旦そのような凝析が面对面の会合によって生じれば、粒子濃度を最小限にして、強い会合又は凝析にそれらを引き起してもよい。実際、積層の中で粘土小板を一緒に保持しておくのはこれらの引力である。

【0008】

上述したものを考えれば、粘土に基づいたゲルを作ることのキーは、剪断下で葉状になる (薄層に分かれる又は解膠する) ために、より少数の積み重ねられた小板がある、個々の小板又は tactoids として多くの小板を遊離しながら (その後、粒子ネットワークを形成することができる)、粘土小板に充分な相互小板斥力があることを保証することである。他方、多量のネットワーク構造を形成するために、薄層に分けられた小板間のネット相互作用

用(引力及び斥力の合計)は、面对面の会合によってそれらの隣接物と凝析で引き起こさずに隣接した小板に''結合''(引きつけられた)を保持することができることに違いない。したがって、薄層に分けられた小板は、懸濁されている媒体の介在する層(可能な限り厚い)によって周囲の小板から分離されている一方、隣接した小板を有する相互作用の自由エネルギー中の比較的深い最小であるとき、ゲルネットワークは、形成されてもよい。それらの隣接物から物理的に分離されたとはいえ、個々の小板は、最小の自由エネルギーで閉じ込められて、連続的な粒子ネットワークを有効に生産し、したがって厚くなる又はゲル化し、もはや自由に独立して移動することができない。また、粘土に基づいたゲルが形成される他の方法は、粘土小板が粘土学で記載されている所謂''カードーハウス''構造を形成して、端対面の会合により凝結することである。

10

【0009】

上述した現象の結果のように、粘土に基づいたゲルの形成は、粘土表面の改変等によって相互小板の力の調和を要求する。複合技術に加えて、これらの引力及び斥力は、懸濁している媒体の特性に応じて変化してもよい。この証拠は、グリコール、グリセリン及びアルコールのような親水性の有機溶媒中より純水中で粘土に基づいたゲルがより容易に形成することで理解される。

【0010】

水及び／又は1つ以上の親水性の溶媒(特に、パーソナルケア及び化粧品の製品の生産で使用される溶媒)中で粒子材料の増粘効果を達成する方法で、粒子の増粘剤／ゲル化剤(好ましくはスメクタイト粘土)の表面を改変することは本発明の目的である。そのような粘土表面改良の根本的な目的は、強い面对面の集合に対する粘土小板を安定させることであり、その結果、薄層に分けられた小板の懸濁された状態が長時間で保存されてもよい。

20

【0011】

I I. 粒子日焼け止め剤

それらが、UVRを吸収することができると同様に、まき散らすことができるので、二酸化チタン(TiO_2)及び酸化亜鉛(ZnO)のような酸化金属は、紫外線(UVR)フィルタとして役立つことができる。明白に、UVRをまき散らす及び／又は吸収する粒子の濃度が高いほど、これらの粒子の日焼け止め剤によって得られるUV保護のレベルは高くなる。したがって、高度に解膠された状態は、懸濁された酸化金属の粒子が、粒子のUVRフィルタとして最も有効に実行することを必要とする。有効な凝集又は解膠のために十分な粒子間の斥力作用で懸濁された酸化金属の粒子を提供することができる分散剤(表面処理剤)の使用は、粒子のUVRフィルタの材料の素晴らしく分離された状態(高レベルのUV保護)を保証することができる。

30

【0012】

したがって、本発明の目的は、水に基づく及び／又は親水性の有機溶媒に基づいた化粧品薬品(1つ以上の粒子のUVRフィルタの材料を高度に解膠された粒子の形状で含んでいる)のための粒子に基づいた添加剤を生産することである。化粧品の製品中の天然の成分の使用で消費者需要を満たすために、分散剤(表面処理剤)、特に非ゴム、非糊、天然高分子の使用により分散状態に到達され保存されている。上述した添加剤が、1つ以上の粒子のUVRフィルタに加えて、さらに1つ以上の水膨潤剤(増粘剤として層にされたシリケート)を含んでいるので、他の目的は、添加剤(それは層にされたシリケート及び粒子のUVRフィルタの材料の両方のために分散剤として役立つことができる)に天然高分子を含んでいることである。

40

【0013】

しかしながら、粘土小板に対する分散剤の強分散する効果は、スメクタイト粘土分散剤中で増粘又はゲル化に反対する傾向があってもよい。したがって、本発明の重大な目的は、粘土小板によって増粘又はゲル化を強く妨害せずに、粘土小板の葉状を容易にし、また、面对面の凝析に対して同じことを安定させる間、UVRフィルタの粒子を有効に解膠することができる分散剤又は表面処理剤として天然高分子を識別し使用することにある。ポ

50

リフェノールの化合物は、酸化防止剤、多くの化粧品及びパーソナルケアの製品の生産において高度に望ましい機能的な成分として役立つ能力で知られている。ここに記載された粒子に基づいた添加剤が、酸化防止剤の機能性を有することを保証するために、本発明の本質的な目的は、添加剤の粒子の組成のための分散剤として天然高分子(ポリフェノールである)を使用することである。

【0014】

III. 乳化剤

化粧品の製品の大多数は乳濁液であり、ほとんど水中油型乳濁液及びいくつかは油中水型乳濁液である。乳化剤は、安定した形態でこれらの乳濁液を作るために使用され、その結果、懸濁された油小滴が長時間、凝集及び結合(より大きな油小滴を形成するための2つ以上の小滴の融合又は集合)に対して安定している。先行技術は、油水界面で吸着することにより、ラテックス、頁岩、粘土及び他の固体粒子の素晴らしく分割された固体粒子が、乳化された油小滴を安定させることができることを教える。増粘剤は、堆積作用に対する乳濁液小滴を安定させるために乳濁液に加えられる(O/W乳濁液のためにクリーム状になることとして知られている方法)。

【0015】

さらに、本発明の目的は、記載された多機能添加剤の粒子成分のために1つ以上の天然高分子に基づいた表面処理剤を使用することであり、パーソナルケア及び化粧品の組成中の乳化剤として表面処理剤はさらに役立つことができる。考えられる限り、高分子、添加剤の粒子の組成、スメクタイト粘土、及び/又は、酸化金属に基づいたUVRフィルタによって表面処理剤は、油水界面でコロイドの固体として吸着することによって、乳濁液安定化の方へそれらが現実に参加してもよい形態で与えられてもよい。

【0016】

IV. 有機の日焼け止め剤

オクチルメトキシシナメート、ホモサレート、オクトクリレン、オクチルサリチル酸、オキシベンゾン、メチルベンジリデンカンフル、フェニルベンズイマイダゾールスルホン酸、エチルヘキシルトリアゾン、メチルアントラニル酸塩、及び、アボベンゾンのような紫外線吸収有機体は、UVR保護機能性を有する化粧品の組成に一般に乳化される油状の物質である。ヨーロッパ特許出願EPO619999は、二酸化チタン、酸化亜鉛及び酸化鉄のような粒子の無機の酸化物が、有機の日焼け止め剤と結合して使用されるとき、SPFで共同作用を見つけることができることを明らかにする。EPO619999で、無機の粒子のための平均一次(単一又は完全に解膠された)粒子サイズは、0.2ミクロン未満である。さらに、好ましい具体例によれば、酸化物粒子は、有機の日焼け止め剤を含んでいる化粧品の組成に、ポリアクリレート又はそれらの誘導体のような分散剤の存在下で無機の酸化物をミルにかけることにより準備された分散水溶液の形態をして組み入れられる。

【0017】

それにもかかわらず、本発明の過程の間に、有機の日焼け止め剤の薬品の増加されたSPFは、たとえ薬品が比較的高濃度で二酸化チタン(TiO_2)を含む粒子の材料を含んでいたとしても、すべての場合に達成されることができなかったことがわかった。しかしながら、使用された TiO_2 材料は、0.2ミクロン未満の平均一次粒子サイズを有するEPO619999に規定した TiO_2 の粒子ではなく、0.3ミクロンの平均一次の粒子サイズ及び1ミクロンの最大の粒子サイズを有する顔料グレードの材料であったと仮定される。0.1-0.2ミクロン未満の平均一次粒子サイズを有する、無機の酸化物及びシリケートのような粒子材料を得ることは、高価なミル技術又は分離技術を要求する。したがって、添加剤の粒子の組成のための平均一次粒子サイズが、0.2ミクロンより大きいときにさえ、有機の日焼け止め剤のSPFを増強することができる化粧品及びパーソナルケアの製品のための粒子に基づいた添加剤を生産することができることは本発明の目的である。そのような添加剤では、好ましくは粒子の組成が、無機のUVRフィルタを含む無機の酸化物だけでなく、スメクタイト粘土も全く含んでいない、その結果、添加剤は、化粧品及び

パーソナルケアの製品の生産で使用する親水性の溶媒の増粘化又はゲル化を有してもよい。さらに、以前に記載されるように、本発明の本質的な目的は、ここに記載された多機能添加剤の粒子の組成が、天然高分子で表面処理され、また、ポリフェノールの天然高分子で、本発明の充分な利点に達成しなければならないことであり、その結果、添加剤が酸化防止剤の機能性を有してもよい。いくつかの天然高分子(カルボキシメチルセルロース及びキサンタンガム)が、E P O 6 1 9 9 9 9で記載され、天然高分子が、酸化防止剤として機能することを可能にするどんな分子、構造の特徴又は組成(例えば、フェノールグループ)も存在しない。さらに、これらの高分子は、粒子の材料の解膠剤又は分散剤のように一般にあまり有効でない。これらの高分子は、したがって、本発明の様々な目的に一致する、粒子に基づいた添加剤を生産するのに適していると考えることができなかった。

10

【0018】

V. 表面処理剤

高分子と界面活性剤とは、粒子間の斥力を有する特性を含む様々な特性を達成するために粒子表面を改変することに、しばしば使用される。高分子が、粒子表面範囲の50%以上を被覆するのに十分な量で、粒子表面上で吸着されたとき、コロイド学で''立体反発''と呼ばれるものにより粒子が一般に相互に互いに反発することができることは知られていた。これらの高分子がイオンのとき、表面上のそれらの吸着は、表面がイオンのチャージ類を運ぶので、表面に電氣的なチャージを与える(被覆された表面間の静電気的反発作用に次に結びつく)。

【0019】

20

伝統的に、粘土小板は、イオン交換(例えば、米国特許番号5075033、5164433、5358562、5407477、及び、5634969に記載されている)によって粘土表面で吸着することができる、第四級界面活性剤でそれら进行处理することによって''有機粘土''として先行技術の中で知られているものを生産するために改変された。線形の合成高分子の吸着による粘土の改変も先行技術の中で達成された(例えば、米国特許5721306番参照)。

【0020】

増粘剤として使用する粘土の表面を改変するために、非イオン性ポリマー(例えば、ポリビニルアルコール)又は高分子電解質(イオン性ポリマー)のいずれかを使用するとき、分子量、分子構造又は形状、及び、高分子のチャージ密度は、重要な考察である。高分子分子量、線形の高分子(例えば、ポリビニルアルコール、ポリアクリレート、ポリスチレンスルホン酸塩)の大規模な空間の拡張は、増粘化に反対する長距離の立体の斥力に結びついてもよい。さらに、分散した粒子の表面上で吸着されたとき、高いチャージ密度を有する高分子電解質(例えば、ポリアクリレート)は、粒子間の強い静電気の斥力を生産してもよい(増粘化に再び好都合でなくてもよい)。さらに、高いチャージ密度を有する高分子電解質は、広範囲のイオン強度上に、強く、長距離の立体の斥力を支援する、柔軟な、コイル状の構成を維持することができてもよく、それにより、追加された電解質が増粘化のために必要になる粒子間の会合を引き起こすことを難しくする。例えば、さらに、比較的高いチャージ密度を有するアニオン性高分子電解質は、アニオン性の表面のチャージを既に有している粒子からの強い斥力を有してもよく、したがって、アニオン性の表面処理剤が、チャージ類を運ぶ粒子表面上に吸着することが不可能であってもよい。さらに、より高いチャージ密度を有している高分子電解質は、より高い''疎水性''を有し、したがって、乳濁液中の油小滴の表面のような疎水性の表面へのより低い類似性を有する。

30

40

【0021】

したがって、本発明の別の目的は、化粧品の組成(高分子の表面処理剤の使用に関連した、上述された複合を回避する)のために記載された多機能添加剤中に含まれている粒子材料のために分散剤として特別の巨大分子を使用することである。関連する目的は、乳化剤/安定化剤の機能性を有することができる巨大分子の表面処理剤を識別し使用することである。

【0022】

50

それは、増粘剤／ゲル化剤として役立つだけでなく、UV保護の増強、酸化防止剤機能性、湿潤剤、減少された皮膚刺激性、及び、'天然高分子'のような消費者保護に関連する値のような1つ以上の追加の特徴を提供する、多機能添加剤を有する化粧品の商品に有益である。

さらに、本発明の目的は、したがって、上述した利点の1つ以上を提供することができる本発明の添加剤中に含まれている粒子の表面の処理に巨大分子の試薬を選び使用することである。

【0023】

VI. 表面処理剤として天然高分子

リグニン、リグノスルホン酸塩、フミン酸塩及びタンニン酸塩のような天然アニオン性高分子は、親水性及び疎水性である様々な粒子表面で吸着し、懸濁液又は乳濁液で、これらの粒子のために、分散剤、解膠剤、又は、乳化剤／安定化剤として役立つ。これらのアニオン性高分子（本質的にポリフェノール）は、フェノール、ヒドロキシル、カルボキシル及びカルボニル基のような水素結合を生ずる群と同様に、フェノール、カテコール、及びその他の芳香族の群のような分極化可能な群（好意のファンデルワールスの相互作用である吸着）を含む様々な官能基を有している。それらの分子量は、約2000～約200000以上まで変化してもよい。それらの官能基及び構造の特性のために、これらの巨大分子は、カルシウム、アルミニウム及びマグネシウムのような多価のカチオン性を有する表面の複合同様に、水素結合、ファンデルワールス、静電気、及び、疎水性の相互作用のようなメカニズムによって様々な基板上に付随することができる。ポリフェノールは、酸化防止剤として役立つと予想される。

【0024】

リグニン及びリグノスルホン酸塩は、高分子量、アニオン性高分子と見なされるけれど、それらの構成は、それらが高度に架橋される線形の高分子、及び、球状であるとしれば記載される分子の形状を有するネットワーク・ポリマーとかなり異なる。表面又は界面上で吸着されるとき、それらは静電気と立体の斥力によって凝析に対する懸濁された粒子を安定させることができる。しかしながら、それらの近い球形のために、それらが提供する立体の斥力の空間の範囲は、線形で高分子量の高分子で見つけられるほど長くない。

【0025】

フミン酸塩高分子は、電解質がある状態でコイルから小球への変形（吸着された巨大分子によって注入された立体の斥力の空間の範囲を減少する効力）をすると知られている。そのような変形が生じる電解質濃度が、フミン酸塩のそれより本質的に高いアニオンのチャージ密度を有して、ポリアクリレートのような合成高分子電解質、ポリスチレンスルホン酸塩、又は、ポリナフタレンスルホン酸よりフミン酸塩にとって低いと予想されてもよい。フミン酸塩では、フェノラート及びカルボン酸塩の群のようなアニオンの群が、高分子のすべてのモノマー繰り返し単位で対立するものとして、第1に芳香環からなって、それらの分子構造で希薄に分配されることは注目される。本発明の1つの重要な具体例にしたがって、フミン酸塩高分子は、適用された剪断下で、それらの個々の小板へ、及び／又は、小板(tactoids)の薄い積層へスメクタイト粘土の解膠(葉状になる)を促進する。一旦、多くの懸濁された小板及び／又はtactoidsが利用可能になれば、それが隣接の薄層に分けられた小板間のそのような会合(小板間の強い面対面の会合を回避して、スラリーの増粘化を生産する)を引き起こすところで、電解質は投薬で加えられる。適切な電解質は、例えば、塩化ナトリウム及び塩化カリウムである。

【0026】

分散剤、乳化剤／安定化剤、及び、表面処理剤としてのリグニン、リグノスルホン酸塩、フミン酸塩及びタンニン酸塩の使用は、多数の産業適用に関して先行技術で示されている。これらは、調整される流体、油井セメント、有機及び無機の粒子を含んでいる染料及びペイント、コンクリート、石膏、セラミックス及びレンガ、紙サイジング、ワックス、調整される流体、アスファルト乳濁液、結合及び練炭助剤、及び、浮選試薬を含んでいる。本発明に関連する研究では、リグノスルホン酸塩、リグニン、及び、フミン酸塩から選

扱された天然高分子が、化粧品、薬品中で使用される粒子のゲル化剤(例えば、スメクタイト粘土)及び粒子のUVRFILTA材料のための分散剤として評価された。酸化防止剤として役立つことができる、ポリフェノールの天然の表面処理剤は、増粘すること、SPF増強、及び、乳化剤/安定化剤を含んでいるパーソナルケア及び化粧品の組成に予期しない組合せの特性を提供する手段になることが本発明で見つけられた。

【0027】

VII. 多機能添加剤の製造方法

先行技術では、表面処理された粘土が基本的に以下のとおりである2つの方法を使用して作られた。第1の方法では、表面処理試薬が、粘土スラリー水溶液に加えられ、また、得られた混合物は、試薬が粘土表面で「反応」(例えば、イオン交換)に許可される、与えられた期間の間、攪拌される。反応の終了の後、スラリーはろ過され、また、フィルタ・ケーキは、処理済の粘土を生産するために乾燥され、砕かれた。第2の方法では、押し出された材料を乾燥し、砕いた後に続けて、粘土が表面処理試薬と共に押し出される。明白に、これらの方法で、乾燥し砕くようないくつかの高価な単為操作は要求される。さらに、粘土小板の適切な葉状にすること又は他の共存する粒子の良好な分散を要求する機能的な特性(例えば、増粘すること)を理解するために、上記プロセスによってつくられた粒子に基づいた製品は、高い剪断力の混合プロセスを使用して、パーソナルケア又は化粧品の薬品に組み入れられなければならない。本発明の製造する方法の一例の重要な特徴は、1つ以上の上述した高価なプロセスステップを回避し、かつ、パーソナルケア、化粧品、及び、薬剤の薬品に添加剤を組み入れる際に、単純性及び容易さを有する方法及び形態でパーソナルケア又は化粧品の薬品のために表面処理された粒子に基づいた添加剤を生産することである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0028】

本発明は、化粧品、パーソナルケア及び外用薬剤の薬品、並びに、それらの添加剤に向けられる。より好ましくは、前記添加剤は、無機及び/又は有機の日焼け止め剤を含んでいるこれらの薬品のSPF(日焼け保護機能)を改良し、及び、薬品へ少なくとも一つの以下の付加的な機能の利益を提供する、有効な量の多機能添加剤組成物を含んでいる化粧品、パーソナルケア及び外用薬剤の薬品(これらの薬品に組成物として添加される)に関する。

【0029】

(i) 水、グリコール、グリセリン、アルコール又はこれらの溶媒の混合物のような親水性の溶媒を増粘させること；

(ii) 乳化/安定化；及び、

(iii) 酸化防止。

【0030】

本発明の好ましい実施例に従って、上記にリストされた機能的な特性の1つ以上を要求する化粧品、及び、パーソナルケア組成物は、本発明の多機能添加剤組成物を使用して製造されることができる。そのような添加剤は、好ましくは、スメクタイト粘土、コロイダルシリカ、ラポナイト及び/又はアルミナのような1つ以上の粒子に基づいた増粘剤を含んでおり、より好ましくは、1つ以上のスメクタイト粘土を含んでいる。本発明の1つの重要な実施例によれば、増粘剤粒子は、1つ以上の粒子のUVRFILTA(例えば、二酸化チタン、酸化亜鉛又はSUNSPERE(International Specialty Chemicals, ISPから利用可能))のような粒子で共分散され、特に好ましくは、酸化金属のような天然粒子日焼け止め剤で共分散される。多機能添加剤組成物の他の重要な組成物は、リグノスルホン酸塩、リグニン、フミン酸塩、タンニン酸塩及びそれらの誘導体のようなポリフェノールの天然高分子類から選択される上記粒子材料の分散剤又は表面処理剤である。さらに、これらの組成物は、任意に以下の組成物の1つ以上を含んでいる：電解質、消泡剤、湿潤剤、化粧品用皮膚軟化剤、予防薬、漂白剤、及び、その他同種のもの。

【0031】

粒子に基づいた増粘剤及びUVRFフィルタ材料が、グリコール、グリセリン及び／又はアルコールのような1つ以上の親水性の有機溶剤を含んでいてもよい、水溶液媒体で分散される場合、ヒドロゲルは、記載された多機能添加剤で特に好ましい形態である。本質的な組成物に関して、ヒドロゲルが、さらに、ヒドロゲルに含まれている粒子材料の良好な分散及びコロイドの安定性を保証するために、リグノスルホン酸塩、リグニン及びフミン酸塩のようなポリフェノールの天然高分子の群から選択される、1つ以上の分散剤又は表面処理剤を含んでいる。過剰な剪断力を要求せずに、いくつかの付加的な機能的な成分(例えば、有機の日焼け止め剤)も含んでいる化粧品の薬品へ容易に組成物が混合されることができるので、ヒドロゲル形態が好まれる。任意の高剪断設備、例えば、ホモジナイザー、コロイドミル、他の型のバッチ又は整列高剪断ミキサーは、ヒドロゲルを生産するために使用される。二者択一で、本発明の組成物は、パウダー形態で生産されてもよく、増粘剤及び／又はUVRFフィルタ材料の粒子表面は、天然高分子で、予め処理され、かつ、表面処理され、その後、例えば、液体重量で10%以下に乾燥される。また、本発明の組成物を製造する他の方法は、粒子に基づいた増粘剤及び／又は粒子のUVRFフィルタ、及び、上記天然高分子に基づいた分散剤は、親水性溶媒で分散されているような粒子材料を含む化粧品の薬品の組成物として個々に添加されてもよい。

【0032】

本発明の多機能添加剤をつくる好ましい方法によれば、スラリーに基づいた添加剤濃度の形態(例えば、ヒドロゲル)で、スメクタイト粘土及び粒子のUVRFフィルタ(TiO_2 又は ZnO)の混合物は、粘土及び粒子のUVRFフィルタの乾燥全重量に基づいて約0.05-300%の範囲で投薬で分散剤を含んでいる、天然高分子(例えば、リグノスルホン酸塩)の水溶液に添加され、そして、より好ましくは、粒子材料の乾燥重量に基づいて約5-50%であり、特に好ましくは、粒子材料の乾燥重量に基づいて約10-30%である。添加された粘土及び粒子のUVRFフィルタ材料の量は、スラリーの全重量に基づいて、約1-65重量%の範囲に好ましくはある。粘土- TiO_2 の混合物で粘土及び TiO_2 の重量比率は、1:1~9:1の範囲にあり、又は、ある場合に TiO_2 は使用されず、又は、他の場合で粘土が添加されない。天然高分子の分散剤の溶液が、攪拌下で維持されている一方、粘土- TiO_2 混合物は、漸増的に添加される。全量の粒子の混合物が、天然高分子の溶液に添加された後、生じるスラリーが均質な組織になるまで、混合は継続される、つまり、粘土の塊をなくす。その後、スラリーは、圧力ホモジナイザー、コロイドミル、又は、他のそのような装置のような高剪断力/衝突装置に供給される。高剪断力/衝突装置を通過するとすぐに、スラリーは、マスタゲルと呼ばれる高粘性の、ゲル状の材料へ変化する。任意に、スラリーは、1回以上の高剪断力/衝突装置を通過されてもよく、好ましくは、2、3回通過されてもよい。

【0033】

マスタゲルをつくる特に好ましい方法は、以下の連続するステップを含んでいる：i) 粒子のUVRFフィルタ(TiO_2 又は ZnO)は、天然高分子(例えば、リグノスルホン酸塩)の水溶液に添加される；ii) 生じるスラリーは、約5-10分間、高剪断力/衝突装置(例えば、回転子-固定子ミキサー)で均質化される；iii) かいミキサー又は同種のものを使用して、スラリーが低剪断力の攪拌下で維持されている一方、スメクタイト粘土は、UVRFフィルタの均質化されたスラリーに漸増的に添加される；及びiv) 生じる混合物は、供給され、そして、1~3回、高剪断力/衝突装置(例えば、圧力ホモジナイザー、コロイドミル)を通して通過される。分散剤水溶液は、投薬で粒子材料の乾燥全重量に基づいて約0.05-300%の範囲で分散剤を含んでおり、より好ましくは、粒子材料の乾燥重量に基づいて約5-50%であり、特に好ましくは粒子材料の乾燥重量に基づいて約10-30%である。添加された粘土及び粒子のUVRFフィルタ材料の量は、スラリーの全重量に基づいて約1-65重量%の範囲に好ましくはある。

【0034】

マスタゲルは、化粧品の製品の準備前又は準備期間に、ミキサーを使用して、望まれる親水性の溶媒で続けて希釈される。好ましい具体例で、天然高分子(例えば、リグノスル

10

20

30

40

50

ホン酸塩／リグニン／フミン酸塩）水溶液の全重量に基づいて、少なくとも約 8 重量 % の水含量（好ましくは約 10 重量 % ～約 30 重量 %）は、1 つ以上のこれらの天然高分子が、グリコール、グリセリン及び／又はアルコールのような主に親水性の有機溶媒を含んでいる溶媒に完全に溶けるように供給されることになってもよい。

【0035】

グリコール及び水の主にグリコールを含んでいる混合物でマスタゲルを製造する試みがなされたとき、天然高分子（例えば、リグノスルホン酸塩）の分散効果は十分に実現されることができなかったことが知られていた。例えば、スラリーの全重量に基づいて、20 % の粘土含量は、75 : 25 のエチレングリコール－水混合物中に 24150 cps (@ 20 rpm) のブルックフィールド粘度を有しているマスタゲルをつくるために要求された。この発見は、パーソナルケア及び化粧品の薬品で使用される親水性の有機溶媒のために、粘土を有効な増粘剤としてみなす、上述した「マスタゲル水溶液」に本発明を導いた。

10

【0036】

ここに使用されるように、本発明の組成物に成分として含まれて、有機溶媒（例えば、水、親水性の有機溶媒及びそれらの混合物）に溶解しない固体又は液体の粒子として利用可能である限り、用語「粒子」は、任意の有機又は無機材料を表す。粒子は、さらに、親水性の溶媒で分散又は乳化された固体又は液体の粒子の形態で上記組成物に含まれている限り、任意の有機又は無機材料を表す。粒子サイズ分布を有する限り、増粘剤又は UV R フィルタのいずれかである、任意の粒子材料は、本発明に従って有用であり、その結果、粒子の少なくとも 90 % が 30 ミクロン以下のサイズを有している。好ましくは、粒子の吸着性／吸収性の材料の粒子の少なくとも 90 % は、サイズ (< 1 ミクロン) でコロイドである。

20

【0037】

マスタゲル水溶液に含まれている天然高分子に基づいて分散剤又は表面処理剤は、非ゴム及び非セルロースの天然高分子であるが、マスタゲルは、蛋白質及びポリアクリル酸塩と同様に、ゴム及びセルロースを含んでいる、増大することができる階層状のシリケートに加えて、1 つ以上の付加的な増粘剤を含んでいてもよい。そのようなゲル化剤の量は、マスタゲルの重量の約 0.1 – 5 % と変化してもよい。さらに、マスタゲルは、マスタゲルの重量の最大量の約 50 % で乳濁液小滴として分散されている機能的な油を含んでいてもよい。化粧品の製品に機能的な利点を提供するような油は、含まれているが、シリコン油、並びに、野菜、植物あるいは花油に制限されていない。

30

【0038】

塩類として、任意のリグノスルホン酸塩、クラフトリグニン、スルホン化されたクラフトリグニン、オキシリグニン、スルホン化されたオキシリグニン、フミン酸塩、スルホン化されたフミン酸塩、タンニン酸塩、及び／又は、スルホン化されたタンニン酸塩は、天然高分子分散剤又は表面処理剤として使用される。リグノスルホン酸塩及びリグニンのために、硬材及び軟材の両方のリグノスルホン酸塩／リグニンは、使用されてもよい。ここに使用されるように、「クラフトリグニン」及び「リグノスルホン酸塩」は、正常な含蓄を有し、それぞれ、典型的にはアルカリのパルプ液から回収された物質、また、典型的には亜硫酸塩のパルププロセスから回収された物質を表す。他方で、フミン酸塩は、フミン酸高分子の水溶性塩類を表す。特に好ましい分散剤は、ナトリウム塩類として、限外ろ過された、又は、そうでなければあまくしたリグノスルホン酸塩、オキシリグニン、オキシリグニンスルホン酸塩、並びに、フミン酸塩を含んでいる。好ましい分散剤の分子量は、5000 – 100000 の範囲にある。ここに記載された添加剤を製造するために、好ましいリグノスルホン酸塩及びフミン酸塩の製品の例は、Ultrazine NAC、Vanisperse A、Maracell XC-2 (Borregaard LignoTech、BLT からのリグノスルホン酸ナトリウム)、Borresol HA-2 (BLT からのフミン酸カリウム、しかし、塩基交換後にナトリウム形態で使用される)、及び、Enersol SC (American Colloid Company からリグノスルホン酸ナトリウム) を含んでいる。

40

【0039】

50

本発明の多機能添加剤組成物をつくることにおいて有用である上記天然高分子の誘導体は、以下を含んでいる。

- ・酸化された(例えば、空気、オゾン及び／又は過酸化水素を使用して)リグノスルホン酸塩又は酸化されたリグニン；
- ・アクリル酸塩、アクリルアミド、スチレンスルホン酸塩及びナフタレン誘導体と、リグノスルホン酸塩の、又は、リグニンの共重合体；
- ・アゾリグノスルホン酸塩、及び、アゾリグニン；
- ・リグノスルホン酸塩の、リグニンの、フミン酸塩の、又は、タンニン酸塩のホルムアルデヒド凝縮液；
- ・疎水性に改変されたリグノスルホン酸塩、リグニン、フミン酸塩又はタンニン酸塩；
- ・陽イオンに改変されたリグノスルホン酸塩、リグニン、フミン酸塩又はタンニン酸塩；
- ・アミノリグノスルホン酸塩、又は、アミノリグニン；及び
- ・アルキル化された及び／又は架橋されたリグノスルホン酸塩、又は、アルキル化された及び／又は架橋されたリグニン。

10

【0040】

親水性の溶媒は、任意の親水性の有機溶媒、水及び混合物からなる群から選択されてもよい。好ましい親水性の溶媒は、アルコール、グリコール、ポリグリコール、グリセリン及びその他同種のもののような水酸基又はポリ水酸基の機能を有している。アルコールは、線形又は分岐した一水酸基のアルコール又は多価アルコールである。

【0041】

20

マスタゲル(又は、添加剤濃度)組成物に含まれている様々な重要な成分の範囲(マスタゲルの全重量に基づいた)は、表1で与えられる。しかしながら、本発明の1つの実施例によれば、添加剤濃度は、常に1つ以上の粒子材料を含んでいることがわかる。化粧品の商品への編入のためのマスタゲル組成物の好ましい投薬範囲は、商品の重量に基づいて、0.5-100重量%である。しかしながら、本発明の重要な実施例によれば、化粧品及びパーソナルケア商品は、商品の組成物として、表1にリストされた重要な成分を加えることにより個々に製造される。本発明のそのような組成物のために、成分の各々の投薬が、表1及び上記好ましいマスタゲル投薬で示されるようなマスタゲル組成物の多くの成分に基づいて計算されたパーセントである。

【0042】

30

【表 1】

重要な成分の機能	好ましい重要な成分	マスタゲルの重量に基づいた重量割合
増粘剤	スメクタイト粘土	0 - 65%
粒子の UVR フィルタ	TiO ₂ 及び ZnO	0 - 65%
天然高分子分散剤	リグノスルホン酸塩、 リグニン、フミン酸塩	0.05 - 60%
分散媒体	ゼラチン、ゴム、 ポリアクリル酸塩	35 - 90%
増粘補強剤	水、 親水性の有機溶媒	0 - 5%
機能性油	野菜及び植物油、 シリコーン油、 有機の日焼け止め剤	0 - 40%

本発明を明白に例示するために、以下のデータは示される。以下の実施例及びデータは、発明の例として含まれており、発明の範囲を限定して解釈されない。

【実施例 1】

【0043】

この実施例は、ポリアクリル酸塩のような線形の高分子と比較して、リグノスルホン酸塩及びフミン酸塩に基づいた分散剤／表面処理剤が、スメクタイト粘土分散液で達成される高レベルの増粘を許可し、一方、強い凝析に対するこれらの分散液の安定性を改善していることを示す。

【0044】

より低い粘性が、より大きな程度まで解膠される粒子を有する、より安定した分散液を示すために、濃縮分散液のコロイドの安定性は、粘性から評価されてもよい。したがって、粘性が時間につれて急速に増加するならば、スラリーは低いコロイドの安定性を有することに特徴づけられてもよい。電解質の添加は、添加された電解質がそのような粒子のための凝析を促進してもよいことを暗示して、それらの表面に電気的なチャージのようなものを有する懸濁された粒子間の静電気の斥力を減少する傾向がある。上述のことを考えれば、粘土分散液の安定性試験は、ブルックフィールド粘度を使用して、それらの粘性を測定することにより実行された。これは、分散剤の存在下及び非存在下で電解質の安定性の評価のための試験を含んでいた。

【0045】

ナトリウムベントナイト(American Colloid Company, ACCからのPolargel NF)の17グラムのサンプルは、183グラムの水、与えられた量の分散剤、そして、いくつかの場合に、ある量の電解質、塩化ナトリウム(NaCl)及び消泡剤を含んでいる分散剤溶液に添加された。生じたスラリーは、合計4分の混合時間、「高い」速度(22000rpm)でウェ

アリング混合機中で均質化された。その後、スラリーは、プラスチックカップに移され、真空下で脱ガスされた。そのスラリーのブルックフィールド粘度は、脱ガスした完成時から測定された様々なときに記録された。これらのスラリー粘性試験の結果は、分散剤が試験で使用されなかったことを示す「コントロール」試験とともに表 2 で示される。脱ガスは、コントロール試験のために実行されなかった、また、スラリー粘性の測定用の期間は均質化の完成時間から数えられる。

【 0 0 4 6 】

【表 2】

試験 #	分散剤	分散剤投薬、 粘土に対 する%	時間、 hr.	ブルックフィールド粘度	
				10 rpm	20 rpm
塩無添加					
1	コントロール	0	0.25 72		3,760 7,000
2	Vanisperse A (リグノスルホン 酸ナトリウム)	10	0.25 192 336		2,700 3,800 3,400
3	Borresol HA-2 (フミン酸 ナトリウム)	10	0.25 192 336		1,000 2,700 3,000
4	ポリアクリル酸塩 Mw = 8,000 (ナトリウム塩)	10	0.25 192 336		250 400 400
0.2 g の NaCl 添加					
5	コントロール	0	0.25 96		14,200 15,800
6	Vanisperse A	10	0.25 96 336	6,200 7,000	2,600 3,300 3,700
7	Borresol HA-2	10	0.25 96 336	2,800 3,200	900 1,800 2,300
8	ポリアクリル酸塩 Mw = 8,000	10	0.25 96 336	400 600	150 300 500

【表 2 - 1】

試験 #	分散剤	分散剤投薬、 粘土に対 する%	時間、 hr.	ブルックフィールド粘度	
				10 rpm	20 rpm
9	ポリアクリル酸塩 Mw = 32,000	10	0.25		500
			96	1,200	700
			336	1,200	700
10	Borresol HA-2	30	0.25		500
			192	2,200	1,200
			336	2,400	1,400
11	Vanisperse A	30	0.25		2,000
			192	5,400	3,000
			336	5,600	3,000
12	ポリアクリル酸塩 Mw = 8,000	30	0.25		500
			192	1,200	700
			336	1,200	800
1. 5 g の NaCl 添加					
13	コントロール	0	0.25		16,400
			192	35,200	18,000
			336	33,000	17,500
14	Vanisperse A	10	0.25		2,700
			192	5,800	3,600
			336	6,000	3,700
15	ポリアクリル酸塩 Mw = 8,000	10	0.25		250
			192	2,000	1,400
			336	2,000	1,700

【実施例 2】

【0048】

この実施例は、二酸化チタン(TiO_2)用の有効な分散剤 (又は解膠剤)として、リグノスルホン酸塩に基づいた分散剤/表面処理剤(スメクタイト粘土分散液のコロイドの安定性を改善することができる)が、さらに役立つことができ、その結果、単一の分散剤が、粘土及び TiO_2 の両方を含んでいる分散液の安定性を増強するために使用される。

【0049】

顔料グレードの TiO_2 (Whittallier, Clark, & Daniels社から得られた)の65グラムのサンプルは、ウェアリング混合機で、与えられた量の分散剤を含んでいる分散剤溶液に添加された。使用される TiO_2 は、アナターゼ型 TiO_2 の水晶構造を有している。この顔料グレードの TiO_2 材料について、平均一次粒子サイズが、0.3ミクロンであり、また、業者によ

って指定されるように、最大粒子サイズは、1 ミクロンである。すべての場合に、分散剤溶液は、120 グラムの脱イオン化された水、及び、0.7 グラムのNaClを含み、ある場合には、それが、さらに消泡剤を含んでいた。スラリーは、4 分間均質化されて、続けて、それがプラスチックカップに移された。そのスラリー粘性は、均質化の完成時間から20 分後に測定された。これらのスラリー粘性試験の結果は、表3で示される。

【0050】

【表3】

試験 #	分散剤	分散剤投薬、 TiO ₂ に 対する%	スラリー pH	ブルックフ ィールド粘度 10 rpm
1	コントロール	0	7.5	5,500
2	Vanisperse A	10	7.2	950
3	Vanisperse A	15	7.4	700
4	Vanisperse A	20	7.5	500
5	Vanisperse A	25	7.5	300
6	Vanisperse A	30	7.5	300
7	コントロール ポリアクリル酸塩 (Sokalan PA 30CL, BASF 社製) Mw = 8,000	10	7.3	3,100
8	ポリアクリル酸塩	20	7.3	2,650
9	ポリアクリル酸塩	25	7.3	2,400

TiO₂にリグノスルホン酸塩の強い分散効果を示して、リグノスルホン酸塩 (Vanisperse A) を含んでいたとき、TiO₂のスラリー水溶液で著しく低い粘性に到達した。他方では、それはスメクタイト粘土用の良好な分散剤であると分かった(実施例1参照)けれども、ポリアクリル酸塩は、TiO₂を分散させる際に、Vanisperse Aを満たさなかった。

【実施例3】

【0051】

この実施例は、マスタゲル水溶液を製造すること、及び、プロピレングリコール水混合物で続いてそれを希薄することが、混合溶媒中で粘土の増粘機能を達成する、より有効な方法であることを例示する。

【0052】

試験(それらの結果は表4に表される)のために使用された方法は、下述される。ナトリウムリグノスルホン酸塩(Wanin S, Mol. 重量=54000)の既知の重量(粘土の重量に基づいて5%)は、ウェアリング混合機中の与えられた量のプロピレングリコール水混合物で溶解された。続いて、測定された量のナトリウムベントナイト(Polargel NF)は、分散剤溶液に添加された。スラリーは、最初の30秒間、「低い」速度(18000rpm)で混合機で均質化され、その後、合計10分の混合時間の残りの間、「高い」速度(22000rpm)で均質化された。その後、スラリーは、ブルックフィールド粘度測定用の

プラスチックカップに移された。スラリー粘性は、10分(試験1～5)、及び、均質化の完成後15分(試験5及び6)で測定された。表4で、グレード1～3が、グレード3である最も大きな量の離液とともに、離液の範囲(一晚静置後)を示す。

【0053】

【表4】

試験 #	% 粘土	% プロピレン グリコール	% 水	ブルックフィ ールド粘度 @20rpm、 cps	離液
1	8.36	0	91.64	5,880	無
2	8.36	18.33	73.31	3,820	無
3	8.36	45.82	45.82	130	1
4	8.36	64.15	27.49	75	2
5	8.36	73.31	18.33	50	3
6	10	63	27	200	1
コントロール	10	63	27	460	3

乾燥した粘土がそのような溶剤中のリグノスルホン酸塩溶液に直接添加されるとき、プロピレングリコールを豊かにした溶媒中でリグノスルホン酸塩の分散する役割が完全に利用されることができないことは、表4で示された結果から明白である。

【0054】

対照的に、表5は、比較的低い粘土構成(試験1～4)へプロピレングリコール-水混合物で希釈されたときさえ、粘土分散剤としてナトリウムリグノスルホン酸塩(Ultrazine N AC, Mol. 重量=70000)を含んでいるマスタゲル水溶液が比較的高いスラリー粘性を産出することができることを示す。分散剤を含んでいないマスタゲルがプロピレングリコールで希釈されたとき、表は、さらにコントロール試験のための結果を含んでいる。未処理の粘土に対立するものとして、リグノスルホン酸塩処理の粘土の使用から著しく高いレベルの増粘を得ることができることは、試験5及びコントロール#1から明白である。

【0055】

表5で、分散剤の重量が、粘土の重量に基づいて10%である一方、様々なスラリー組成物の割合は、スラリーの全重量のパーセンテージとして表現される。

プロピレングリコール中のマスタゲルの希釈は、計量された望まれる量のプロピレングリコール及び水を含んでいた、もし必要ならば、ウェアリング混合機中で、グリコールに要求された量のマスタゲルを添加し、そして、次に、22000rpmに合計4分の混合時間、スラリーを均質化した。

【0056】

【表 5】

試験 #	% 粘土	% Prop. Glycol	% 水	時間、 Hr.	ブルックフィ ールド粘度 Cps		6-7 日の 静置後の 離液
					10 rpm	20 rpm	
1	2.3	82	15.4	1 24.72	2,560 3,190	1,520 1,962.5	僅かに識 別可－ 識別不可
2	2.3	78.2	19.3	1 23.72	2,080 2,580	1,250 1,600	僅かに識 別可－ 識別不可
3	2.3	68.4	29.1	1 24.72	975 1,420	615 880	僅かに識 別可－ 識別不可
4	4.3	67	28.4	1 24.88	4,410	2,400 2,925	僅かに識 別可－ 識別不可
5	6.4	50	42.9	2 27.88	8,980 9,600	4,950 5,110	僅かに識 別可－ 識別不可
コントロール 1	6.3	50	43.7	2 27.88	5,540 4,800	3,210 2,650	僅かに識 別可－ 識別不可
コントロール 2	2.3	82	15.7	1 23.72	2,350 3,130	1,412.5 1,930	僅かに識 別可－ 識別不可

【実施例 4】

【0057】

この実施例は、ラポナイト(Southern Clay Company 会社から得られた)(ナトリウムマグネシウムリチウムシリケートからなる合成階層状シリケート材料)のスラリー水溶液の粘性において、リグノスルホン酸塩及びフミン酸塩の効果を示す。

【0058】

ラポナイトの6グラムのサンプルは、192.76グラムの脱イオン化された水を含んでいる分散剤溶液に添加された。生じたスラリーは、最高速度(22000rpm)で5分間ウェアリング混合機中で均質化された。その後、スラリーは、プラスチック容器に移され、脱ガスされ、そして、粘性を測定された。表6は、様々な分散剤に対するスラリー粘性試験の結果を示す。

【0059】

【表 6】

試験 #	分散剤	分散剤投薬、 ラボナイト に対する%	時間、 hr.	ブルックフィールド粘度	
				10 rpm	20 rpm
1	コントロール	0	0.25	流動性 無	
2	Vanisperse A	20	0.25	20,000	13,200
3	Vanisperse A	30	0.25	9,600	8,200
4	Vanisperse A	60	0.25	3,400	1,700
5	Borresol-HA2 (フミン酸 ナトリウム)	20	0.25	13,600	7,000
6	Borresol-HA2 (フミン酸 ナトリウム)	60	0.25	8,800	4,400
7	ポリアクリル酸塩 Mw = 8,000	60	0.25	760	500

【実施例 5】

【0060】

この実施例は、化粧品の商品で添加剤として使用されることができるとヒドロゲル材料を製造する方法について記載される。

【0061】

イオン化された水の 694.44 g で、32.15 g の Vanisperse A (ナトリウムリグノスルホン酸塩)、8.07 g の Maracell XC-2 (ナトリウムリグノスルホン酸塩)、及び、16 g の Borresol HA-2 (ナトリウムフミン酸塩として) が産業混合機を使用して、溶解された。生じた分散剤溶液に、5.6 g の消泡剤 (Dow Corning 2210 antifoam) 及び 4.8 g のグリダント (glydant) (予防薬) が添加された。その後、160 g のナトリウムベントナイト (Polargel NF) 及び 107.2 g の TiO_2 (顔料グレード) の混合物は、分散剤溶液に添加された。生じたスラリーは、1800 rpm で 20 分の期間、産業混合機中で均質化された。均質化の完成時間から 0.25 時間後に測定されるように、製造されたゲルのブルックフィールド粘度は、72000 cps である。

【実施例 6】

【0062】

この実施例は、ここに示されたマスタゲル材料 (スメクタイト粘土に基づいたゲル化剤) は、日焼け止め薬品中で添加剤として使用されるとき、有機の日焼け止め剤 (オクチルメトキシシナメート) による日焼け保護機能 (SPF) が、増強されることを示す。日焼け止め乳濁液を準備する方法、及び、SPF の評価のために使用される乳濁液のいくつかの典型的な組成物は、表 6-1 及び 6-2 に与えられる。

【0063】

【表 6 - 1】

サンプル	相	成分	機能	重量%
乳濁液 #1	A	脱イオン水	親水性キャリア	32.36
	A	プロピレングリコール	湿潤剤	2.5
	A	Keltrol T (2%)	増粘剤	15.0
	A	粘土に基づいたゲル 化剤 (28.22% 固体)	増粘剤	21.44
	B	Lipomulse 165	乳化剤	2.0
	B	オクチルメトキ シシナメート	日焼け止め活性	7.5
	B	Lipowax D	乳化剤	4.0
	B	Finsolv TN	皮膚軟化剤	10.0
	B	DC 245 Fluid	皮膚軟化剤	5.0
	C	Glydant	予防剤	0.2

10

20

【 0 0 6 4 】

【表 6 - 2】

サンプル	相	成分	機能	重量%
乳濁液 #2	A	脱イオン水	親水性キャリア	51.8
	A	プロピレングリコール	湿潤剤	2.5
	A	Keltrol T (2%)	増粘剤	15.0
	A	TiO ₂	粒子の日焼け止め剤	2.0
	A	粘土に基づいたゲル化剤	増粘剤	0
	B	Lipomulse 165	乳化剤	2.0
	B	オクチルメトキシシシナメート (OMC)	有機の日焼け止め剤	7.5
	B	Lipowax D	乳化剤	4.0
	B	Finsolv TN	皮膚軟化剤	10.0
	B	DC 245 Fluid	皮膚軟化剤	5.0
	C	Glydant	予防剤	0.2

製造工程：

- ・ 75℃まで相 A を加熱する。
- ・ 75℃まで相 B を加熱する。
- ・ 相 A に相 B を加える。
- ・ 45℃まで冷却し、かつ、相 C を加える。
- ・ 3 分間、@ 5000 rpm で Silverson ホモジナイザーで均質化する。

【0065】

測定された生体外の SPF とこれらの乳濁液の UVA/UVB 比率と同様に、SPF の評価のために日焼け止め乳濁液(各々 7.5 重量%の OMC を含んでいる)を作ること使用される、粘土に基づいたゲル化剤の組成物は、表 7 で与えられる。表 7 で記載されるようなゲル # 1 は、上述された乳濁液 1 を作るのに使用された。SPF 測定は、与えられたエリア(適用割合 2 マイクロリットル/cm²)の基板(ビトロ-皮膚)に日焼け止め乳濁液のフィルムを注型されて、次に、290-400 nm の波長範囲でフィルムの UV 吸光度を測定することにより実行された。UV 吸光度を測定するのに使用される道具は、Labsphere UV アナライザーである。

【0066】

ゲル # 1 を作るのに使用される分散剤が、ナトリウムフミン酸塩及び精製されたナトリウムリグノスルホン酸塩を含んでいる一方、ゲル # 2 及び 3 を作るのに使用される分散剤が、精製された(限外ろ過及び沈殿によって)ナトリウムリグノスルホン酸塩であることがわかる。

【0067】

粘土に基づいたゲル化剤を含んでいる乳濁液のために得られたSPF値の、コントロール乳濁液(粘土に基づいたゲル化剤なし)との比較は、7.5%のOMC(w/w)を含んでいる日焼け止め乳濁液への粘土に基づいたゲル化剤の添加が、そのようなシステムのSPFを非常に増強することができることを示す。さらに、コントロール乳濁液は、ゲル#1、2、及び、3を含んでいた3つの乳濁液でのような同レベル(2%、w/w)にTiO₂を含んでいたが、それぞれ、コントロール乳濁液のSPFは、粘土に基づいたゲル化剤(gellant)を含んでいる乳濁液のものよりかなり低下した。日焼け止め乳濁液に成分としてこれらのゲル化剤を有している別の有益な効果は、UVA/UVB比率の増加である。

【0068】

本発明の粘土に基づいたゲル化剤がないだけでなく、7.5%(w/w)のOMCを含んでおり、及び、上記乳濁液を作るのに使用されるものに似ている成分を有する別のコントロール乳濁液のSPF及びUVA/UVB比率は、それぞれ、8.9と、0.21であった。コントロール乳濁液を含んでいるすべての乳濁液が、乳濁液の全重量に基づいて、0.3重量%のレベルで、増粘剤(単独で水を増粘することができる)として、キサントガム(Keltrol T)を含んでいたことがわかる。コントロール乳濁液に含まれているとともに、TiO₂とキサントガムのような天然高分子との組合せは、乳濁液を含んでいる有機の日焼け止め剤のSPFを増強しないことを示す。

【0069】

【表 7】

サンプル	合計固 体の重 量% *	水の 重量%	粘土の 重量%	TiO ₂ の 重量%	分散剤の 重量%	% (乳濁 液に基づ く固体に 対するゲ ル化剤投 薬)	SPF	UVA/ UVB
ゲル#1 **	28.22	70.87	13.98	9.34	4.9	6.05	36.5 +/- 4.4	0.63
ゲル#2	32.61	64.88	15.05	10.04	7.53	6.5	25.6 +/- 6.8	0.63
サンプル	合計固 体の重 量% *	水の 重量%	粘土の 重量%	TiO ₂ の 重量%	分散剤の 重量%	% (乳濁 液に基づ く固体に 対するゲ ル化剤投 薬)	SPF	UVA/ UVB
ゲル#3	48.51	49.57	14.39	9.61	24.51	10.1	29.7 +/- 2.7	0.6
コントロ ール ***							7.3 +/- 1.5	0.49

* 予防剤及び消泡剤を除外

** 上記乳濁液 # 1 に使用

*** 上記乳濁液 # 2

【実施例 7】

【0070】

この実施例は、表 7 で示されるゲル # 1 及びゲル # 3 に対応する乳濁液 (7.5 重量の OMC を含んでいる) のための生体内の SPF 試験結果を示す (実施例 6)。その試験は、皮膚タイプ I I 又は I I I を有する多数の対象者上で実行された。表 8 で示されたデータは、生体外と生体内との SPF 試験結果の間の接近した釣り合いを示す (生体外の結果に関しては、表 7、実施例 6 参照)。

【0071】

10

20

30

40

【表 8】

サンプル	対象者数	SPF
ゲル# 1 (表 7 参照)	4	27.5
ゲル# 3 (表 7 参照)	3	28.7

10

【実施例 8】

【0072】

この実施例は、添加剤及び有機の日焼け止め剤の投薬を変更するために、有機の日焼け止め剤のSPFを上昇させる際に、表7(実施例6)で示されるゲル#2に似ている組成物を有する粘土に基づいたゲル化剤の有効性を示す。

【0073】

20

実施例6に記載された乳濁液#1に似ている、有機の日焼け止め剤として実施例6のゲル#2及びOMCにおいて組成物に類似しているマスタゲルの部分を含んでいる乳濁液の2つのセットが準備された。第2のセットが7.5%のOMC(w/w)を含んでいた一方、乳濁液の第1のセットは2%のOMC(w/w)を含んでいた。表9は、実施例6に記載された方法ごとに測定されて、様々な乳濁液サンプルのSPFを示す。

【0074】

【表 9】

サンプル	乳濁液の重量 に対する OMC 投薬、%	乳濁液に基づいた 固体に対するゲル 化剤投薬、%	SPF	UVA/UVB
セット#1				
1	2	0	4.5 ± 0.9	0.19
2	2	1.625	7.1 ± 2.1	0.36
3	2	3.25	10.4 ± 1.2	0.47
4	2	6.5	17.4 ± 3.6	0.58
セット#2				
1	7.5	1.625	10.3 ± 0.9	0.4
2	7.5	3.25	13.4 ± 2.8	0.49
3	7.5	6.5	26.0 ± 3.9	0.57

30

40

50

【実施例 9】

【0075】

この実施例は、リキッドメーキャップ及び日々保湿薬品で、本発明の粘土に基づいたゲル化剤のSPF増強効果を示す。そのゲル化剤組成物は、コントロール(粘土に基づいたゲル化剤なし)及び試験サンプルのための薬品を後に続けて、表10で与えられる。

【0076】

【表10】

サンプル	粘土の 重量%	TiO ₂ の 重量%	分散剤の 重量% (リグノスルホン酸塩)	水の 重量%
ゲル#1	12.72	19.08	9.6	56.31
ゲル#2	6.93	34.63	3.48	53.25

10

【0077】

20

【表 10-1】

リキッドメーキャップ薬品

サンプル	相	成分	重量%
乳濁液 #1 (コントロール)	A	脱イオン水	44.85
	A	Tetrasodium EDTA	0.05
	A	M, P Diol	2.0
	A	Keltrol T (2%)	10.0
	A	粘土に基づいたゲル化剤 # 1	0
	B	Glycerin 96%	4.0
	B	脱イオン水	5.0
	B	トリエタノールアミン 99 %	0.5
	C	Arlacel 165	1.5
	C	Trivent DOS	7.0
	C	Uvinul MC-80	5.0
	C	Trivent PE-48	5.0
	C	Arlacel 20	2.5
	C	Cetearyl Alcohol	1.0
	C	ステアリン酸	2.0
	D	Mica MRP	2.0
	D	Microna Matte White	4.0
	D	Microna Matte Yellow	2.0
	D	Microna Matte Orange	0.2
	D	Microna Matte Red	0.2
	D	Microna Matte Black	0.2
	E	Germaben II	1.0

【表 10-2】

サンプル	相	成分	重量%
乳濁液 #2	A	脱イオン水	34.85
	A	Tetrasodium EDTA	0.05
	A	M, P Diol	2.0
	A	Keltrol T (2%)	10.0
	A	粘土に基づいたゲル化剤 # 1 (41.39%機能的な固体)	10.0
	B	Glycerin 96%	4.0
	B	脱イオン水	5.0
	B	トリエタノールアミン 9.9%	0.5
	C	Arlacel 165	1.5
	C	Trivent DOS	7.0
	C	Uvinul MC-80	5.0
	C	Trivent PE-48	5.0
	C	Arlacel 20	2.5
	C	Cetearyl Alcohol	1.0
	C	ステアリン酸	2.0
	D	Mica MRP	2.0
	D	Microna Matte White	4.0
	D	Microna Matte Yellow	2.0
	D	Microna Matte Orange	0.2
	D	Microna Matte Red	0.2
	D	Microna Matte Black	0.2
	E	Germaben II	1.0

製造工程：

- ・ 75℃で相 A を組合せる。
- ・ 相 B を加える。
- ・ 75℃まで相 C を加熱し、かつ、バッチを加える。
- ・ 相 D を組合せ、かつ、バッチを加える。
- ・ 40℃まで冷却し、かつ、相 E を加える。
- ・ 一定までプロペラタイプの攪拌機を使用して混合する。

【0079】

【表 10-3】

日々保湿薬品

サンプル	相	成分	重量%
乳濁液 #3 (コントロール)	A	脱イオン水	30.60
	A	Disodium EDTA	0.10
	A	M, P Diol	1.5
	A	Keltrol T (2%)	20.0
	A	Carbopol 980 (2%)	20.0
	A	粘土に基づいたゲル化剤 # 2	0
	B	DC 245	5.0
	B	Cetyl Alcohol	0.5
	B	Brij 721	1.5
	B	Finsolv TN	2.5
	B	Trivent OP	5.0
	B	Uvinul MC-80	7.5
	B	Serasynt SD	1.0
	B	DC 200-100	1.0
	B	ステアリン酸	1.5
	B	ビタミン A パルミチン酸	0.1
	B	ビタミン E 酢酸塩	0.2
	C	トリエタノールアミン	0.8
	D	芳香	0.2
	E	Germaben II	1.0

10

20

30

【表 10-4】

サンプル	相	成分	重量%
乳濁液 #4	A	脱イオン水	25.60
	A	Disodium EDTA	0.10
	A	M, P Diol	1.5
	A	Keltrol T (2%)	20.0
	A	Carbopol 980 (2%)	20.0
	A	粘土に基づいたゲル化剤 # 2	5.0
	B	DC 245	5.0
	B	Cetyl Alcohol	0.5
	B	Brij 721	1.5
	B	Finsolv TN	2.5
	B	Trivent OP	5.0
	B	Uvinul MC-80	7.5
	B	Serasynt SD	1.0
	B	DC 200-100	1.0
	B	ステアリン酸	1.5
	B	ビタミン A パルミチン酸	0.1
	B	ビタミン E 酢酸塩	0.2
	C	トリエタノールアミン	0.8
	D	芳香	0.2
	E	Germaben II	1.0

製造工程：

- ・ 75℃まで相 A を加熱する。
- ・ 75℃まで相 B を加熱する。
- ・ 相 A に相 B を加える。
- ・ 相 C を加える。
- ・ 45℃まで冷却し、かつ、残りの相を加える。
- ・ 大きなヘッドを有する、2 分間、@ 6000 rpm で Silverson ホモジナイザーで均質化する。

【0081】

表 10-1 ～ 表 10-4 に記載された乳濁液サンプルの SPF 及び UVA / UVB 比率は、表 11 で与えられる。

【0082】

【表 1 1】

サンプル	SPF	UVA/UVB 比率
乳濁液 #1	21.2 ± 1.7	0.44
乳濁液 #2	40.3 ± 3.3	0.58
乳濁液 #3	8.5 ± 0.6	0.28
乳濁液 #4	13.3 ± 2.4	0.48

10

【実施例 10】

【0083】

この実施例は、粘土に基づいたゲル化剤を製造するのに使用される分散剤が、添加剤の S P F 増強効果を実現するのに役立つことを例示する。

20

【0084】

粘土に基づいたゲル化剤を含んでいるそれらのいくつかを有する、様々な O/W 乳濁液は、S P F に関して試験された。成分では、これらの乳濁液が、これらの乳濁液のうちのいくつかの日焼け止め活性 (phenonip が予防薬として使用されたアボベンゾン) を含んでいた以外は、実施例 6 に記載されたものと同種である。さらに、アボベンゾンを含んでいる乳濁液 (表 1 2 の乳濁液 8) のうちの 1 つは、Lipomulse 165 及び Lipowax D のような乳化剤の添加を受け取らなかった。生体外の S P F 試験結果は、表 1 2 で示される。乳濁液 4、5、6 及び 8 は、乳濁液の水相中に粘土に基づいたゲル化剤の部分を組み入れることにより準備された。乳濁液 5、6 及び 8 を作るのに使用されてる本発明の粘土に基づいた

30

【0085】

【表 1 2】

乳濁液 #	重要な成分のための 組成物パラメーター	SPF	UVA/UVB 比率
1	6% 粘土	1.1 +/- 0.1	0.68
2	7.5% OMC	8.9 +/- 1.2	0.21
3	7.5% OMC + 2% TiO ₂	7.3 +/- 1.5	0.49
4	7.5% OMC + 2% TiO ₂ + 3% 粘土	7.8 +/- 1.0	0.53
5	7.5% OMC + 0.6% TiO ₂ + 5.88% 粘土 + 2.96% リグノスルホン酸塩	23.1 +/- 9.4	0.68
6	7.5% OMC + 2% TiO ₂ + 3% 粘土 + 1.5% リグノスルホン酸塩	25.6 +/- 6.8	0.63
7	7.5% OMC + 3% アボベンゾン	22.3 +/- 4.3	
8	7.5% OMC + 3% アゾベンゾン + 2% TiO ₂ + 3% 粘土 + 1.5% リグノスルホン酸塩	65.5 +/- 3.4	

表 1 2 からすると、両方の有機の日焼け止め活性 (OMC 及びアボベンゾン) は、スメクタイト粘土及び TiO₂ のような粒子材料と組合せてリグノスルホン酸塩を含んでいた日焼け止め乳濁液に、より有効にみられた。より著しく、リグノスルホン酸塩処理された粒子材料の存在下で有機の日焼け止め剤の機能を保護する UVR の明白な増強は、OMC システムよりアボベンゾンシステムにとって、より大きくみられた。乳化剤が乳濁液 8 に添加されなかったことをよびもどしてもよい。

【実施例 1 1】

【0086】

この実施例は、添加剤として、スメクタイト粘土、TiO₂ 及びリグノスルホン酸塩の組合せが、有機の日焼け止め剤を含んでいる乳濁液中の SPF 及び UVA/UVB 比率を、スメクタイト粘土、TiO₂ 及びポリアクリル酸塩の組合せより、非常に高くすることができることを示している。

【0087】

表 1 3 で示される組成物パラメーター (重要な成分に基づいて) で準備された日焼け止め乳濁液は、実施例 6 に記載された方法ごとに、SPF 試験された。SPF 試験の結果が、表 1 3 で与えられる。

【0088】

【表 1 3】

乳濁液 #	重要な成分のための 組成物パラメーター	SPF	UVA/UVB 比率
1	6.96% OMC(コントロール)	9.3 +/- 0.8	0.24
2	6.96% OMC + 1.98% 粘土 + 1.98% TiO ₂ + 0.65% ポリアクリル酸塩 (SOKALAN PA 30 CL)	16.0 +/- 2.0	0.45
3	6.96% OMC + 1.98% 粘土 + 1.98% TiO ₂ + 0.65% リグノスルホン酸塩 (Vanisperse A)	23.1 +/- 3.0	0.52

乳濁液の準備の方法は、下述される。10.27重量%のOMCを含んでいる系統乳濁液は、以下のセクションに記載される薬品及び工程によって準備された。ウェアリング混合機で、136.86グラムの系統乳濁液、与えられた量のスメクタイト粘土、TiO₂、分散剤（ポリアクリル酸塩又はリグノスルホン酸塩）、水、NaCl(固体として添加された)及びNaOH(15% w/w溶液として添加された)のような電解質、及び、消泡剤の混合物が均質化された。（マスタゲルの形態ではなく、分散剤と、粒子の成分が個々に添加されたことがみられる。）混合機は、3分間、最高速度(22000rpm)で操作された。添加された電解質の量は、乳濁液の全重量(201.9グラム)の約0.39%に相当する。コントロール乳濁液(乳濁液1)は、粘土、TiO₂、及び、分散剤を除いては、試験乳濁液ですべての成分を受け取った。

【0089】

【表 1 3 - 1】

系統乳濁液薬品

サンプル	相	成分	機能	重量%
系統	A	脱イオン水	親水性キャリア	35.62
乳濁液	A	プロピレングリコール	湿潤剤	3.42
	A	Keltrol T (2%)	増粘剤	20.55
	B	Lipomulse 165	乳化剤	2.74
	B	オクチルメトキシシナメート	有機の日焼け止め剤	10.27
	B	Lipowax D	乳化剤	5.48
	B	Finsolv TN	皮膚軟化剤	13.7
	B	DC 245 Fluid	皮膚軟化剤	5.0
	C	Phenonip	予防剤	1.37

製造工程：

- ・ 75℃まで相 A を加熱する。
- ・ 75℃まで相 B を加熱する。
- ・ 相 A に相 B を加える。
- ・ 45℃まで冷却し、かつ、相 C を加える。
- ・ 5 分間、@ 10000 rpm で Silverson ホモジナイザーで均質化する。

【実施例 1 2】

【0090】

この実施例は、1 つ以上の有機の日焼け止め剤を含んでいる日焼け止め乳濁液のためにさえ、ここに記載された粘土に基づいたゲル化剤の SPF 増強効果を達成されることができるとを示す。

【0091】

日焼け止め乳濁液は、粘土に基づいたゲル化剤の存在下及び非存在下で、測定された量の水、及び、オクチルサリチル酸塩のような別の有機の日焼け止め剤とともに、ウェアリング混合機(3 分間、22000 rpm に操作された、又は、乳濁液が一定にみえるまで)で、実施例 1 1 に記載されたもののような系統乳濁液(7.5%の OMC、w/w を含んでいた)の与えられた部分を均質化することにより準備された。これらの乳濁液は、ガラススライド上に取り付けられた Transpore テープ(メーカー: 3M 株式会社)の与えられたエリア(2 mg/cm² の適用割合で)に乳濁液のフィルムを注型され、かつ、次に、290-400 nm の波長範囲でフィルムの UV 吸光度を測定されることにより SPF 試験された。SPF 試験の結果は、乳濁液中の重要な成分用の組成物パラメーターに加えて、表 1 4 で示される。

【0092】

【表 1 4】

乳濁液 #	重要な成分のための 組成物パラメーター	SPF
1	6.32% OMC + 4.5% オクチルサリチル酸塩	13.3
2	6.32% OMC + 4.5% オクチルサリチル酸塩 + 1.34% 粘土 + 1.34% TiO ₂ + 0.27% リグノスルホン酸塩 (Vanisperse A)	20.9

10

【実施例 1 3】

【0093】

この実施例は、回転子－固定子ミキサー(ロスマキサー)を使用して、ゲル化剤が、リグノスルホン酸塩溶液でTiO₂をあらかじめ分散することによって準備され、低剪断力の攪拌下でTiO₂スラリーへスメクタイト粘土を続けて添加して、かつ、最後に実験室の押出機(ホーバート)を通して粘土－TiO₂混合物のスラリーを一度通過させている本発明の粘土に基づいたゲル化剤のSPF増強効果を示す。

20

【0094】

粘土に基づいたゲル化剤を含んでいる乳濁液は、ウェアリング混合機(4分間、2200 rpmに操作された)で、上述されるように準備された、測定された量の粘土に基づいたゲル化剤及び水(0.026 gの水酸化ナトリウムを投薬された)を有する実施例11に記載されたもののような系統乳濁液を均質化することにより準備された。実施例6に記載された方法ごとに、乳濁液はSPF試験され、また、結果は表15で与えられる。OMC含量が単にわずかに実施例の試験乳濁液中のそれより低くあったときに、粘土に基づいたゲル化剤のSPF増強効果を示すために、表15が、コントロール乳濁液(表13の乳濁液1、実施例11)のSPFを含んでいる。

30

【0095】

【表 1 5】

乳濁液 #	重要な成分のための 組成物パラメーター	SPF	UVA/UVB 比率
1	6.96% OMC (コントロール)	9.3 +/- 0.8	0.24
2	7% OMC + 2.95% 粘土 + 2.95% TiO ₂ + 0.59% リグノスルホン酸塩 (Vanisperse A Borregaard Ligno Tech 製)	31.3 +/- 5.2	0.55

40

【実施例 1 4】

50

【0096】

この実施例は、組成物(表16)、及び、 TiO_2 も含んでいない粘土に基づいたゲル化剤のSPF増強能力を示す。

【0097】

【表16】

粘土の重量%	分散剤の重量%	水の重量%
17.05	27.3	53.84

10

7%のOMCを含んでいる日焼け止め乳濁液のSPFは、実施例12に記載されたSPF試験方法ごとに12.5であるとわかった。そのような乳濁液組成物(つまり、7%のOMCを有する)へのリグノスルホン酸塩(Vanisperse A)と組合せるスメクタイト粘土の添加は、SPFを19.1に増加させた。乳濁液中の粘土及びリグノスルホン酸塩の量が、乳濁液の重量に基づいて、3%及び1.5%にそれぞれ相当する。

【実施例15】

【0098】

この実施例は、任意の乳化する界面活性剤の使用を要求しない一方、ここに記載された、粘土に基づいたゲル化剤を使用して、相当に安定した乳濁液を作ることができることを確認する。

20

【0099】

O/W乳濁液は、ウェアリング混合機で、36gの光鉱油、65.96gの脱イオン水、及び、98.04gの本発明の粘土に基づいたゲル化剤の混合物の均質化により準備された。上記混合物は、10分間、22000rpmで均質化され、続けて、0.5gの消泡剤(Dow Corning 2210 antifoam)、0.1gの TiO_2 、及び、15.4gのプロピレングリコールが、生じた乳濁液に添加された。乳濁液の22000rpmでの均質化は、さらに5分間継続され、続けて脱ガスされた。乳濁液は、10rpmで11250cpsのブルックフィールド粘度を有していた。約45日間、45℃でオープン中で静置された後、離液のサインを示さなかった。

30

【0100】

上記乳濁液を作るのに使用される粘土に基づいたゲル化剤は、表16-1に記載された組成物を有している。

【0101】

【表 16-1】

No.	成分	重量%
1	Clay-Polargel NF	10.18
2	TiO ₂	0.2
3	分散剤 (Ultrazine NAC, リグノスルホン酸ナトリウム)	20.3
4	塩化ナトリウム	0.76
5	プロピレンカーボネート	2.65
6	消泡剤	0.41
7	水	65.5

【実施例 16】

【0102】

この実施例は、組成物として本発明の粘土に基づいたゲル化剤が、相当量の水と混ざらない(脂肪親和性の強い)有機媒体(つまり、油)を含むことができることを示す。油を含んでいるマスタゲルサンプルを90日間静置させた後にさえ、油の視覚的な分離を見ることができないので、乳化された油を含んでいるゲル化剤は、油の組成物の分離に対して全く安定である。

【0103】

乳化された油を含んでいるマスタゲル(粘土に基づいたゲル化剤)サンプルを準備する際に、与えられた量のTiO₂は、リグノスルホン酸塩及びフミン酸塩の水溶液中で2つの水と混ざらない有機媒体(油)の与えられた部分で、4.5分間、均質化された。さらに12分間、乳化された油を含んでいるTiO₂スラリー中の測定された量のスメクタイト粘土の均質化によって、これは続けられた。均質化は、産業混合機(TiO₂及び油は、20000rpmでリグノスルホン酸塩-フミン酸塩溶液で均質化された)を使用して実行された。最大の40%の力の入力で混合機を操作している一方、TiO₂スラリー中の粘土の均質化は、16000rpmに相当する混合機速度で実行された。重要な組成物に基づいたマスタゲル組成物は、表17で与えられる。使用される油は、Finsolv TN(C₁₂₋₁₅のアルキル安息香酸塩)及びDowCorning 245 シリコーン流体である。

【0104】

【表 17】

粘土の 重量%	TiO ₂ の 重量%	リグノスル ホン酸塩の 重量%	フミン酸塩 の重量%	Finsolv TN の重量%	DC-245 Fluid の重量%	水の 重量%
4.96	33.06	4.63	0.33	8.82	4.41	42.35

10

上述したような発明の多くの修正及び変更は、思考及び範囲から外れずに、可能であり、したがって、そのような制限だけが追加されたクレームによって示される。

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	17/04 (2006.01)	A 6 1 Q 17/04
A 6 1 Q	19/00 (2006.01)	A 6 1 Q 19/00
A 6 1 K	9/10 (2006.01)	A 6 1 K 9/10
A 6 1 K	9/107 (2006.01)	A 6 1 K 9/107
A 6 1 K	47/02 (2006.01)	A 6 1 K 47/02
A 6 1 K	47/04 (2006.01)	A 6 1 K 47/04
A 6 1 K	47/32 (2006.01)	A 6 1 K 47/32
A 6 1 K	47/34 (2006.01)	A 6 1 K 47/34
A 6 1 K	47/36 (2006.01)	A 6 1 K 47/36
A 6 1 K	47/42 (2006.01)	A 6 1 K 47/42
A 6 1 K	47/44 (2006.01)	A 6 1 K 47/44
A 6 1 P	17/16 (2006.01)	A 6 1 P 17/16

- (72)発明者 スピンドラー, ラルフ
 アメリカ合衆国 6 0 0 6 7 イリノイ パラティン ブロックウェイ 1 5 5 エス.
 (72)発明者 ダーリントン, ジュニア ジェラルド ダブリュ.
 アメリカ合衆国 6 0 1 5 2 イリノイ マレンゴ ベス コート 2 0 6 1 3

審査官 岩下 直人

- (56)参考文献 特開平 1 0 - 0 8 7 4 6 9 (J P, A)
 特開平 1 1 - 2 9 2 7 8 4 (J P, A)
 特開平 1 1 - 1 8 8 2 5 3 (J P, A)
 特開 2 0 0 0 - 3 0 2 6 3 7 (J P, A)
 特開昭 6 1 - 0 8 7 6 0 9 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., D B名)

A61K 8/72
 A61K 8/06
 A61K 8/19
 A61K 8/34
 A61K 8/92
 A61K 9/10
 A61K 9/107
 A61K 47/02
 A61K 47/04
 A61K 47/32
 A61K 47/34
 A61K 47/36
 A61K 47/42
 A61K 47/44
 A61P 17/16
 A61Q 5/00
 A61Q 17/04
 A61Q 19/00