公告本

發明專利說明書

（本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫）

※ 申請案號：92126607 9212660?

※ 申請日期：92/09/26 92-9-26 ※IPC 分類：B01F 8/18

壹、發明名稱：（中文/英文）

（中文）水中油型乳化組成物及其製造方法

（英文）

貳、申 請 人：（共 1 人）

姓名或名稱：（中文/英文）

（中文）花王股份有限公司

（英文）KAO CORPORATION（花王株式会社）

代表人：（中文/英文）

津嶌力雄 / Rikio TSUSHIMA

住居所或營業所地址：（中文/英文）

（中文）日本國東京都中央區日本橋茅場町一丁目 14 番 10 號

（英文）14-10, Nihonbashi Kayaba-cho, 1-chome, Chuo-ku, Tokyo, Japan

國　籍：（中文）日本　（英文）Japan

參、發明人：（共 3 人）

姓　名：（中文/英文）

(1)橋本幸久 / Yukihisa HASHIMOTO

(2)曾根千晶 / Chiaki SONE（曽根千晶）

(3)木場淳介 / Atsuyuki KIBA

住居所地址：（中文/英文）

（中文）(1)日本國東京都墨田區文花 2-1-3　花王株式会社研究所內

(2)~(3)同(1)

（英文）(1) c/o KAO CORPORATION RESEARCH LABORATORIES, 1-3, Bunka 2-chome, Sumida-ku, Tokyo, 131-8501 Japan

(2)~(3) ditto (1)

國　籍：（中文）日本　（英文）Japanese

肆、聲明事項：

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項☐第一款但書或☐第二款但書規定之期間，其日期為：　年　月　日。

◎本案申請前已向下列國家（地區）申請專利 ☑ 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數　順序註記】

1. 日本；2002/12/27；2002-381046
2.
3.
4.
5.

☐ 主張國內優先權(專利法第二十五條之一)：

【格式請依：申請日；申請案號數　順序註記】

1.
2.

☐ 主張專利法第二十六條微生物：

☐ 國內微生物　【格式請依：寄存機構；日期；號碼　順序註記】

☐ 國外微生物　【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼　順序註記】

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

國　籍：（中文）日本　（英文）Japanese

肆、聲明事項：

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項☐第一款但書或☐第二款但書規定之期間，其日期為：　年　月　日。

◎本案申請前已向下列國家（地區）申請專利 ☑ 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數　順序註記】

1. 日本；2002/12/27；2002-381046
2.
3.
4.
5.

☐ 主張國內優先權(專利法第二十五條之一)：

【格式請依：申請日；申請案號數　順序註記】

1.
2.

☐ 主張專利法第二十六條微生物：

☐ 國內微生物　【格式請依：寄存機構；日期；號碼　順序註記】

☐ 國外微生物　【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼　順序註記】

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

玖、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種水中油型乳化組成物及其製造方法，該水中油型乳化組成物含有兩親媒性脂質，即使於低濃度的界面活性劑下該兩親媒性脂質的乳化安定性亦良好，且使用感優異的。

【先前技術】

為了賦予皮膚、黏膜、毛髮等濕潤性與柔軟性，角質層中的水分是重要的，此乃眾所周知之情事。另一方面，此角質層係作為生物體的屏障層而發揮皮膚（角質層）的保水與水分蒸發抑制的作用，此亦為眾所周知之情事。

近年來，存在於皮膚角質層之細胞間脂質對於角質水分的保持與屏障作用有重大的關連之事實逐漸被揭示出來。因此，為提高保濕效果，不斷提案出調配有存在於皮膚角質層之細胞間脂質的主成份之神經醯胺（ceramide）與其等之類似物質等之兩親媒性脂質的化妝材料。然而，由於此等兩親媒性脂質對水之溶解性低，未達相當的高溫之情況下係保持著固態狀，因而，尤其是欲安定地配製成水中油型乳化組成物時，必須使用大量的界面活性劑。而相反地，通常，化妝材料中的界面活性劑（例如非離子型界面活性劑）的使用量，則希望儘可能地減少。

另一方面，人的正常皮膚係被弱酸性的皮脂皮膜所覆蓋著，通常，對於來自外部的鹼性物質之接觸，會自然地控制肌膚的pH。例如，將皮膚表皮以脂肪酸皂洗淨會成為弱

鹼性，但於正常的皮膚中，經由來自皮脂的游離脂肪酸進行著自然中和。亦即，適用於皮膚之外用劑或化妝材料，儘可能地作成為與人的正常皮膚接近的pH之弱酸性，對於皮膚可有良好的影響，尤其對皮膚敏感的人更為需要。因而，於弱酸性的化妝材料中，以較少的界面活性劑來安定地調配細胞間脂質成分的技術正受到檢討中。

於日本專利特開2002-114631號公報中揭示有一種方法，其係將神經醯胺類等之兩親媒性脂質溶解於融點未滿30℃的液體油中所成之油份、與水性介質，用聚甘油脂肪酸酯進行乳化，藉以製得安定的乳化組成物。然而，於此方法中，若欲製得安定的乳化物，須要與兩親媒性脂質等量的程度之大量的聚甘油脂肪酸酯，又，欲製得弱酸性的乳化物，必須添加有機酸等酸性物質來調整pH。

又，於日本專利特開平4-193814號公報中，曾嘗試併用非離子型界面活性劑與陰離子型界面活性劑以使兩親媒性脂質安定化。然而，於此組合中所用的界面活性劑的量亦多，且於pH為6以下的酸性範圍中，陰離子型界面活性劑會有難以發揮作為乳化劑的作用之傾向。

因而，本發明之目的在於提供可以低濃度的界面活性劑安定地乳化含有通常難以調配到水性介質中之神經醯胺等之兩親媒性脂質的油相，且使用感優異的水中油型乳化組成物，及其製造方法。

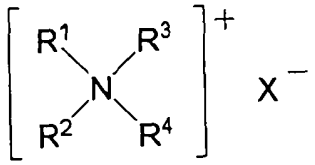
【發明內容】

本發明者發現，藉由併用特定的陽離子型界面活性劑與

2價或3價的醇，可以低濃度的界面活性劑安定地乳化兩親媒性脂質，並可得到使用感優異的水中油型乳化組成物。

亦即，本發明提供一種水中油型乳化組成物，其特徵在於含有：(A)以下述通式(1)所表示之4級銨鹽型陽離子型界面活性劑之至少1種、(B)兩親媒性脂質、(C)2價及3價的醇之至少1種、及(D)水；前述陽離子型界面活性劑(A)的含有量為0.1~1質量%。

再者，本發明提供一種水中油型乳化組成物之製造方法，其特徵在於，將(A)以下述通式(1)所表示之4級銨鹽型陽離子型界面活性劑之至少1種、與(C)2價及3價的醇之至少1種混合之後，添加入(B)含有兩親媒性脂質的油相，然後再添加水性介質。



式(1)

(式中，R^1及R^2為分別獨立之碳數16~22之直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基，R^3及R^4為分別獨立之碳數1~3之烷基，X^-為形成鹽之陰離子。)

【實施方式】

本說明書中所引用之文獻的內容，經由參照而作為構成本說明書的一部份者。

本發明之水中油型乳化組成物，係將(B)含有兩親媒性脂質的油相與(C)含有選自2價及3價的醇之醇類(以下，稱為醇類(C))之水性連續相，藉由(A)以上述通式(1)所表

示之4級銨鹽型陽離子型界面活性劑(以下，稱為陽離子型界面活性劑(A))進行乳化所成之乳化組成物。

本發明之乳化組成物中之陽離子型界面活性劑(A)與兩親媒性脂質(B)，係於含有醇類(C)的水性介質中會合而形成液晶(或α-膠體構造)，以形成增黏構造體。所得之增黏構造體顯示出黏性行為，對於油滴的合一、乳霜化(creaming)可成為安定的狀態。藉由這樣的組合，即使陽離子型界面活性劑(A)為低濃度，亦可形成安定性高的液晶構造，因此，界面活性劑的使用量可減少。此處，由於增黏構造體具有光學異向性，可用偏光顯微鏡等確認。

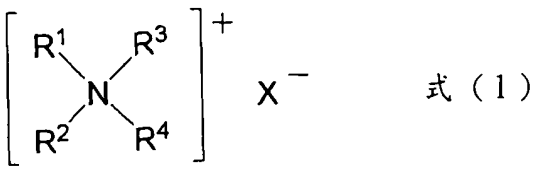
又，由於本發明之乳化組成物顯示有搖溶性(thixotropy)，上述增黏構造體雖於靜置狀態下保持著安定的液晶構造，但於塗佈時則容易破壞液晶構造，可薄且均一地延展於塗佈部上，故有清爽、清新的使用感。

再者，本發明之乳化組成物為弱酸性，就對皮膚的刺激性與使用感的觀點考量屬較佳情況。具體而言，以pH為4以上且不滿7為佳。

於本發明中，藉由作成上述成分(A)、(B)、(C)及(D)的組合，即使未經由pH調整劑之添加來將pH調整為酸性，亦可得到弱酸性的乳化組成物。

本發明中所使用之陽離子型界面活性劑(A)，為亦可具有取代基之於一分子內具有2個長鏈的烴基之4級銨鹽構造的陽離子型界面活性劑。作為陽離子型界面活性劑(A)，尤其就對皮膚之親和性的觀點考量，可使用由下述通式(1)

所表示者。



式（1）

（式中，R^1及R^2為分別獨立之碳數16~22之直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基，R^3及R^4為分別獨立之碳數1~3之烷基，X^-為形成鹽之陰離子。）

作為式（1）中之烴基R^1及R^2，可列舉出烷基或鏈烯基。作為形成鹽之陰離子，可舉出：鹵素離子、磷酸離子、醋酸離子、乳酸離子、單烷基硫酸離子等。

作為陽離子型界面活性劑的具體例，可舉出：氯化二鯨蠟基二甲基銨、氯化二硬脂基二甲基銨、氯化二芳烷基二甲基銨、氯化二山榆基（dibehenyl）二甲基銨等。其中，氯化二鯨蠟基二甲基銨、氯化二硬脂基二甲基銨有市售品可取得，可舉出：Varisoft TA-432CG、Varisoft TA-100（Goldschmidt公司製），Quartamin D-86P（Kao公司製）等。

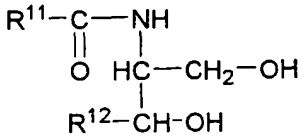
此等界面活性劑之中，由具有對皮膚之親和力考量，以氯化二鯨蠟基二甲基銨、氯化二硬脂基二甲基銨等為佳。

陽離子型界面活性劑（A）的含有量，自與後述之兩親媒性脂質（B）及醇類（C）共同形成較佳的液晶構造體的觀點考量，在水中油型乳化組成物的總組成中宜為0.1~1質量%，而以0.5~1質量%更佳。

本發明中所謂的兩親媒性脂質（B），係指於分子內同時具有親水部與疏水部，且於25℃時為固體的物質。作為兩

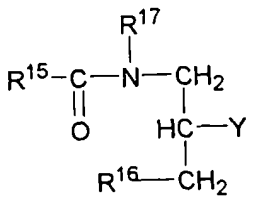
親媒性脂質（B），可舉出例如：膽固醇、膽固醇酯、膽固醇硫酸酯等之膽固醇類；硬脂酸、棕櫚酸等之高級脂肪酸；鯨蠟醇、硬脂醇、山榆醇、鯊肝醇（batyl alchol）、鮫肝醇（chimyl alcohol）等之高級醇及其相關的化合物；甘油脂肪酸酯類等。

又，作為尤其對於皮膚的屏障作用與保濕作用優異、並具有優異的肌膚粗糙之改善效果的兩親媒性脂質，可舉出以下述通式（2）~（4）所表示之醯胺化合物：



式（2）

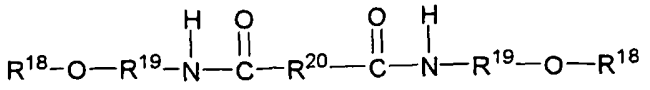
（式中，R^{11}為亦可以1個以上的羥基取代之碳數8~50的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基，或以R^{13}-COO-R^{14}-所表示的基，R^{13}為碳數8~30的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基，R^{14}為亦可以1個以上的羥基取代之碳數8~40的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的二價烴基。R^{12}為亦可以1個以上的羥基取代之碳數8~50的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基。）



式（3）

（式中，R^{15}為亦可以1個以上的羥基取代之碳數7~25的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基，R^{16}為亦可以1個以上的羥基取代之碳數8~26的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和

的烴基或烷氧基。R^{17}為氫原子、2-羥乙基或2,3-二羥丙基。Y為氫原子或羥基。）



式（4）

（式中，R^{18}為各自獨立的亦可以羥基及/或烷氧基取代之碳數1~22的直鏈或分枝鏈的烴基，R^{19}為各自獨立的碳數1~12的直鏈或分枝鏈的二價烴基，R^{20}為碳數1~42的直鏈或分枝鏈的二價烴基。）

於通式(2)中，較佳情況為：R^{11}為亦可以1個以上的羥基取代之碳數8~30的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基，或以R^{13}-COO-R^{14}-所表示的基。此處，R^{13}以碳數8~30的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基為佳，R^{14}以亦可由1個以上的羥基取代之碳數8~30的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的二價烴基為佳。R^{12}以亦可由1個以上的羥基取代之碳數8~30的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基為佳。尤其，以R^{11}及R^{13}為碳數8~30的直鏈烷基，且R^{14}為碳數8~30的直鏈伸烷基為佳。

作為以通式(2)所表示之醯胺化合物，周知之較佳者為Robson K.J.et al.、J.Lipid Res.,35,2060(1994)，與Wertz P.W. et al.、J.Lipid Res.,24,759(1983)等中所記載之型式1~7的神經醯胺。此等可自動植物萃取及經由反應修飾，或藉由完全合成而製造。又，作為式(2)所表示之醯胺化合物的市售品，可舉出：神經醯胺III、神經醯

胺 IIIB、神經醯胺 IIIA、神經醯胺 IV、fit 細胞間脂質 I(以上為 DEGUSSA 公司製)、神經醯胺 II(Sederma 公司製)、神經醯胺 TIC-001(高砂香料公司製)等。

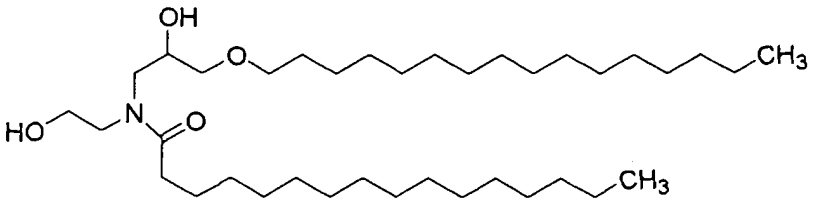
於通式(3)中，R^{15}為亦可由 1 個以上的羥基取代之碳數 14~22 的直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基為佳，尤以直鏈烷基更佳。其中，以五癸基、三羥基五癸基為更佳。

R^{16}以碳數 8~24 的直鏈的烷基或烷氧基為佳。其中，尤以壬基、六癸氧基為更佳。

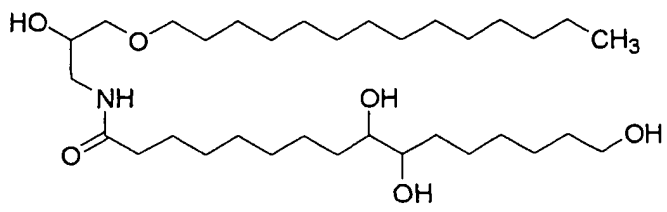
有關R^{16}與R^{17}的組合，於R^{17}為氫原子或 2-羥乙基時，R^{16}以直鏈的烷氧基為佳，而於R^{17}為 2,3-二羥丙基時，R^{16}以直鏈的烷基為佳。

再者，有關 Y 與R^{17}的組合，於R^{17}為氫原子或 2-羥乙基時，Y 以羥基為佳，而於R^{17}為 2,3-二羥丙基時，Y 以氫原子為佳。

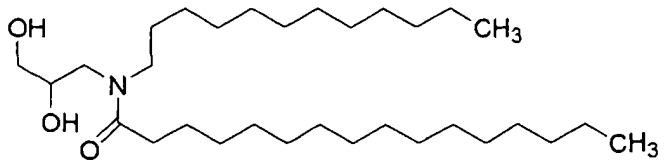
作為以通式(3)所表示之醯胺化合物，具體而言，可舉出以下述所示之式(5)、(6)及(7)所表示之化合物。



式(5)



式(6)



式(7)

又，式(3)之醯胺化合物，可以日本專利特開昭62-228048號公報等中所記述的方法製造；例如，將由縮水甘油基醚與乙醇胺所得之反應物進行醯化，然後，使酯基進行選擇性的水解的方法等。

其中，以由通式(5)所表示之醯胺化合物為佳，其係以商品名 Sofcare ceramide SL-E(N-3-六癸氧基-2-羥丙基)-N-2-羥乙基六癸醯胺，花王(股))而販售於市面上。

作為以通式(4)所表示之醯胺化合物的 R^{18}，以亦可由選自羥基及碳數 1~6 的烷氧基的 1~3 個基取代之碳數 1~22 的直鏈或分枝鏈的烷基為佳，亦可以羥基與烷氧基同時取代。

較佳者為例如：碳數 1~18 的烷基、碳數 1~18 的單或二羥烷基、經碳數 1~6 的烷氧基取代之碳數 1~18 的烷基、及經羥基與碳數 1~6 的烷氧基取代之碳數 1~18 的烷基。尤其更佳者為，碳數 1~18 的烷基、碳數 2~12 的單或二羥烷基、經碳數 1~6 的烷氧基取代之碳數 2~12 的烷基、及經羥基與碳數 1~6 的烷氧基取代之碳數 2~12 的烷基。其中，作為 R^{18}，以 2-羥乙基、甲基、月桂基、2-甲氧基乙基為更佳。

R^{19} 以碳數 1~12 的直鏈或分枝鏈的伸烷基為佳，而以碳數 2~6 的直鏈或分枝鏈的伸烷基為更佳。其中，尤以伸乙基及三亞甲基為更佳。

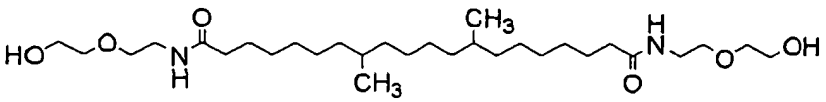
R^{20} 以碳數 2~34 的直鏈或分枝鏈的二價烴基為佳，而以碳數 2~34 的直鏈或分枝鏈的伸烷基或有 1~4 個雙鍵的伸鏈烯基為更佳，尤以碳數 2~24 的直鏈或分枝鏈的伸烷基或有

1~4個雙鍵的伸鏈烯基為特佳。其中，較佳者為：7,12-二甲基伸十八碳基、7,12-二甲基-7,11-伸十八碳二烯基、伸十八碳基、伸辛基、伸癸基、伸十一碳基、伸十三碳基。

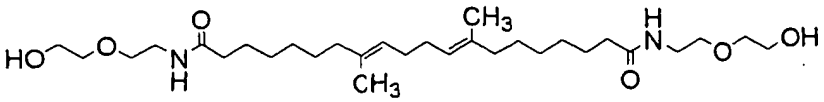
作為以通式(4)所表示之醯胺化合物，以 R^{18}、R^{19}、R^{20} 分別為上述之較佳的範圍的基所組合而成之化合物為佳。

通式(4)之醯胺化合物可例如於國際公開第00/61097號公報等中所記述的方法般，經由使對應的二羧酸或其反應性衍生物(酯、酸鹵化物、酸酐等)與胺進行縮合而有效率地製得。

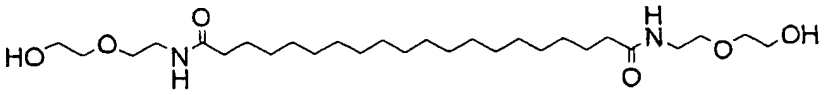
作為本發明之水中油型乳化組成物中所用之兩親媒性脂質，尤其以屬於通式(4)所表示之醯胺化合物之以下述式(8)~式(14)所表示之化合物為特佳。



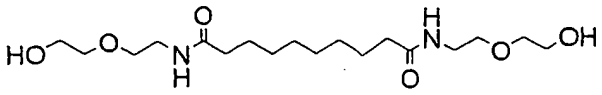
式(8)



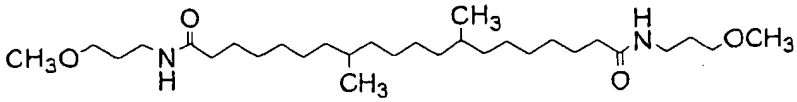
式(9)



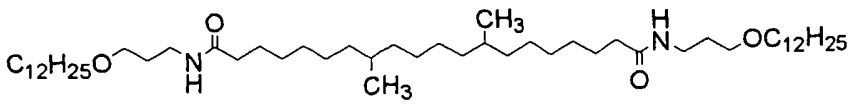
式(10)



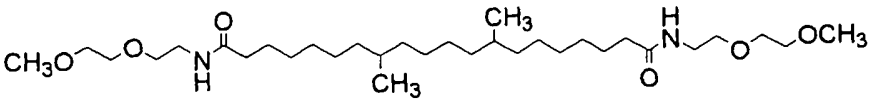
式(11)



式(12)



式（13）



式（14）

（B）兩親媒性脂質的含有量，為能充分發揮對皮膚之屏障作用與保濕作用，以在水中油型乳化組成物之總組成中占0.1質量%以上為佳，若就與保存安定性間的均衡性來考量，則以在總組成中占0.1~20質量%為更佳，尤以0.1~10質量%為特佳。

又，陽離子型界面活性劑（A）與兩親媒性脂質（B）的質量比（A：B），就對皮膚的效果之發揮及較佳的液晶構造之形成的觀點考量，以10：1~1：20為佳，而以10：1~1：10為更佳。

本發明中，選自2價及3價醇的醇類（C），於調配至乳化化妝材料中時，可使前述之陽離子型界面活性劑溶解．分散。陽離子型界面活性劑（A）在與醇類（C）混合之後，經由與含有兩親媒性脂質（B）的油性成分混合，即使陽離子界面活性劑為低濃度亦可形成較佳的液晶構造體。

作為這樣的醇類（C），可舉出：乙二醇、聚乙二醇（平均分子量200~400）、丙二醇、二丙二醇、1,3-丁二醇、甘油、聚甘油（聚合度2~5）等。其中尤以甘油、乙二醇為更佳。

醇類（C）的含有量，就具有良好的使用感、可形成較佳的液晶構造體、可得到安定的乳化物之觀點來考量，於水中油型乳化組成物之總組成中以定為5~40質量%為佳，尤

以定為5~20質量%為更佳。

於本發明之水中油型乳化組成物中，於兩親媒性脂質(B)之外，亦可含有一般化妝材料中所使用之液狀、半固體或固體狀之合成及天然來源之油性成分，例如烴油、酯油、醚油、聚矽氧油、氟油等。

作為液狀油，可舉出例如：荷荷葩油等之植物油；液狀羊毛脂等之動物油；流動石蠟、角鯊烷等之烴油；蘋果酸二異硬脂酸酯、乳酸辛基十二烷酯、異壬酸異十三烷酯、異硬脂酸異丙酯、肉荳蔻酸辛基十二烷酯、二癸酸新戊二醇酯等之酯油；甘油衍生物、氨基酸衍生物、二甲基聚矽氧烷、二甲基環聚矽氧烷、甲基苯基聚矽氧烷、甲基氫化二烯聚矽氧烷、高級醇改質有機聚矽氧烷等之聚矽氧油；氟化聚醚、過氟烷基醚聚矽氧等之氟油等。

作為固體或半固體之油性成分，可舉出例如：荷荷葩蠟等之植物性蠟；甘油單硬脂基醚、甘油單鯨蠟基醚等之烷基甘油醚；凡士林、羊毛脂、純地蠟、微結晶蠟、巴西棕櫚蠟(carnauba wax)、小燭樹蠟(candelilla wax)等之蠟類。

此等油性成分之含有量，通常於總組成物中為0.1~30質量%，而以1~20質量%為佳。

又，於以防紫外線(UV)化妝材料為目的之乳化組成物中，可適當地含有稱為UV吸收劑或UV分散劑之UV防護劑。作為UV吸收劑，可使用對甲氧基肉桂酸系、二苯基酮系、4~咪唑丙烯酸系、對胺基苯甲酸系、水楊酸系、苯醯

甲烷系、三嗪系、鄰胺基苯甲酸系等之化合物，作為 UV 分散劑，可使用二氧化鈦、氧化鋅、氧化鐵等之粉體。

此種 UV 防護劑的含有量，通常於總組成物中為 1~40 質量%，而以 1~20 質量%為佳。

此防 UV 化妝材料，為使其耐水性高、不易因汗或水等而脫落，係製成水中油型乳化組成物，並有良好的 UV 防護效果的持續性。

本發明中用以形成水中油型乳化組成物的水相連續相的水(D)之含有量，於總組成中通常為 10~90 質量%，而以 40~90 質量%為佳。作為水以外的水相成分，亦可在不損及本發明之目的及效果之質與量的範圍內配合以前述醇類以外之一般化妝材料中可使用的水溶性成分，例如：乙醇、各種水溶性藥效劑、抗氧化劑、防腐劑、殺菌劑、鹽類、氨基酸、糖類、螯合劑、增黏劑、色素、香料等。

本發明之水中油型乳化組成物，尤以經由下述步驟製造為佳，其為：將陽離子型界面活性劑(A)的至少 1 種添加到醇類(C)的至少 1 種中之第一步驟；將另外進行混合成之含有兩親媒性脂質(B)的油性分散相，添加到上述第一步驟所得之混合物中之第二步驟；與對上述第二步驟所得之混合物添加水性介質之第三步驟。

將對甘油等之醇類加入陽離子型界面活性劑所得之混合物與含有兩親媒性脂質之油相混合之後，添加到含有醇類以外的水性成分之水相中進行乳化，藉此，可不使含有兩親媒性脂質之油相發生分離地作成安定的乳化狀態。

亦即，藉由以上述之順序調製乳化組成物，陽離子型界面活性劑與兩親媒性脂質會在多元醇中形成液晶構造，而得到之增黏構造體，對於油滴的合一、乳霜化可成為安定的狀態。此處，於將兩親媒性脂質(B)與油性成分等之其他成分混合之時，為了提高溶解或分散性，需要時亦可進行加溫。

本發明之水中油型乳化組成物，係呈現乳液狀乃至於乳霜狀的外觀，於25℃的黏度以1,000~100,000mPa·s的程度為佳。又，黏度可用B型黏度計測定。

本發明之水中油型乳化組成物，作為外用藥劑或化妝材料是有用的，尤其是作為化妝材料甚為有用，依其用途，可作成乳液、凝膠、乳霜、防紫外線化妝材料、噴氣式泡沫等之任意的劑型。

(實施例)

茲經由下述之實施例，進一步說明本發明，並明示出本發明之實施形態。惟，所提示之實施例只用來作為例證的目的，不可解釋成用以限定本發明者。又，表中之註解係如下述：

*1：花王(股)，Sofcare ceramide SL-E

*2：Goldschmidt公司，Varisoft TA-100

*3：Goldschmidt公司，Varisoft BT-85

*4：花王(股)，EXCEPARL艾吉西巴爾DG-MI

*5：信越化學(股)，SILICONE KF-96A(10cs)

(評價項目)

(1)增黏構造體的形成之有無

將少量的乳化組成物置於載玻片上，其上覆以蓋玻片之後，以偏光顯微鏡(Nikon 公司，ECLIPSE E600 POL)進行光學異向性的確認。

(2)外觀

乳化組成物剛調製完成的狀態為均一的乳化狀態之情況，判斷為「良好」，又，可看出有分離的情況，則判斷為「分離」。然後，將乳化組成物約 40g 裝入 50mL 的廣口玻璃瓶中，以 50℃及 5℃的恆溫槽進行 1 個月的保存後，就其乳化狀態依下述的基準以目視觀察。

<評價基準>

○：無法看到分離

△：可看到有若干的分離

×：可看到明顯的分離(於成品之特性上有問題的程度)

(3)黏度測定

將乳化組成物約 40g 置入 50mL 的廣口玻璃瓶，保持於 25℃的水浴中，將瓶蓋以外的部分全部浸入，於該狀態下保持 2 小時。經過 2 小時後，立刻將玻璃瓶自水浴取出，用 B 型黏度計(型式 B8R，東京計器(股)公司製)進行黏度測定，求出在 25℃之黏度。

(4)pH 測定

將乳化組成物置入有蓋的玻璃瓶中，在保持於 25℃的水浴中浸漬 2 小時，將玻璃瓶自水浴取出之後，以 pH 計(HORIBA 公司製，pH METER F-22)測定。

性之增黏構造體。此製造方法即使不特別進行 pH 調整，亦可得到弱酸性的乳化組成物，故於生產性方面亦甚有利。

伍、中文發明摘要：

本發明之目的在於提供一種可使含有神經醯胺(ceramide)等之兩親媒性脂質(amphipathic lipid)的油相以低濃度的界面活性劑安定地乳化、且使用感優異之水中油型乳化組成物及其製造方法。

為達成上述目的，本發明之水中油型乳化組成物含有：(A)指定之4級銨鹽型陽離子型界面活性劑之至少1種、(B)兩親媒性脂質、(C)2價及3價的醇之至少1種、及(D)水；前述陽離子型界面活性劑(A)的含有量為0.1~1質量%。又，本發明之水中油型乳化組成物之製造方法，係將(A)指定之4級銨鹽型陽離子型界面活性劑之至少1種與(C)2價及3價的醇之至少1種混合予以之後，添加入(B)含有兩親媒性脂質的油相，然後再添加水性介質(medium)。

陸、英文發明摘要：

柒、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（　　）圖。

(二)本代表圖之元件代表符號簡單說明:

無

捌、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

(實施例 1 及比較例 1)

依照表 1 之組成，以下述的順序製造水中油型乳化組成物，並進行評價。將結果一併示於表 1 中。

<製造方法>

使成分(1)及(2)於 80℃下均一地溶解・分散，得到油相。另外將成分(3)或(4)的陽離子型界面活性劑添加到成分(5)的醇類中，於 80℃下均一地溶解，並於維持溫度的狀態下，將上述油相加入。再加入成分(6)的水，一邊保持於 80℃，一邊用均質機進行乳化，得到乳化物。再於攪拌下使其冷卻到室溫(25℃)。

表 1 實施例 1 及比較例 1

成分				實施例 1	比較例 1
油相	B	1	式(5)醯胺化合物*1	1.0	1.0
		2	角鯊烷	6.0	6.0
	A	3	氯化二硬脂基二甲基銨*2	0.8	
		4	氯化硬脂基三甲基銨*3		0.8
水相	C	5	甘油	10.0	10.0
		6	純水	餘量	餘量
合計				100.0	100.0
評價	增黏性構造體的形成之有無(以偏光顯微鏡確認)			有	無
	水浴浸漬 2 小時後的黏度(mPa・s)			8000	14000
	水浴浸漬時後的 pH			5.0	4.9
	外觀(水浴浸漬 2 小時後)			良好	良好
	(50℃，1 個月)			○	△
	(5℃，1 個月)			○	△

(實施例 2) 乳液

依照表 2 的組成，以與實施例 1 同樣的順序調製乳液。亦即，使成分(1)~(4)於 80℃下均一地溶解・分散，得到油相。再將成分(5)的陽離子型界面活性劑添加到成分(6)的醇類中，於 80℃下均一地溶解，並於維持溫度的狀態

下，將上述油相加入。另外將由成分(7)~(8)於 80℃下混合所得之水相添加到上述得到之油相中，一邊保持於 80℃一邊用均質機進行乳化，得到乳化物。再於攪拌下使其冷卻到室溫(25℃)。

得到之乳液的黏度為 8000mPa·s，pH 為 5.4。又，於 5℃及 50℃下保存 1 個月後的乳化安定性良好。

表 2 乳液

成分			質量%
油相	1	式(5)之醯胺化合物*1	1.0
	2	硬脂醇	1.0
	3	異硬脂基十四烷基甘油*4	6.0
	4	二甲基聚矽氧烷*5	1.0
	5	氯化二硬脂基二甲基銨*2	0.5
水相	6	甘油	7.5
	7	對羥基苯甲酸甲酯	0.2
	8	純水	餘量
合計			100.0

(實施例 3) 乳霜

依照表 3 的組成，以與實施例 2 同樣的順序調製乳霜。

得到之乳霜的黏度為 50000mPa·s，pH 為 5.2。又，於 5℃及 50℃下保存 1 個月後的乳化安定性良好。

表 3 乳霜

成分			質量%
油相	1	式(5)之醯胺化合物*1	3.0
	2	山梨醇	3.0
	3	二癸酸新戊二醇	6.0
	4	二甲基聚矽氧烷*5	3.0
	5	氯化二硬脂基二甲基銨*2	0.8
水相	6	甘油	10.0
	7	對羥基苯甲酸甲酯	0.1
	8	純水	餘量
合計			100.0

(實施例 4) UV 乳液

依照表 4 的組成，以與實施例 1 同樣的順序調製 UV 乳液。亦即，使成分(1)~(5)於 80℃下均一地溶解，分散，得到油相。再將成分(7)的陽離子型界面活性劑添加到成分(8)的醇類中，於 80℃下均一地溶解，並於維持溫度的狀態下，將上述油相加入。另外將由成分(6)及(9)~(10)於 80℃下混合所得之水相添加到上述得到之油相中，一邊保持於 80℃，一邊用均質機進行乳化，得到乳化物。再於攪拌下使其冷卻到室溫(25℃)。

得到之 UV 乳液的黏度為 12000mPa·s，pH 為 6.2。又，於 5℃及 50℃下保存 1 個月後的乳化安定性良好。

實際試驗之結果，UV 防護性能之持續性亦良好。

表 4 UV 乳液

成分			質量%
油相	1	式(5)之醯胺化合物*1	1.0
	2	山梨醇	1.0
	3	異硬脂基十四烷基甘油*4	6.0
	4	對甲氧基肉桂酸 2-乙基己基酯	3.0
	5	二甲基聚矽氧烷*5	7.0
	6	二氧化鈦	3.0
	7	氯化二硬脂基二甲基銨*2	0.5
水相	8	甘油	7.5
	9	對羥基苯甲酸甲酯	0.1
	10	純水	餘量
合計			100.0

(實施例 5) UV 乳霜

依照表 5 的組成，以與實施例 1 同樣的順序調製 UV 乳霜。亦即，使成分(1)~(7)於 80℃下均一地溶解，分散，得到油相。再將成分(8)的陽離子型界面活性劑添加到成分

(9)的醇類中，於 80℃下均一地溶解，並於維持溫度的狀態下，將上述油相加入。另外將由成分(10)~(11)於 80℃下混合所得之水相添加到上述得到之油相中，一邊保持於80℃，一邊用均質機進行乳化，得到乳化物。再於攪拌下使其冷卻到室溫(25℃)。

得到之乳霜的黏度為 44000mPa·s，pH 為 4.9。又，於5℃及 50℃下保存 1 個月後的乳化安定性良好。

實際試驗之結果，UV 防護性能之持續性亦良好。

表 5 UV 乳霜

成分			質量%
油相	1	式(5)之醯胺化合物*1	2.0
	2	山榆醇	2.0
	3	鯊肝醇	0.5
	4	4-第四丁基 4'-甲氧基苯醯基甲烷	0.5
	5	對甲氧基肉桂酸 2-乙基己基酯	5.0
	6	異壬酸異十三烷基酯	3.0
	7	二甲基聚矽氧烷*5	3.0
	8	氯化二硬脂基二甲基銨*2	1.0
水相	9	甘油	15.0
	10	對羥基苯甲酸甲酯	0.1
	11	純水	餘量
合計			100.0

(實施例 6~8) 乳液或乳霜

依照表 6 的組成，以與實施例 2 同樣的順序調製乳液或乳霜。亦即，使成分(1)~(5)於 80℃下均一地溶解·分散，得到油相。再將成分(6)的陽離子型界面活性劑添加到成分(7)的醇類中，於 80℃下均一地溶解，並於維持溫度的狀態下，將上述油相加入。另外將由成分(8)~(10)於 80℃下混合所得之水相添加到上述得到之油相中，一邊保持於 80℃，一邊用均質機進行乳化，得到乳化物。再於攪拌下使

其冷卻到室溫（25℃）。

得到之乳液或乳霜的黏度及 pH 一併示於表 6 中。任一者之乳化狀態皆為良好，又，於 5℃及 50℃下保存 1 個月後的乳化安定性亦良好。

表 6　乳液或乳霜

			實施例		
			6	7	8
油相	1	式(5)之醯胺化合物*1	0.2	0.2	1.0
	2	山梨醇	0.4	0.4	2.0
	3	鯊肝醇	0.2	0.2	1.0
	4	角鯊烷	1.5	1.5	3.0
	5	二甲基聚矽氧烷*5	-	-	3.0
	6	氯化二硬脂基二甲基銨*2	0.1	0.2	0.8
水相	7	甘油	7.5	7.5	10.0
	8	對羥基苯甲酸甲酯	0.3	0.3	0.3
	9	香料	適量	適量	適量
	10	純水	餘量	餘量	餘量
評價	黏度（mPa·s）		4000	7500	35000
	pH		5.0	4.8	5.2

（產業上之可利用性）

如上所述，含有神經醯胺等之兩親媒性脂質的本發明之水中油型乳化組成物，由於會形成於靜置時液晶構造安定性、而塗佈等之使用時崩解性良好之具搖溶性的增黏構造體，故保存時的乳化安定性優異，使用感亦優異。再者，由於界面活性劑為低濃度，且為弱酸性，故對皮膚的刺激性小。因而，本發明之水中油型乳化組成物，其乳化安定性及使用感優異，且對皮膚的刺激性小，作為外用藥或化妝材料是有用的，尤其是作為化妝材料甚有用。

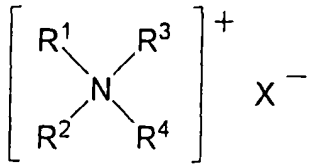
又，本發明之製造方法為用以製造方法上述水中油型乳化組成物的較佳的方法，可以少量的界面活性劑可使兩親媒性脂質安定地乳化，而且可形成使用感優異之具有搖溶

96.12.5 修正 補充

FEB 05 2007
替換本

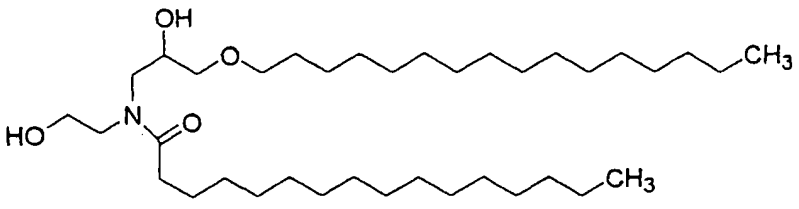
拾、申請專利範圍：

1.一種水中油型乳化組成物，其特徵在於，係含有：(A)以下述通式(1)所表示之 4 級銨鹽型陽離子型界面活性劑之至少 1 種；(B)由硬脂醇、山梨醇、鯊肝醇(batyl alcohol)、異硬脂基十四烷基甘油及下式(5)所示醯胺化合物構成群組中所選擇的兩親媒性脂質之至少 1 種；(C)由乙二醇、聚乙二醇(平均分子量 200~400)、丙二醇、二丙二醇、1,3-丁二醇、甘油、聚甘油(聚合度 2~5)構成群組中所選擇的 2 價及 3 價的醇之至少 1 種；及(D)水；前述陽離子型界面活性劑(A)的含有量為 0.1~1 質量%，前述兩親媒性脂質(B)的含有量為 0.1~20 質量%，前述 2 價及 3 價的醇(C)之含有量為 5~40 質量%；



式(1)

(式中，R^1及R^2分別獨立為碳數 16~22 之直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基，R^3及R^4分別獨立為碳數 1~3 之烷基，X^-為形成鹽之陰離子)



式(5)

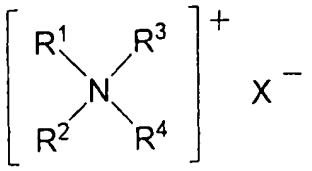
2.如申請專利範圍第 1 項之水中油型乳化組成物，其係 pH 為 4 以上、不滿 7 者。

3.一種水中油型乳化組成物之製造方法，其特徵在於，含有下述步驟：將(A)以下述通式(1)所表示之4級銨鹽型陽離子型界面活性劑之至少1種與(C)由乙二醇、聚乙二醇(平均分子量200~400)、丙二醇、二丙二醇、1,3-丁二醇、甘油、聚甘油(聚合度2~5)構成群組中所選擇的2價及3價的醇之至少1種混合之後，添加入含有(B)由硬脂醇、山榆醇、鯊肝醇(batyl alcohol)、異硬脂基十四烷基甘油及下式(5)所示醯胺化合物構成群組中所選擇的兩親媒性脂質之至少一種的油相，然後再添加水性介質；且將最終組成物總量作為基準，以下述比例使用前述各成分(A)、(B)及(C)；

前述陽離子型界面活性劑(A)的含有量為0.1~1質量%；

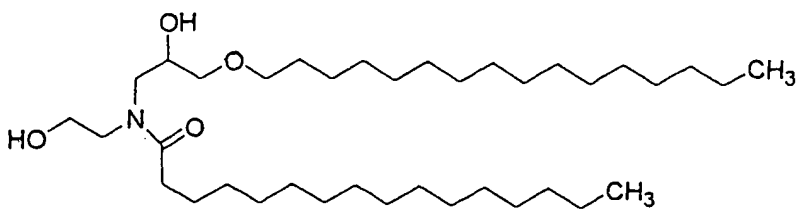
前述兩親媒性脂質(B)的含有量為0.1~20質量%；及

前述2價及3價之醇(C)的含有量為5~40質量%；



式(1)

(式中，R^1及R^2分別獨立為碳數16~22之直鏈或分枝鏈的飽和或不飽和的烴基，R^3及R^4分別獨立為碳數1~3之烷基，X^-為形成鹽之陰離子)



式(5)