

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4662637号
(P4662637)

(45) 発行日 平成23年3月30日(2011.3.30)

(24) 登録日 平成23年1月14日(2011.1.14)

(51) Int.Cl.

F I

A 6 1 K	8/06	(2006.01)	A 6 1 K	8/06
A 6 1 K	8/31	(2006.01)	A 6 1 K	8/31
A 6 1 K	8/30	(2006.01)	A 6 1 K	8/30
A 6 1 K	8/33	(2006.01)	A 6 1 K	8/33
A 6 1 K	8/37	(2006.01)	A 6 1 K	8/37

請求項の数 28 (全 52 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2000-586300 (P2000-586300)
(86) (22) 出願日	平成11年11月29日(1999.11.29)
(65) 公表番号	特表2002-531484 (P2002-531484A)
(43) 公表日	平成14年9月24日(2002.9.24)
(86) 国際出願番号	PCT/GB1999/003969
(87) 国際公開番号	W02000/033806
(87) 国際公開日	平成12年6月15日(2000.6.15)
審査請求日	平成18年11月16日(2006.11.16)
(31) 優先権主張番号	9826699.2
(32) 優先日	平成10年12月5日(1998.12.5)
(33) 優先権主張国	英国 (GB)
(31) 優先権主張番号	60/111,440
(32) 優先日	平成10年12月8日(1998.12.8)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

(73) 特許権者	506352278
	クローダ インターナショナル パブリック
	ク リミティド カンパニー
	イギリス国, ディーエヌ14 9エーエー
	, イースト ヨークシャー, グール, スネ
	イス, コウィック ホール
(74) 代理人	100099759
	弁理士 青木 篤
(74) 代理人	100077517
	弁理士 石田 敬
(74) 代理人	100087413
	弁理士 古賀 哲次
(74) 代理人	100111903
	弁理士 永坂 友康

前置審査

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 乳化システム及び乳剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

乳化剤安定化剤システムとして、油に適した乳化剤であって以下の 1 又はそれ以上の非イオン乳化剤であるか、又はそれを含むものである乳化剤：

- 1 アルコキシレート乳化剤；
- 2 脂肪酸エステル、ポリヒドロキシル化合物のエーテル、ヘミアセタール、又はアセタール、あるいはポリヒドロキシル化合物の残基で N - 置換されている脂肪酸アミド；及びキサンタン多糖類とポリグルコマンナンの多糖類の組合せを含み、ポリグルコマンナンに対するキサンタンの重量比が 1 : 10 ないし 10 : 1 であり、

ここで、乳化剤はイオン性材料を含まない、個人ケア用又は化粧品用水中油形乳剤。

10

【請求項 2】

ポリグルコマンナン多糖類がマンノースに対するグルコースのモル比率が 1 : 1 . 5 ないし 1 : 3 であるランダムなグルコース / マンノース主鎖を有する、請求項 1 記載の乳剤。

【請求項 3】

ポリグルコマンナン多糖類がコンニャク由来のポリグルコマンナンである請求項 1 又は 2 何れかに記載の乳剤。

【請求項 4】

キサンタン多糖類とポリグルコマンナン多糖類の多糖類組合せが乳剤の 0 . 02 ないし 0 . 5 重量 % 存在している、請求項 1 ないし 3 の何れかの一項に記載の乳剤。

20

【請求項 5】

乳化剤が 1 またはそれ以上のアルコールアルコキシレートであるか又はそれを含んでいる、請求項 1 ないし 4 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 6】

乳化剤が、モノエステル含有量が少なくとも 60 % である、脂肪酸と糖のエステルであるか、又はそれを含んでいる請求項 1 ないし 4 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 7】

乳化剤の量が乳剤の 0.02 ないし 1.5 重量 % である、請求項 1 ないし 6 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 8】

乳化剤が、平均 10 ないし 100 個のアルキレンオキシド残基を持ち、そして 12 より大きな HLB を有する、少なくとも 1 つのアルコキシレート乳化剤であるか、又はそれを含み、且つ使用される乳化剤の量が乳剤の 0.04 ないし 0.1 重量 % である、請求項 7 記載の乳剤。

【請求項 9】

乳化剤が、HLB が少なくとも 12 である親水性非イオン系乳化剤を少なくとも 1 種類と、8 より小さい HLB を持つ疎水性の非イオン系乳化剤を少なくとも 1 種類含んでいる、請求項 1 ないし 8 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 10】

親水性乳化剤が、平均 10 ないし 100 個のアルキレンオキシド残基を持つアルコキシレート乳化剤；糖モノエステル；ポリグリセロールモノエステル；サッカリドヒドロカルビルエーテル、ヘミアセタール、又はアセタール；脂肪酸が 8 ないし 12 個の炭素原子を持つ脂肪酸グリセロールエステル；及び N - 末端がポリヒドロキシル化合物の残基である N - 置換脂肪酸アミドの少なくとも 1 つであるか、これを含み、且つ疎水性乳化剤が平均 2 ないし 10 個のアルキレンオキシド残基を有するアルコキシレート乳化剤；脂肪酸が 14 ないし 24 個の炭素原子を持つグリセロールエステル及び無水糖脂肪酸エステルの少なくとも 1 つであるか、またはそれを含むものである、請求項 9 記載の乳剤。

【請求項 11】

親水性乳化剤の量が乳剤の 0.04 ないし 0.5 重量 % であり、疎水性乳化剤の量が乳剤の 0.1 ないし 1 重量 % である、請求項 9 又は請求項 10 の何れかに記載の乳剤。

【請求項 12】

油相が皮膚軟化油であるか、又はそれを含む、請求項 1 ないし 11 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 13】

皮膚軟化油が、鉱油、パラフィン油、植物性グリセリド油、動物性グリセリド油、合成エステル油、合成エーテル油、シリコンオイル、脂肪アルコールプロポキシレート又は固体の溶解性皮膚軟化脂肪又は蠟、あるいはそれら皮膚軟化油の混合物より選択された通常液性皮膚軟化油の少なくとも 1 種であるか、それを含むものである、請求項 12 記載の乳剤。

【請求項 14】

油相が少なくとも乳剤の 5 重量 % である、請求項 1 ないし 13 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 15】

100 ないし 10000 mPa・s の低ずり粘性を有する乳液状である、請求項 1 ないし 14 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 16】

30000 ないし 80000 mPa・s の低ずり粘性を持つクリーム状である、請求項 1 ないし 15 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 17】

増粘剤として 1 またはそれ以上の脂肪両親媒性物質及び / 又は 1 またはそれ以上のポリ

10

20

30

40

50

マー性増粘剤を含む、クリーム状である請求項 16 記載の乳剤。

【請求項 18】

以下を含む請求項 1 ないし 17 の何れかの一項に記載の乳剤：

少なくとも 1 種類の、1 ないし 80 重量%の油

少なくとも 1 種類の、0.2 ないし 1.2 重量%の、HLB が少なくとも 12 であり、少なくとも脂肪酸エステル、ポリヒドロキシ化合物のエーテル、ヘミアセタール、又はアセタール、あるいはポリヒドロキシ化合物の残基で N - 置換された脂肪酸アミドである、乳化剤；

ポリグルコマンナンに対するキサンタンの重量比が 1 : 10 ないし 10 : 1 である、少なくとも 1 種類の、0.02 ないし 0.5 重量%のキサンタン多糖類とポリグルコマンナンの多糖類の組合せ；及び

保存剤、芳香剤、湿潤剤又は溶媒；サンフィルターまたは日焼け止め物質；アルファヒドロキシ酸；自己なめし剤、抗菌成分；ビタミン及びその前駆体；スキンケア作用物質；リン脂質；小胞含有処方体；ゲルマニウム含有化合物；植物抽出物質；皮膚漂白剤；皮膚修復化合物；カフェイン；冷却添加物；昆虫忌避剤；エッセンシャルオイル；及び色素；から選択される残りの微小成分及び添加物、ならびに水。

【請求項 19】

pH が 4 ないし 9 である請求項 1 ないし 18 の何れかの一項に記載の乳剤。

【請求項 20】

乳化剤と前記ポリグルコマンナンに対するキサンタンの重量比が 1 : 10 ないし 10 : 1 である、キサンタン多糖類とポリグルコマンナンの多糖類の組合せを水相に取り込ませ、増粘成分を水相に加えるか加えないで、そして油を水連続相に混合してこれを乳化する、直接乳化による請求項 1 ないし 17 の何れかの一項に記載の乳剤、の製造方法。

【請求項 21】

水相内にある前記ポリグルコマンナンに対するキサンタンの重量比が 1 : 10 ないし 10 : 1 である、キサンタン多糖類とポリグルコマンナンの多糖類の組合せを 60 以上より高温に熱して、そして / 又は高強度の混合にかける、請求項 20 記載の方法。

【請求項 22】

乳化剤と前記ポリグルコマンナンに対するキサンタンの重量比が 1 : 10 ないし 10 : 1 である、キサンタン多糖類とポリグルコマンナンの多糖類の組合せを油相に取り込ませ、次に系が逆転し水中油形乳剤ができるまで水相を油相内に混入させる、逆乳化による請求項 1 ~ 19 に記載の乳剤の製造方法。

【請求項 23】

水相に接する多糖安定化剤が 60 以上より高温に熱せられ、そして / 又は高強度混合にかけられる、請求項 22 記載の方法。

【請求項 24】

乳化剤安定化剤システムとして、油に適した乳化剤であって以下の 1 又はそれ以上の非イオン乳化剤であるか、又はそれを含むものである乳化剤；

1 アルコキシレート乳化剤；

2 脂肪酸エステル、ポリヒドロキシ化合物のエーテル、ヘミアセタール、又はアセタール、あるいはポリヒドロキシ化合物の残基で N - 置換されている脂肪酸アミド；

及びキサンタン多糖類とポリグルコマンナンの多糖類の組合せを含み、ポリグルコマンナンに対するキサンタンの重量比が 1 : 10 ないし 10 : 1 であり、

ここで、乳化剤はイオン性材料を含まない、乾燥混合型乳剤。

【請求項 25】

更に糖を含む請求項 24 記載の乾燥混合型乳剤。

【請求項 26】

以下を含む請求項 24 又は 25 何れかに記載の乾燥混合型乳剤。

2 ないし 10 重量部のキサンタン多糖類；

2 ないし 10 重量部のポリグルコマンナン多糖類；

10

20

30

40

50

且つポリグルコマンナンに対するキサンタンの重量比は 1 : 4 ないし 4 : 1 であり ;
及び

30 ないし 75 重量部の、HLB が少なくとも 12 である乳化剤。

【請求項 27】

平均粒子サイズが 100 ないし 500 μm である、請求項 24 ないし 26 の何れかに記載の乾燥混合型乳剤。

【請求項 28】

50 μm より小さい粒子の割合が 2 重量 % 未満である、請求項 27 記載の乾燥混合型乳剤。

【発明の詳細な説明】

10

【0001】

本発明は乳化システム及び乳剤に関し、特に乳化剤及び高分子多糖類の組合せを含む乳化システム及びこれらシステムを乳化剤及び乳化安定剤として利用し作製される乳剤に関し、そして特に化粧用スキンクリームや乳液の様な個人向けケア洋品の形状にあるこれら乳化システム及び乳剤に関する。

【0002】

クリームや乳液の様な個人ケア用乳剤製品は、幾つかの特性 ; 製造中、製剤中、保管中及び使用中の安定性 ; 最終使用に適した粘性 ; 及び好ましくは望ましい体感及び良好な皮膚感覚を組合せ持つことが望まれる。体感及び皮膚感覚は通常は主観的であり、そして良好な体感及び / 又は皮膚感覚には通常非ニュートン型のすり減粘性プロフィールを伴うものであるが、すり減粘プロフィールが良好な体感又は皮膚感覚を保証するものではない。典型的な通常の個人ケア用乳剤製品は、乳剤重量の約 3 ないし 5 % の量の乳化剤 (乳剤安定化剤を含む) を使用する。最近増粘剤が乳剤安定化剤として提案されており、そしてそれらを使用した時の安定化のメカニズムは増粘剤が乳剤の低すり減粘性を十分に増加し、おそらく乳剤小滴の運動を制限することによる乳剤小滴癒着に対するバリアーを提供すると考えられている。

20

【0003】

本発明は高分子多糖類の特定の組合せが、高くはないが、それでも十分な増加した、低すり粘性を提供するレベルで乳剤を良好に安定化することができること、そしてこの組合せを利用すれば、通常相対的に低分子量であり、非イオン性であることが多い界面活性剤である乳化剤の量を、乳剤中、特に化粧品のスキンクリームや乳液といった個人ケア用製品に使用されている量に比べ非常に少なくすることができるという我々の発見に基づいている。

30

【0004】

従って本発明は、乳化剤安定化剤システムとして油に適した乳化剤、及びキサンタン多糖類とポリグルコマンナン多糖類の多糖類組合せを含む、個人ケア用または化粧品用水中油形乳剤を提供する。

【0005】

発明はさらに個人ケア用または化粧品用の水中油形乳剤中での、キサンタン多糖類及びポリグルコマンナン多糖類の多糖類組合せの乳化剤安定化剤システムとしての利用も含む。発明は更に油性乳化剤と、キサンタン多糖類とポリグルコマンナン多糖類の多糖類の組合せである水中油形乳剤安定化剤を含む、乾燥混合型乳化剤安定化剤処方を含む。

40

【0006】

キサンタン多糖類及びポリグルコマンナン多糖類の多糖類組合せは、利便性より略して多糖類安定化剤とも呼ばれる。

【0007】

発明の乳剤中の乳化剤及び安定化剤の合計量は、通常の個人ケア用乳剤システムに使用される典型的な割合である 3 ないし 5 % に比べ遙かに低い。具体的には、本発明の多くの乳剤では、乳化剤の量は約 1.5 % より少なく、特には約 1 % までであり、多糖類安定化剤の量は約 0.5 % より少なく、そして時には約 0.02 % 程度であり、望ましくは合計量が約 1.5 % よ

50

り少なく、特には約1%までである。乳化剤の最低量は典型的には乳剤の重量の約0.02%であり、より一般的には0.025%である（以下参照）。従って発明は乳化剤安定化剤システムとして、油に関する乳化剤を乳剤重量の約1%を越えない量含み、更に乳剤重量の約0.02ないし0.5%の量の多糖類安定化剤を含む、個人ケア用又は化粧品用の水中油形乳剤を包含する。

【0008】

個人ケア用乳剤は、その粘性により典型的には10000mPa.sまでの低ずり粘性を持つ乳液及びローション、そして典型的には約20000mPa.s以上の低ずり粘性を持つクリームに分類される。典型的には、乳液は約100ないし約10000mPa.s、より一般的には約500ないし約5000mPa.sの低ずり粘性を有し、そして典型的にはクリームは少なくとも約30000mPa.s、特には約30000ないし約80000mPa.sの低ずり粘性を有するが、約 10^6 mPa.sまでのより高い粘性もまた利用できる。本件に於いては、低ずり粘性は典型的にはブルックフィールド粘度計にて使用される如く約0.1ないし 10s^{-1} のずり速度にて測定された粘性を意味する。良好な皮膚感の為に、個人用及び化粧品用乳剤は通常ずり減粘性であり、測定される低ずり粘性は産物が乳液（またはローション）であるかクリームであるかの一般的に指標に過ぎない。

【0009】

本発明は乳液（及びローション）及びクリーム乳剤を含み、特に発明は個人向けケア又は化粧品用の、約10000mPa.sまでの低ずり粘性を有し、乳剤安定化剤システムとして油及び多糖類安定化剤に適した乳化剤を含む、水中油形乳剤乳液又はローションを包含する。発明は更に約20000mPa.sまでの低ずり粘性を有し、乳化剤安定化剤システムとして油と多糖類安定化剤に適した乳化剤を含み、さらに増粘剤成分も含んでいる個人ケア用又は化粧品用水中油形乳剤を包含する。

【0010】

キサンタンはマンノース、グルコース及びグルクロン酸モノマー単位を含む多糖類であり、典型的な主要ポリマー主鎖は典型的に混合型のカリウム、ナトリウム及びカルシウム塩として存在するグルコース、グルクロン酸、及びマンノース残基を含む3単位のアセチル化側鎖を持つポリグルコースである。キサンタンポリマーは典型的には $1 \cdot 10^6$ ないし $5 \cdot 10^6$ の範囲の分子量を有し、そして通常は約 $2 \cdot 10^6$ であり、典型的には細菌発酵、特にXanthomonas campestrisと関連微生物より得られる。ケルコ社（Kelco）より商品名ケルトロール（Keltrol）として販売されている、特に‘F’及び‘T’等級が本発明に好適である。

【0011】

ポリグルコマンナンは典型的にはグルコース/マンノース主鎖を有し、典型的にはグルコース対マンノースのモル比が約1:1.5ないし約1:3であり、通常は約1:2であり、懸垂メチルオール基上のヒドロキシル基は無作為にアセチル化されており、典型的には6ないし20個の糖モノマー残基当たり約1個のアセチル基が存在している。有用なポリグルコマンナンの分子量は、約 $2 \cdot 10^5$ ないし約 $2 \cdot 10^6$ の典型的範囲内で変わるだろう。好適材料にはコンニャク（Konjak）由来のものの様な植物性ポリグルコマンナンが含まれる。コンニャクポリグルコマンナンは時に単にコンニャクあるいはコンニャクガムと呼ばれるが、本発明及び発明の特別な観点からのポリグルコマンナンとしての利用に於いて特に有用である。コンニャク、Amorphophallus konjacはKonjac及びDevil's Tongue（ヘビイモ）とも呼ばれるアジアに於いて食用植物として栽培されている塊茎植物である。塊茎の炭水化物成分にはコンニャクポリグルコマンナンが含まれている。天然に生ずるコンニャクのポリグルコマンナンは典型的には約 $1 \cdot 10^6$ ないし約 $2 \cdot 10^6$ の分子量を有するが、例えば精製及び製粉といった加工により分子量を小さくすることができる。

【0012】

本発明の乳剤は水性の連続相を有し、そして乳剤の製造では多糖類は通常水中に分散させられる。多糖類、特にポリグルコマンナンの粒子サイズは水中、特に冷却水、特に冷水（室温）にて良好な分散を得る上で重要である。コンニャクポリグルコマンナンは温水中には0.001ないし0.5重量%の濃度で容易に分散できる。しかし、塊茎由来の典型的なコンニ

10

20

30

40

50

ヤクポリグルコマンナンは典型的には平均粒子サイズが約100ないし約200 μm と比較的大きな粒子サイズを有している。この粒子サイズの物質は、比較的冷水分散性が不良である。より小さな粒子サイズ、例えば約50ないし約200 μm に製粉することで、産物をより容易な冷水分散性にすることができる。市販されている粉末形状のキサンタンポリマーの冷水分散性は通常問題にならない。

【0013】

上記の如く、キサンタンポリマーは典型的には $2 \cdot 10^6$ のオーダーの分子量を有している。この分子量の大きな低下は、キサンタンの特性に悪影響を及ぼすことから、一般的には望ましくないポリグルコマンナン、特にコンニャクポリグルコマンナンに関しては、産物が特に実質的に化学的に分解していない限り分子量は重要ではない。基のポリマーの約1/10の概念上の断片に相当する約 $2 \cdot 10^5$ より小さい分子量を持つ物質は、本発明に於いて有用であろう。

【0014】

乳剤安定化剤としてのキサンタンとコンニャクの多糖類の組合せは特に有用であり、記載の各種実施態様を含む発明の特別な観点を形成し、従って発明は乳化剤安定化剤システムとして油に関する乳化剤及びキサンタン多糖類とコンニャクポリグルコマンナン多糖類の多糖類組合せを含む、個人ケア用又は化粧品用水中油形乳剤を包含する。

【0015】

キサンタン及びポリグルコマンナン多糖類は、水系に於いて相乗的熱可逆性ゲルを提供する複合体を形成すると信じられている（例えば、ノッティンガム大学出版（Norttingham University Press）[1995]出版の“バイオポリマー混合物（Biopolymer Mistures）”，V J Morrisによる14章を参照せよ）が、これら複合体の詳細な構造は明瞭には分かっていない。同様にその他多糖類の組合せも水性ゲルを提供する。安定乳剤は比較的定年制で得ることができることから、この様な特性が本発明で獲得される乳剤安定化作用に関係することは無い。この結果はターラ（Tara）、キャラギーナン（Carageenan）、イナゴマメ、ガーゴムやアルギン酸ゴムの様なその他ゲル化物質を単独、又はキサンタンと組み合わせて使用した時に顕著であり、我々は良好な乳剤安定性を受け入れ可能な皮膚感覚及び粘り特性と結びつけることはできなかった。我々の得た結果は、これら他のゲル化物質は乳剤粘性の増加をもたらすことから、これらが乳剤安定化を提供することを示唆している。同様に、文献も水溶液中ではキサンタンは通常2量体と呼ばれる分子凝集体として存在していることを報告している。このことは、我々が水性システム中にて油を乳化する前にキサンタン水性分散体とポリグルコマンナンを加熱し、そして/又は激しく攪拌することでキサンタン/ポリグルコマンナンの安定化作用が促進できることを見いだした理由であるかもしれない（以下参照）。我々が本発明により極めて安定した乳剤を作製できるようになった理由は不明であるが、その説明に特定の“理論”を限定することは望まない。

【0016】

我々は乳剤安定化での改善が、ポリグルコマンナン、特にコンニャクポリグルコマンナンに対するキサンタンの重量比が約1:10ないし約10:1にて、特には約4:1ないし約1:4でえることができ、より望ましい結果は約2:1ないし約1:2の範囲、そして特には約1:1で得ることができることを見いだした。このことは、例えば低分子量ポリグルコマンナンを利用した場合にも当てはまり、そしてこの比が比較的一定であることは低分子ポリグルコマンナンを利用した時には、形成されたものの組合せがキサンタンの各分子に関して複数のポリグルコマンナン分子を含むことを示唆している。

【0017】

用いた多糖類安定化剤の量は、一般には乳剤安定性を改善するのに十分な量であり、より望ましくは適当な乳剤安定性をもたらすのに十分な量であろう。しかし、乳剤安定性を得るのに必要とされる量を大きく超えた多糖類安定化剤の量を含むことは、乳剤の実質的な増粘をもたらすことから望ましくない。キサンタン、ポリグルコマンナン又は多糖類安定化剤により増粘した乳剤を含む水系は一般に、ズリ減粘偽可塑性流動学プロフィールを有するが、個人ケア製品にとって望ましくない不良な体感及び/又は皮膚感をもった粘液性

10

20

30

40

50

且つ／又は粘質の製品を提供する。この様な特性は、個人ケア向け及び化粧品用乳剤中へのこれら多糖類の単独、又は組み合わせた利用を大きく阻害する。

【0018】

例えば約乳剤重量の約0.01%という低濃度の多糖類安定化剤の利用は、乳剤安定化に有益な改善をもたらす。実際、使用する多糖類安定化剤の量は乳剤の安定化の大きさに合わせて選択され、そして一般的には乳剤の重量の少なくとも約0.02%であろう。一般に使用する最大濃度は乳剤システムに依存しているが、典型的には乳剤重量の約0.5%である。即ち、好適な一般濃度幅は乳剤重量の約0.02%ないし約0.5%であり、より一般的には0.025ないし約0.25%であり、特に約0.2%までであり、特に0.025ないし0.15%である。非常に疎水性である油を使用した乳剤、または特にクリーム調剤の場合、又は電解質が存在する
10
場合の様な特に困難な乳剤を作る場合には、例えば流体学的には理想的でないにしろこれら幅の中で比較的高い濃度が利用される。

【0019】

本発明より作製され、そして確立された乳剤は、例外的に例えば約50℃までという高い温度に於いても高い安定性を有することができる。しかし、多糖類の組合せは乳剤の不安定化に作用するイオン性物質に対し感受性である。我々はイオン性物質の存在はキサンタン／ポリグルコマンナンの組合せを不安定化し、効果的な乳剤安定性を提供できなくすると信じている。その為に、イオン性物質、例えば酸、塩基及び、例えば有機又は無機塩の様な中性塩を含む塩は発明の乳剤中には低濃度でのみ存在するか、あるいは存在しないことが望ましい。一般に、イオン性材料の濃度は約0.05モルを越えず、望ましくは約0.02モル
20
、及び特に約0.01モルを越えない。同様に乳化剤を含む、アニオン性、カチオン性及び両性イオンを含むイオン性界面活性剤は、発明の乳剤中に有意量存在しないことが望ましい。両性界面活性剤は利用できるものの、それらが荷電種を支持しない条件下でのみ通常使用されており、またそれにより両性界面活性剤が特に有効でない環境になる傾向があることから、通常は含めないことが望ましい。

【0020】

従って、発明で使用する乳化剤は1またはそれ以上の非イオン性乳化剤であることが望ましい。好適乳化剤は、アルコキシル化乳化剤の様な通常非イオン性水中油形乳化剤界面活性剤、及び、ポリヒドロキシル化合物の脂肪酸エステル、エーテル、ヘミ-アセタールまたはアセタール、あるいはポリヒドロキシル化合物の残基でN置換されている脂肪酸アミドの様な天然材料由来の界面活性剤を含む。具体例に用いられている乳化剤界面活性剤は、作製する乳剤の型、特に脂肪両親媒性増粘剤を使用するか否か、必要とする安定性の大きさ、乳化する油の性質及び乳剤／安定化剤システムの全体的な所望レベルに依存して
30
いる。

【0021】

アルコキシル化乳化剤という用語は、通常はヒドロカルビル基である疎水性物質が反応性水素原子を有する結合基の残基を介しアルキレン酸化物残基のオリゴマー又はポリマー鎖に結合されている界面活性剤を意味するのに用いられる。ヒドロカルビル基は典型的には鎖であり、一般的には8ないし24、特に12ないし22、そして通常は14ないし20個の炭素原子を含むアルキル鎖である。結合基は酸素原子（ヒドロキシル基残基）；カルボキシル基（脂肪酸又はエステル残基）；アミノ基（アミノ基残基）；又はカルボキシアミド（カルボキシルアミド残基）である。アルキレンオキサイド残基は典型的にはエチレンオキサイド（ C_2H_4O ）又はプロピレンオキサイド（ C_3H_6O ）又はエチレン及びプロピレンオキサイド残基の組合せである。組合せを使用した場合、エチレンオキサイド残基の割合は通常少なくとも約50モル%であり、より普通には少なくとも75モル%であり、残りはプロピレンオキサイド残基である。特に、そして望ましくは本質的に全ての残基がエチレンオキサイド残基である。乳化剤分子内のアルキレン残基数は望ましくは2ないし約200である。少なくとも理論的には、アルキルフェニルエトキシレートは利用できるが、しかしこれらはその他の理由から一般には個人ケア用及び化粧品には望ましくなく、従って本発明には通常利用されない。
40
50

【 0 0 2 2 】

アルキレンオキサイド残基の数は通常アルコキシレート乳化剤モル当たり 2 ないし 200 であり、そして乳化剤に求められる親水性及び疎水性特性間のバランスによって変化するだろう（以下参照）。好適アルコキシレート乳化剤の例には式（ 1 a ）： $R^1-O-(AO)_n-H$ であるアルコールアルコキシレート；式（ 1 b ）： $R^1-COO-(AO)_n-R^2$ （及び副産物）である脂肪酸アルコキシレート；式（ 1 c ）： $R^1-NR^3-(AO)_n-H$ である脂肪アミンアルコキシレート；又は式（ 1 d ）： $R^1-NR^3-(AO)_n-H$ であるアミドアルコキシレートを含み、前記 R^1 は独立に C_8 ないし C_{24} であり、特に C_{12} ないし C_{22} のヒドロカルビルであり、特にアルキル基である； R^2 は水素原子又は C_1 ないし C_6 アルキル基であり；そして C_3 は独立に C_1 ないし C_6 アルキル基又は基 $(AO)_n-H$ であり；各 AO は独立にエチレンオキサイド又はプロピレンオキサイド基であり、そして分子中の指数 n の合計は 2 ないし 200 である。

10

【 0 0 2 3 】

アルコキシレート乳化剤を利用した場合には、発明は個人ケア又は化粧品用水中油形乳剤、特に約 10000mpa.s までの低ずり粘性を有し、乳化剤安定化剤システムとして乳剤重量の約 0.02 ないし約 1.5% の量の、油に適したアルコキシレート乳化剤と乳剤重量の約 0.02 ないし約 0.25% の量の多糖類安定化剤を乳化剤安定化剤システムとして含む乳剤を包含している。さらに高 HLB（以下も参照）アルコキシレート乳化剤を利用した場合には、発明の乳化剤安定化剤システムは極めて低レベルで有効であり、特に低粘性システムに応用でき（幾つかの材料は乳剤の粘性を上げるためだけに利用している場合には、それを分散させるために別の乳化剤の存在が必要になるだろう）、その結果発明は個人ケア又は化粧品用水中油形乳剤、特に約 10000mPa.s までの低ずり粘性を有し、乳化剤安定化剤システムとして乳剤重量の約 0.02 ないし約 0.25% の量の、油に適したアルコキシレート乳化剤と乳剤重量の約 0.02 ないし 0.25% の量の多糖類安定化剤を含んでいるアルコキシレート乳化剤を包含する。

20

【 0 0 2 4 】

クリームは、アルコキシレート乳化剤を利用し作ることができるが、一般には乳化剤の量は乳液乳剤を安定化させる最低量に比べて高くなるだろう。従って発明は、個人ケア又は化粧品水中油形クリーム乳剤、特に約 20000mPa.s までの低ずり粘性を有し、乳化剤安定化剤システムとして乳剤重量の約 0.25 ないし約 1.5% の量の、特に約 0.5 ないし約 1% の量の、油に適したアルコキシレート乳化剤と、乳剤重量の約 0.02 ないし 0.5%、特に約 0.05 ないし約 0.25 の量の多糖類安定化剤を含み、更に増粘剤を含むアルコキシレート乳化剤包含する。

30

【 0 0 2 5 】

発明の乳化剤安定化剤システムは柔軟であり、それがアルキレンオキサイドの誘導体でない乳化剤もその中に利用できる。これにより生物学的、特に植物由来の材料物質に全て由来する乳化剤安定化剤システム利用の可能性が開けた。この可能性は、個人ケア製品を調合するのに魅力的である。この観点では、発明は更に乳化剤安定化剤システムとして、ポリヒドロキシル化合物の脂肪酸エステル、エーテル、ヘミ - アセタールまたはアセタール、あるいはポリヒドロキシル化合物の残基で N-置換された脂肪酸アミド、特に脂肪酸エステルである油に適した乳化剤、及び多糖類安定化剤を含む個人ケア又は化粧品用水中油形乳剤を包含する。糖（サッカリド）エステルは、極めて安定な乳剤を提供し、アルキレンオキサイドを利用し製造した製品を全くに使わずすむこと、そして“天然”の生物資源、特に植物原材料に由来する乳化剤 / 安定化剤システムの利用が可能になることから、本発明に有益に利用できる。

40

【 0 0 2 6 】

特に有益なポリヒドロキシル化合物のエステルには、サッカリドエステル、特に脂肪酸のモノエステル及び糖、特にショ糖、果糖、及び / 又はグルコースが含まれる。市販の糖エステルは通常はモノエステル、より高級なエステル及び時に遊離型出発材料（糖）を含む混合体である。本発明では、比較的モノエステルの割合が高い糖エステルの利用が望ましい。典型的には、使用する糖エステルは少なくとも 50%、より普通には少なくとも 60%、

50

そして望ましくは少なくとも65%のモノエステル含有量を有することが望ましい。モノエステルの割合が非常に高い製品が極めて効果であること、そして我々は約70%以上のモノエステルを含む製品の利用に特段の利点を見いださなかったが、この割合はより高い、即ち70%、80%又はそれ以上になるだろう。本発明ではショ糖エステルが特に有用である。このような糖エステルは比較的親水性乳化剤であり、そして親水性の低い変形体は糖質残基上にあるヒドロキシル基（通常は1個のみ）が典型的には C_1 ないし C_4 のアルキル基、例えばメチル基によりエーテル化（又はアセタール化）されるのに利用できる。望ましい糖エステルは式中の R^1 がアルコキシレート乳化剤に関する上記定義と同じであり、各Gは独立にサッカリド残基、特にグルコース、マンノース、又は果糖の残基であり、aは1ないし約5であり、特に約2であり特に残基(G)aはショ糖又はグルコースの残基である式(IIa)

10

【0027】

その他のポリヒドロキシル過誤物のエステルには脂肪酸、特に8ないし24、通常は12ないし22、より普通には16ないし20個の炭素原子を有する脂肪酸、及びポリオール、特にグリセロールまたはポリグリセロール、あるいはソルビタンの様な無水糖質が含まれる。一般に、これら物質もモノエステルとして主に利用されるのが望ましい。例としては、グリセロールモノラルリル酸エステル、トリグリセロールモノステアラート、及び比較的疎水性である乳化剤ではグリセロールモノステアラートやソルビタンモノオレアート、ステアラート、又はラウリル酸エステルが含まれる。好適なエステルは、式中の R^1 が上記アルコキシレート乳化剤での定義と同じであり、そして R^4 はポリヒドロキシルヒドロカルビル基、特にアルキル基又は3ないし10個の炭素原子と2ないし6個のヒドロキシル基を含むアルキルエーテル基である。この様な材料はゴールドシュミット社（Goldschmidt）より商品名TegoCare450で販売されているポリグリセリルステアリン酸エステルとメチルグルコシドステアリン酸エステルの混合体の様に、その他の物質、例えばエステル乳化剤の様な物質と組み合わせて利用されるだろう。

20

【0028】

更に別のエステル乳化剤は、ヒドロキシカルボキシル酸の脂肪酸エステル、特に脂肪酸グリセリド、特にモノ-及びジ-グリセリド、及びポリヒドロキシ-カルボキシル酸間のトランスエステル化の産物を含む。これら産物は通常はエステルとして記載されるが、典型的には出発材料とトランスエステル化産物の混合体であり、特に脂肪酸残基がヒドロキシカルボン酸上のヒドロキシル基にエステル化される場合にはそうである。これら産物では、脂肪酸は典型的には8ないし24個、痛重は12ないし22個、より普通には16ないし20個の炭素原子を有し、そしてヒドロキシカルボン酸はクエン酸であることが望ましい。

30

【0029】

糖に由来する別のタイプの乳化剤はサッカリドヒドロカルビルエーテル、ヘミ-アセタール、又はアセタールであり、一般的にはヒドロカルビル、特にアルキル、多糖類（より適切にはオリゴサッカライド）であり、そして式中の R^1 がアルコキシレート乳化剤に関する上記定義と同じであり；各Gが独立にサッカリド残基、特にグルコース残基であり、aが1ないし約5、特に1.3ないし2.5である式(IIc)： $R^1-O-(G)a$ の物質である。

【0030】

40

さらに別タイプの乳化剤はN-末端がポリヒドロキシル化合物の残基であり、通常グルコシル基の様なサッカリド基である。このタイプの乳化剤には、式中の R^1 がアルコキシレート乳化剤に関する上記定義と同じであり； R^5 が水素原子、 C_1 ないし C_6 アルキル基又は式 R^6 の基であり；そして R^6 はポリヒドロキシルヒドロカルボニル基、特に3ないし10個の炭素原子及び2ないし6個のヒドロキシル基を有し、典型的にはグルコシル残基である(IIId)： $R^1-CO-NR^5R^6$ の物質を含む。

【0031】

この観点では、発明は低粘性乳液乳剤及び高変性クリーム乳剤を包含する。具体的には発明は乳化剤安定化剤として、乳剤重量に対し約0.5ないし約1.5%の量の、ポリヒドロキシル化合物の脂肪酸エステル、エーテル、ヘミ-アセタールまたはアセタール、あるいはポ

50

リヒドロキシル化合物の残基でN-置換された脂肪酸アミドである油に適した乳化剤、及び乳剤重量に対し約0.02ないし約0.5%の量の多糖類安定化剤を含む、粘度が約10000mPa.sまでである個人ケア又は化粧品用水中油形乳剤を包含する。発明はより具体的には、乳化剤安定化剤として、乳剤重量に対し約0.5ないし約1.5%の量の、ポリヒドロキシル化合物の脂肪酸エステル、エーテル、ヘミ-アセタールまたはアセタール、あるいはポリヒドロキシル化合物の残基でN-置換された脂肪酸アミドである油に適した乳化剤、及び乳剤重量に対し約0.02ないし約0.5%の量の多糖類安定化剤を含み、さらに乳剤が増粘剤成分を含む、粘度が約20000mPa.sより大きい個人ケア又は化粧品用水中油形乳剤を包含する。

【0032】

異なるタイプの乳化剤を組合せ利用することは有益であり、また特に親水性乳化剤、即ち高親水性親油性バランス (HLB)、例えば約12より上のバランスを持つ乳剤と疎水性乳化剤、即ち低HLB、例えば約8より小さいHLBを持つものとを組合せ、発明の乳剤を作製する。比較的親水性である乳化剤には、平均して約10ないし約100個のアルキレンオキサイドを、特にエチレンオキサイド残基であるアルコキシレート乳化剤；及び糖モノエステルとポリグリセロールモノエステル、ヒドロカルビル、特にアルキル、多糖類を含む非アルコキシレート乳化剤；脂肪酸が8ないし12個の炭素原子を有するグリセロールモノラウリル酸エステルの様な脂肪酸グリセロールエステル、及びグルカミドの様な脂肪酸N-糖アミドが含まれる。比較的親水性である乳化剤には、平均して2ないし約10個のアルキレンオキサイド、特にエチレンオキサイド残基を持つアルコキシレート乳化剤；脂肪酸が14ないし24個の炭素原子を有するグリセロールモノ-ステアリン酸エステル、-オレイン酸エステル、-ラウリル酸エステルの様な脂肪酸グリセロールエステル、及びソルビトールモノ-ステアリン酸エステル、-オレイン酸エステル、又は-ラウリル酸エステルの様な無水サッカリド脂肪酸エステルが含まれる。

【0033】

乳化剤の使用量は典型的には乳剤重量の約0.02ないし約1.5%であり、より通常には約0.025ないし約1.2%であり、特に約0.015ないし約1%である。親水性アルコキシレート乳化剤、解くにHLBが約12より大きい乳化剤を利用すると、極めて低レベル、例えば乳剤重量の約0.04ないし約0.1%という微量な乳化剤で満足できる乳剤を得ることができ、そしてそれは発明の具体的特徴を形成する。この様な乳化剤は、例えば約0.04ないし約0.8%、特に0.1ないし約0.6重量%の様な大きな量で使用する事ができる。低親水性アルコキシレート乳化剤を一次乳化剤として利用する場合、使用濃度はより高い濃度、例えば乳剤重量の約0.1ないし約1.5%、より通常には約0.2ないし約1.2、特に約0.5ないし約1%の濃度が通常利用される。同様にポリヒドロキシル化合物の脂肪酸エステル、エーテル、ヘミ-アセタール、又はアセタール、或いは脂肪酸N-(ポリヒドロキシル残基置換型)アミドの様な非アルコキシレート乳化剤を主乳化剤として利用する場合には、使用量は典型的には乳剤重量の約0.2ないし約1.2、より通常には約0.3ないし約1%、特に約0.4ないし0.8%である。

【0034】

親水性 (高HLB、例えば約10以上) 及び疎水性 (低HLB、例えば約8未満) の乳化剤の組合せを利用する場合、親水性乳化剤の量は典型的には上記の範囲であり、比較的疎水性である乳化剤の量は典型的には0.1ないし1%であり、特に約0.2ないし約0.8%である。この様な組合せでは、乳化剤の合計量は典型的には乳剤重量の約0.5ないし1.5%であり、特に0.1ないし1%である。親水性及び疎水性乳化剤の組合せ (時に共乳化剤と呼ばれる) に利用は、油相が強い疎水性 (非極性) であるか、又は乳剤が脂肪両親媒性物質を含むことで増粘されている場合に特に有用である (以下参照)。この様な組合せでは、乳化剤システムの全HLBは典型的には約8ないし約12である。

【0035】

我々は、より多くの乳化剤、特に比較的親水性である乳化剤を好適な小乳剤小滴サイズを得るために必要とされる以上に加えると、乳剤の安定性に有害な作用が及ぶことを見いだした。比較的より疎水性である乳化剤を過剰にした場合は、安定性に対する有害作用は

10

20

30

40

50

小さく、そして所望する乳剤の流動性に貢献するだろう（比較的疎水性である乳化剤は化学的には増粘剤として利用できる様な脂肪性両親媒性物質と良く似ている - 以下参照）。

【 0 0 3 6 】

一般技術的には、アルコキシレートの非イオン性乳剤と上記の非アルコキシレート型とは自由に組み合わせることができる。この様な組合せは、乳化剤システムが親水性アルコキシレート乳化剤を含む場合、例えば低HLB非アルコキシレート乳化剤を組合せに利用する場合に魅力的であろう。しかし、親水性非違アルコキシレート乳化剤、特に糖モノエステル乳化剤は、通常のアルコキシレート乳化剤に比べ高価であり、一般的にはアルキレンオキサイドの誘導体を含まない乳化剤安定化剤システムの使用が望まれるときにのみ利用されている。

10

【 0 0 3 7 】

使用した油相は典型的には個人ケア用、又は化粧製品に広く利用されているタイプの皮膚軟化性油が主であろう。皮膚軟化剤は室温にて液体である油性物質でなければならず、また通常そうであろう。或いは、それは室温で固体でも良く、その場合にはバルクとしては蠟状の固体であり、組成体の中に含まれ乳化される高い温度では液体である。以下記載の如く組成体の製造は、通常約100 まで、通常は約80 までの温度を利用していることから、この様な固体軟化剤は100 より低い、普通は70 より低い融解点を持つだろう。

【 0 0 3 8 】

好適な通常の液性軟化油には、非極性油、例えば鉱油又はパラフィン、特にイソパラフィン、ICIサーファカンツ（Surfactants）社よりArlamolHDとして販売されている油の様な油；又は中度の極性油、例えばホホバ油の様な植物性グリセリド油、ICIサーファカンツ社よりArlamolM812（カプリル／カプリクトリグリセリド）として売られている様な動物性グリセリド油、例えばイソプロピルパルミチン酸エステルやICIサーファカンツ社よりArlamolIPMやArlamolDOAとして販売されている様な合成エステル油の様な合成油、エーテル油、特に例えばヘンケル社（Henkel）よりEutanolIGとして販売されている様な（オクチルコデカノール）の様なC8ないしC18アルキル残基の2脂肪、又はダウコーニング社（Dow Corning）よりDC200として販売されている様なジメチシオンの様なシリコンオイル、又はその親水性を改善するためのポリオキシアルキレン側鎖を有しているシリコン；又は例えばICIサーファカンツ社よりArlamolE（ステアリルアルコール15-プロポキシレート）として販売されている様な脂肪アルコールポロポキシレートの様なアルコキシレート皮膚軟化剤を含む高極性油を含む。室温では固体であるが本発明の組成体作製に典型的に利用される温度では液体である好適な皮膚軟化物質には、ホホバ蠟、獣蠟、及びココナツツ蠟／油が含まれる。非極性油を利用する場合には、満足できる乳化、特に小油滴を得るためには、比較的高濃度の乳化剤、特に好HLB乳化剤を利用することが望ましい。

20

30

【 0 0 3 9 】

皮膚軟化剤の混合体が利用でき、また多く利用され、そして幾つかの例では固形皮膚軟化剤が液性皮膚軟化剤に完全又は部分的に溶解され、または組合せでは混合体の凝固点は好適に低い。皮膚軟化組成体が室温にて固体の場合、得られた分散は技術的には乳剤ではないが（多くの場合油性分散相の正確な相は容易に決定できない）、この様な分散体はあたかもそれた真の乳剤の用に挙動することから、ここでは乳剤という語にこの様な組成体も含めている。

40

【 0 0 4 0 】

油相の濃度は極めて広範囲であろう。一般には、油相濃度は少なくとも重量で約1%であり、より普通には少なくとも約5%であり、使用される製品中では油の濃度は約30%と高濃度である。確かに我々は重量で20%以上の油相含有量にて安定した乳剤を容易にえることができる。より高濃度も可能であり、我々は油重量80%までの乳剤を作製したが、これら濃縮乳剤が製品乳剤作製のための他の成分により希釈されるための、前製造濃縮体として利用できるだろう。

【 0 0 4 1 】

本発明にて利用した多糖類安定化剤は、その他の場合にも増粘剤として利用することがで

50

きるが、増粘剤として利用する場合それらが必ず減粘性特性を提供すると考えられるにも関わらず、我々はそれらが一般に“引きずり感”及び/又は“ヌルヌル感”物質と呼ばれる化粧品として不良な体感及び皮膚感を持つ乳剤製品を生ずることを見いだした。このような特性は、化粧品や個人ケア製品には望ましくなく、従って過剰な多糖類安定化剤又は個々の多糖類を加えることは、例えばクリームを形成するための増粘乳剤として、個人ケア又は化粧品には通常十分でなく、従って一般的には本発明には使用されない。

【0042】

より高い粘性製品を製造する流動学的変更のより望ましい方法には、連続水槽内に粒子の編み目を構築する材料の使用が含まれる。特に好適な材料には脂肪アルコール、脂肪酸、及び蠟の様な脂質両親媒性物質が含まれる。好適材料には脂肪アルコール、特にC8ないしC24、特にステアリルアルコール、例えば市販のセテアリルアルコール（主に背散る及びステアリルアルコールの混合体）の様なC14ないしC20の脂肪アルコール；脂肪酸、特にC8ないしC24、特にステアリル酸の様なC14ないしC20の脂肪酸；及びルナセラ（Lunacera）Mとしてフューラー（Fuller）社より販売されている様な微結晶性ワックスの様なワックスが含まれる。疎水性界面活性剤と脂肪両親媒性物質との技術的境は必ずしも明確ではなく、低HLB乳化剤の存在は脂肪量親媒性化合物による増粘に寄与するだろう。本発明に於いて増粘剤として使用される脂肪両親媒性化合物は通常は例えば天然由来の物質の混合体として、製造工程中の蒸留分解物、又は故意に混合され混合物を提供するものとして利用される。脂肪両親媒性物質が増粘に関わる正確なメカニズムは解明されていないが、それらは水相での構造に関与すると考えられている。

【0043】

利用できるその他の増粘剤には、澱粉、特に修飾澱粉、例えばナショナルスターチ（National Starch）社よりStructure Solananceとして販売されている様な修飾型芋澱粉、及び特に修飾澱粉、例えばナショナルスターチ社よりStructure Zea（ヒドロキシプロピルジスターチリン酸）として販売されている様な修飾型トウモロコシ澱粉の様な重合性増粘剤；例えばヘラクレス社（Heracules）よりNatrosol250HHR（ヒドロキシエチルセルロース）として販売されている様な、あるいはFMC社よりAvicel IRC-591（カルボキシメチルセルロールナトリウムと微結晶性セルロースの混合物）として販売されている様なカルボキシメチルセルローズの様なカルボキシアシルセルローズの様なセルロース増粘剤；テラ、カラゲーニン、ガール、イナゴマメ、キサントラン及びコンニャクゴム（乳剤製品中の望ましくない皮膚感覚や粘り特性を避けるために使用量には限界がある）の様な多糖類ゴム、及びガールヒドロキシプロピルエーテルの様な修飾ゴム；及びゴールドリッチ社のCarbopol樹脂を含むカルボマーの様なポリアクリル酸増粘剤の様な合成増粘剤（これらは非常に効果的な増粘剤ではあるがイオン性であるため、乳剤を不安定せずに利用するために注意が必要である）が含まれる。

【0044】

発明の重要な利点は、乳剤が実質的に乳剤の安定性とは独立に増粘される増粘乳剤を作ることができる事である。これはそのレオロジーが乳剤安定化のためだけに限定されないことから、乳剤を安定化するためだけに増粘剤を使用する場合に比べて、望まれるレオロジーを持つクリーム系をデザインする際に、調剤師により大きな自由道を提供する。理由は明らかではないが、幾つかの増粘剤を用いると、多糖類乳化剤を利用する発明の乳化剤の増粘に関して付加的及びおそらく相乗的な作用が認められる。

【0045】

油相化合物が脂肪両親媒性物質を、例えば増粘剤として含む場合には、脂肪両親媒性物質を適当に分散させるためにはより高濃度の乳化剤、特に高HLB乳化剤及び/又は親水性及び疎水性乳化剤の組み合わせの利用が必要である。しかし、我々は合計の乳化剤量が約1.5%を越えない、そして通常は約1.2%を越えずに十分な結果を得ており、特に全乳化剤多糖類安定化剤の濃度は約1%越えないことが望ましい。

【0046】

発明の乳剤の組成体、及びその主要成分は下表の範囲内に入る。

【 0 0 4 7 】

【表 1】

物質	量 (wt%)				
	アルコキシド乳化剤を利用		非アルコキシド乳化剤を利用		
	範囲	好適範囲	範囲	好適範囲	
油	1-80	5-30	1-80	5-30	10
全乳化剤	0.02-1.5	0.025-1.2	0.1-1.5	0.5-1.2	
高HLB乳化剤	0.02-1.2	0.025-1.0	0.2-1.2	0.4-1.0	
*低HLB乳化剤	0.1-1.2	0.5-1.0	0.1-1.2	0.2-1.0	
多糖類安定化剤	0.02-0.5	0.025-0.25	0.02-0.5	0.025-0.25	
増粘剤(使用時)	0.1-10	0.25-7	0.1-10	0.25-7	
水**	100まで	100まで	100まで	100まで	20
* 高HLB乳剤と組み合わせ使用					
** マイナー成分及び添加物として利用可能					

【 0 0 4 8 】

本発明の乳剤及び処方は典型的には酸 / 塩基中和に似ており - そのイオン物質に対する感受性は上記の通りである。中性から若干はずれることは、発明の安定性の利点を失うこと無く可能である。望ましくはpHは4ないし9であり、より望ましくは4.5ないし8であり、特には6ないし8が有益である。

30

【 0 0 4 9 】

多くのその他成分を発明の乳剤組成体に加え、個人ケア向け、又は化粧品処方体を作ることができるだろう。これら成分は油可溶性、水溶性、又は不溶性であっても良い。水溶性成分の中では、組成体に電解質を提供する、又は顕著なpHのシフトを招く物質(上記参照)については注意が必要である。この様な物質の例としては以下が含まれる:

【 0 0 5 0 】

乳剤重量の0.5%ないし2%の濃度で通常使用される場合の、パルベン(4-ヒドロキシ安息香酸のアルキルエステル)、フェノキシエタノール、置換型尿素及びヒダントイン誘導体、例えば商品名GermabenII Nipauard BPX及びNipaguard DMDMHで販売されているもの様な保存剤;

40

【 0 0 5 1 】

典型的には乳剤重量の0.1%ないし10%、より通常には約5%まで、特には約2%までの濃度で使用される場合の芳香剤;

【 0 0 5 2 】

典型的には乳剤重量の1ないし10%の濃度で使用される、湿潤剤又はアルコール、グリセロールの様なポリオール、及びポリエチレングリコールの様な溶媒;

【 0 0 5 3 】

典型的には乳剤重量の0.1%ないし5%で使用される場合の、二酸化チタン又は酸化亜鉛に基づく日焼け防止剤を含む化学的日焼け防止剤及び物理的防止剤を含むサンフィルター又

50

は日焼け防止剤（物理的日焼け防止物質はアクリル性ポリアニオン性ポリマーを利用して分散されることが多いが、これが電解質を供給し、乳剤を不安定化する傾向にあることに注意）；

【 0 0 5 4 】

グルコール酸、クエン酸、乳酸、マレイン酸、酒石酸及びそのエステルのようなアルファヒドロキシ酸；

【 0 0 5 5 】

ジヒドロキシアセトンの様な自己なめし剤；
抗菌剤、特にサリチル酸の様な抗アクネ成分；

【 0 0 5 6 】

以下を含むビタミン及びその前駆体；
a) ビタミン A、例えばレチニルパルミタート及びその他トレチオニン前駆体分子、
b) ビタミン B、例えばパンテノール及びその誘導体、
c) ビタミン C、例えばアスコルビン酸及びその誘導体、
d) ビタミン E、例えば酢酸トコフェリル、
e) ビタミン F、例えばガンマリノレン酸エステルの様な多不飽和型脂肪酸エステル；

【 0 0 5 7 】

天然材料又は天然セラミドの機能模擬体であるセラミドの様な皮膚ケア作用物質；
リン脂質；

小胞含有調剤；

例えばICIサーフカンツ社よりAriamolGE0として販売されている様なゲルマニウム含有化合物；

有益な皮膚ケア特性を持つ植物抽出物；

【 0 0 5 8 】

ヒドロキノン、コウジ酸、アルブチン、及び同様の物質の様な皮膚漂白剤；
アラトニン及び同類物の様な皮膚修復化合物活性体；
カフェイン及びその類似化合物；
メタノール又はカンフルの様な冷却添加剤；

N,N-ジエチル-3-メチルベンゼンアミド（DEET）及び柑橘類、又はユーカリ油の様な昆虫忌避剤；

エッセンシャルオイル；及び

【 0 0 5 9 】

例えば酸化鉄、特にコーティングされた酸化鉄の様な酸化鉄、及び／又は二酸化チタンの様な酸化物及び珪酸塩、そして窒化ホウ素の様なセラミック物質を含む微細色素、又は典型的には約 1 ないし約 15% の量、通常は少なくとも約 5% であり、特には約 10% の量使用される、メイクアップ及び化粧品内に利用され懸濁乳剤を生ずる様なその他固形物を含む色素。

【 0 0 6 0 】

発明の乳剤は、上記の如くに増粘される単純乳剤として処方されるか、あるいは懸濁乳剤又は複合乳剤の様なより複雑な系に処方される。懸濁乳剤は、液体分散相と固体分散相を含む。上記の如く、固形物は色素、例えば二酸化チタン及び／又は着色酸化鉄でもよく；又は酸化物の粒子が可視光線を散乱しない（しかし UV 光は散乱する様に選択される）程度に十分に微細であるチタン及び／又はアルミニウム、及び／又は酸化亜鉛の様な金属酸化物製の物理的日焼け止めでも良い。従って発明は、更に分散した固形物質、特に色素を含んでいる発明の乳剤である懸濁乳剤も包含する。

【 0 0 6 1 】

より複雑なシステムの別の形状には、乳剤の分散相がその小滴内に別の液体の小滴を含んでいる複合乳剤を含んでいる。即ち 2 種類の乳剤である一次乳剤又は外乳剤と二次あるいは内乳剤相が存在する。従って、通常外又は一次内相

内又は二次内相と呼ばれる 2 種類の内相と、通常外あるいは一次外相と内あるいは二次外

10

20

30

40

50

相と呼ばれる２種類の外相が存在する。水中油相及び油中水相には、２種類の基本型の複合乳剤が存在している。いずれのタイプの複合乳剤も本発明の乳化安定化システムを利用し作ることができる。従って、発明は更に、その中の一次水中油相乳剤が発明の乳剤である油中水相複合乳剤中の水と、その中の二次又は内乳剤が発明の乳剤である油中水相中の油を含む。複合乳剤の二次内相は、環境条件に感受性である、又は一次外相内に材料に感受性である物質の供給に利用することができる。

【 0 0 6 2 】

発明の乳剤は上記の如く、それ自体で化粧品又は個人ケア用製品として利用することも、又はそのような製品に加工することもできる。具体的には、それはティッシュ、紙ティッシュの含浸に利用し、クレンジング布を提供できる。この応用では、乳剤は典型的には比較的 low 率の油相を含んでおり、典型的には乳剤重量の 3 ないし 15%、より通常には約 5 % 含んでいる。ティッシュ内に含浸された乳剤量は、最終製品に求められる特性に依存しているが、典型的には 10 ないし 100g/ティッシュ・m² である。ティッシュは典型的には 30 ないし 100g/m² の基礎重量を持っている。従って発明は、発明の乳剤が含浸されたクレンジングティッシュを包含している。我々は発明の乳剤がこの使用に於いて有効であり、油を使用したメイクアップ、例えばますから、特に“防水型マスカラ”を取り除くニートオイルとしても広く有効であることを見いだした。このことは、この利用に於ける乳剤が非常に高い割合の油を含んでおらず、典型的な量が 25 ないし 60、より通常には 15 ないし 30 % である。

【 0 0 6 3 】

発明の乳剤は、一般に通常の乳化及び混合法を用いて作ることができる。典型的な方法は、第 1 に乳化剤及び多糖類安定化剤（別々の成分又は一緒に）水相に加え、次に混合し、油を水性連続相内に乳化する直接乳化を含む。多糖類乳剤安定化剤の組み合わせの形成を確実にするためには、キサンタン及び多グルコマンナンを含む水相を通常は 60 以上に、例えば約 80 ないし 85 に加熱するか、又は水相を低温、例えばほぼ室温にて高強度混合にかけることが望ましい。必要に応じて力強い混合と中程度に高い温度の利用を組み合わせることができる。加熱及び / 又は高強度の混合は、油相添加前、最中又は後に実施することができる。

【 0 0 6 4 】

乳剤は逆乳化法、特に低 HLB 乳化剤を用いた方法（典型的には高 HLB 乳化剤との組合せ）によっても作ることができる。この様な方法では、次に油相及び水相中にある、通常は多糖類安定化剤を含んでいる乳化剤の成分、（別々に加えるか又は一緒に加える）を油相に加え混合し、油中水相乳剤を形成する。水相の添加はシステムが逆転し水中油相乳剤になるまで続ける。簡単に述べると、一般には効果的な逆転には水相の実質量が必要とされ、従って本法は高油相含有乳剤には利用できないと考えられる。上記の如く、多糖類乳剤安定化剤の組合せの形成を確実にするためには、キサンタン及びポリグルコマンナンを水相中、または水相に接触させながら、通常は約 60 以上、例えば約 80 ないし 85 に加熱するか、又はそれらを低温、例えばおおよそ室温にて高強度混合にかけることが望ましい。強力な混合と中度の高温の利用は必要に応じて組み合わせることができる。加熱及び / 又は高強度混合は、水相添加前、中又は後に、逆転前、中又は後に行うことができる。

【 0 0 6 5 】

一般に我々は高温分散法が冷分散法に比べてより安定した乳剤を生じることを知っているが、冷分散は特に定式化には簡便であり、良好な結果をもたらす。もちろん高温の工程に必要とされる成分、例えば比較的高い融点を持つ蠟が利用される場合には、同様の理由から高温分散が便利である。乳剤を作製した後、別の連続相材料を加え、通常緩やかに混合して迅速に分散相の濃度を調製する。乳剤製造の観点では、強い又は強強度の混合とは乳化中に用いられる典型的な剪断速度での混合を意味し、通常は少なくとも約 10⁴ / 秒であろう。

【 0 0 6 6 】

比較的高粘度の乳剤を作る場合には、水溶性又は水分散性の増粘剤成分は乳化剤及び乳剤

10

20

30

40

50

安定化剤を分散させた後に好適に水相内に加えることができ、そして油性または分散性増粘剤成分は油相中に分散又は溶解することができ、そして乳剤中に油と共に取り込ませることができる。

【0067】

発明は従って以下の段階を含む乳剤製造法を包含する：

- 1 乳化剤及び多糖類安定化剤を水相内に分散させること；
- 2 随意水相内に増粘剤成分を含めること；及び
- 3 水中油相連続相中に混合し、乳化すること；そして

油を乳化する前、又は最中に乳化剤と多糖類安定化剤の水分散を少なくとも約60 に加熱し、そして／又は激しく混合する。

10

【0068】

発明の乳剤は多様な個人ケア及び化粧品に利用でき、そして発明は発明の特異的観点としてこれら製品及び発明の乳剤のこれら製品への利用について包含する。発明の乳剤は乳液及びクリーム製品に取り込ませることができる。これら製品の例には、クレンジング乳液及びクリーム；スキンモイスチャリング乳液及びクリーム；化粧落とし用乳液及びクリーム；及び日焼け止め、通常は乳液又は噴霧可能な乳剤状乳液が含まれる。

【0069】

発明に用いられる乳化剤及び乳剤安定剤は混合し、水中に分散でき、続いて容易に乳剤にできる乾燥処方体を提供できるが、前記の如くこの形状も発明の観点の一つである。典型的には、これら乾燥処方体には、乳化剤と多糖類安定化剤を含む固形成分が含まれる。この様な処方体に関しては、高HLB及び低HLB乳化剤の両方を利用することが有益であり、また随意例えば糖、特にグルコース及び／又はショ糖の様な製粉補助剤となる様な物質を含むことが有できであり、これにより比較的硬い物質が必要に応じて製粉及び粉碎を補助すると共に、続く処方の水分散を補助する易可溶性物質として作用する。この様な処方体はキサンタン及び多糖類グルコマンナン多糖類、乳化剤及び随意糖を乾燥混合し、必要に応じて例えば押出しにより混合物を固めてペレットを形成せしめ、続いてペレットを所望の粒子サイズに粉末化することで作ることができる。

20

【0070】

望ましくは、材料は1又はそれ以上の成分、典型的には乳化剤の1またはそれ以上の成分が少なくとも部分的に溶解し、典型的には多糖類を含む粉末成分をコーティング及び／又は結合させることができる温度、典型的には50 ないし100 にて加工される。乳化剤成分は望ましくは完全に溶解し、多糖類はこの溶解体と混合する。この混合は、バッチミキサーの押出し器を使い実施でき、そして製品はフレーク又はペレットに固形化でき、これらは更に必要に応じて粉末かされ、より細かい粒子にすることもできる。

30

【0071】

主要成分に関する乾燥処方の組成は、典型的には下表の範囲内に入る：

【0072】

【表2】

材料	(重量部)	
	範囲	好適範囲
キサンタン	2-10	3-8
ポリグルコマンナン	2-10	3-8
比率キサンタン：ポリグルコマンナン	1:4-4:1	1:2-2:1
全乳化剤	25-80	30-70
高HLB乳化剤	30-75	40-70
*低HLB乳化剤	5-40	10-30
粉末補助剤（随意）	2-10	3-8
*組合せ使用した場合		

【0073】

特に乾燥処方が冷分散を目的とする場合には、それ（乾燥混合産物）は望ましくは平均粒子サイズが約100ないし約500 μm の粉末である。より直接的に取り扱う場合、例えば粉末の燃焼リスクを下げる場合には、粉末が極微小の粒子を含む材料を殆ど含まないか、全く含まないことが望ましくい。具体的には、50 μm より小さいサイズの粒子の割合は10%より少なく（重量で）、望ましくは2%より少なく、特には1%より少ない。冷分散性が重要な条件でない場合には、乾燥処方の物理形上はそれほど細かなくても良く、例えばとパステル、ペレット、及び／又はフレークでよい。このような形上では、平均粒子サイズは粉末より明らかに大きく、例えばパステル及び／又はペレットに関しては0.5ないし5mmであり、厚さは0.1ないし1mmであり、長さ及び／又は幅は2.5ないし10mmであり、約1ないし約6mmの粒子サイズに相当する（等容積の球体の直径として測定した場合）。これら大型の粒子は、発明の別の観点を形成する。粉末に関しては、微粒子のレベルは低いことが望ましく、具体的には50 μm より小さいサイズの粒子の割合は10%より少なく（重量で）、望ましくは2%より小さく、特には1%より小さい。

【0074】

以下実施例により発明を例示する。いずれの割合及びパーセンテージも特記無い限り重量による。発明の実施例は連番が続く実施例番号により、比較実施例は「C」を含む番号で表される。

【0075】

材料

乳化剤

- EM1 Brij72-HLB4.9ステアリルアルコール2-エトキシレート、例 Uniqema
 EM2 Brij721-HLB15.5ステアリルアルコール21-エトキシレート、例 Uniqema
 EM3 Brij78-HLB15.3ステアリルアルコール20-エトキシレート例 Uniqema
 EM4 重量比3:2のBrij72及びBrij721の組合せ
 EM5 Brij700-HLB18.8ステアリルアルコール100-エトキシレート、例 Uniqema
 EM6 Sisterna SP70-C-HLB15ショ糖ステアリン酸塩／パルチミン酸エステル（約75%モノエステル）例 Sisterna
 EM7 RyotoS1570-HLB15ショ糖ステアリン酸塩（約70%モノエステル）例 Ryoto
 EM8 Sisterna SP750-HLB15ショ糖ステアリン酸塩／パルチミン酸エステル（約75%モノエステル）例 Sisterna

- EM9 PlurolWL 1009-ポリグリセリル-6-時ステアリン酸エステル、例 Gattefosse
 EM10 Atmos 150-グリセロールモノステアリン酸エステル及びグリセロール時ステアリン酸エステルの混合体、例Uniqema
 EM11 CitremFP 1201-クエン酸ノグリセロールモノステアリン酸エステルトランスエステル化産物、例Quest
 EM12 Sisterna SP80-C-HLB15ショ糖ステアリン酸塩ノパルチミン酸エステル(約80%モノエステル)例 Sisterna
 EM13 Ariatone2121-ショ糖ココア酸エステル及びソルビタンステアリン酸の1:1混合体、例Uniqema
 EM14 Span85-ソルビトートトリオレイン酸、例Uniqema 10
 EM15 Arlasolve200-イソ-セチルアルコール20-エトキシレート、例Uniqema
 EM16 Arlatone T-ソルビタンパーオレアート40-エトキシレート、例Uniqema
 EM17 ArlaceI P-135-ポリヒドロキシステアリン酸エステルpPEG-ポリヒドロキシステアリン酸エステルブロックコポリマー重合性界面活性剤、例Uniqema
 EM18 SynperonicPE/F127-PE/POブロックコポリマー界面活性剤、例Uniqem。

【 0 0 7 6 】

多糖類安定化剤(PSは発明の安定化剤である;CSは比較用安定化剤である)

- PS1 重量比1:1のKeltrolF-食用キサントガム、例えばKelco及びKonjakPA-高純度(純度>90%)Konjakゴム例えばDr W Behr
 PS2 Nutricol GP6621-若干のデキストロースを含むキサント及びKonjakゴム(重量で約60:40)Konjakゴムの市販混合品、例えばFMC 20
 PS3 重量比1:1のKeltrol FとKonjak AS-高粘度ポテンシャルKonjakゴム、例えばDr W Behr
 PS4 重量比1:1のKeltrol FとKonjak MS83Konjakゴム、例えばDr W Behr
 PS5 重量比1:1のKeltrolFとKonjak MS119Konjakゴム、例えばDr W Behr
 PS6 重量比1:1のKeltrolFとNutricol GP 6220 Konjakゴム、例えばFNC
 PS7 重量比1:1のKeltrol TとNutricol GP312Konjakゴム、例えばFMC
 PS8 重量比1:1のKeltrol T等級キサントガム、例えばKelcoとKonjak PA
 PS9 重量比1:1のRhodopol SC等級キサントガム、例えばRhône-PoulencとKonjak PA
 PS10 重量比1:1のRhodicare S等級キサントガム、例えばRhône-PoulencとKonjak PA 30
 PS11 重量比1:1のKeltrol TFキサントガム、例えばKelcoとNutricol GP 312
 PS12 重量比1:1のKeltrol MとKonjak G-0467-98-1、例えばFMC
 PS13 重量比1:1のKeltrol CG-FとKonjak G-0467-98-1
 PS14 重量比1:1のKeltrol MとNutricol GP 312
 PS15 重量比1:1のKeltrol CG-FとNutricol GP 312
 PS16 重量比1:1のRhodopol SC とLeolex RX-H Konjakゴム、例えばShimizu
 CS1 重量比1:1のKeltrol FとVidogum SP200-Taraゴム、例えばUnipektin
 CS2 重量比1:1のKeltrol F+Vidogum L200-イナゴマメゴム、例えばUnipektinCS4 Sala dizer 250-キサントの商品名及びガール及びアルギン酸ゴム、Ticゴム。
 CS5 Kelgum-キサントの商品名及びイナゴマメゴム、例えばKelco。 40
 CS5 GFS-キサントの商品名、イナゴマメ及びガールゴム、例えばKelco。

【 0 0 7 7 】

増粘剤

- TH1 Structure Solanace-修飾型ジャガイモポテト澱粉、例えばNational Starch
 TH2 LaurexCS-セテアリルアルコール(ステアリル及びセチルアルコールの混合体)
 TH3 ステアリン酸
 TH4 Structure Zea-ヒドロキシプロピルジ澱粉リン酸、例えばNational StarchTH5 Vidogum SP200-Tara ゴム、例えばUnipekitn
 TH6 Konjak PA
 TH7 Natrosol 250HR-ヒドロキシエチルセルロース、例えばHerules 50

TH8 JagurHP-8- ガールヒドロキシプロピルエール、例えばRhône-Poulenc
 TH9 Avicel RC-591- ナトリウムCMC及び微結晶セルロース、例えばFMC
 TH10 SeaSpen-iota Carrageenan 例えはFMC
 TH11 Lunacera M - 微結晶蠟、例えはFuller

【 0 0 7 8 】

油 / 緩和剤

油 1 Arlamol M812- カプリル酸 / カプリルトリグリセリド緩和オイル、例えはUniqema
 油 2 Arlamol HD- イソパラフィン緩和オイル、例えはUniqema
 油 3 Ariamol E- ステアリルアルコール15-プロボキシリレート緩和オイル、例えはUniqema 10
 油 4 DC200(350CS)-ジメチコンシリコンオイル、例えはDow Corning
 油 5 DC200(20CS)-ジメチコンシリコンオイル、例えはDow Corning
 油 6 Eutanol G-オクチルドデカノール、例えはHenkel
 油 7 イソプロピルパルミタート
 油 8 ホホバ油
 油 9 DC245-シクロメチコンシリコンオイル、例えはDow Corning
 油 10 DC245 (15部) ; DC200 (4部) 及びDC1403 (ジメチコン及びジメチコノールシリコンオイルの混合物、例えはDow Corning) (1部) の混合体
 油 11 液体パラフィンオイル 20
 油 12 Estol3609-トリエチルヘキサノイン、例えはUniqema
 油 13 Pripure 3759 - スクアラン、例えはUniqema
 油 14 Prisorine 2021- イソプロピルイソステアリン酸、例えはUniqema

【 0 0 7 9 】

その他の成分保存剤

Pre 1 Germaben II- 保存剤、例えはSuton
 Pre 2 Nipaguard PBX - 保存剤、例えはNipa
 Pre 3 フェノキシエタノール、例えはNipa 30
 Pre 4 Nipaguard DMDMH-DMDM Hydanton, 例えはNipa

【 0 0 8 0 】

その他添加物

Add 1 グリセロール - 保湿剤
 Add 2 Dragosantol - ビスアボロール、例えはDragoco
 Add 3 D-パンテノール、例えはBASF
 Add 4 芳香剤フローラル / オリエンタル (AF27536)、例えはQuest NV
 Add 5 芳香剤柑橘類 / ハーブ (AF27450)、例えはQuest NV
 Add 6 尿素
 Add 7 DHA-ジヒドロキシアセトン (50重量 % 水溶液) 40
 Add 8 エチルアルコール
 Add 9 AtlasG-2330、例えはUniqema
 Add 10 プロピレングリコール
 Add 11 PEG400
 Add 12 PEG1500
 Add 13 Parsol MCX- オクチルメトキシシナマート、例えはGivaudin
 Add 14 Parsol 1789- プチルメトキシシベンゾイルメタン、例えはGivaudin
 Add 15 Parsol 5000-4- メチルベンジルイデンカンフル、例えはGivaudin
 Add 16 Tioveil AQ- 2 酸化チタンのポリアクリレート安定化懸濁水、例えはUniqema
 Add 17 水分散性色素混合物 : 二酸化チタン (10部) ; 黄酸化鉄 (2部) ; 赤酸化鉄 (0.4 50

部) ; 及び黒酸化鉄 (0.25部)

Add18 Hombitec H- 二酸化チタン、例えばSachtleben

Add19 Tioveil FIN-超微細二酸化チタン及びアルミナのアルキルベンゾネート懸濁液及びポリヒドロキシステアリン酸、例えばUniqema

Add20 Spectraveil FIN-微細酸化亜鉛のアルキルベンゾネート懸濁液及びポリヒドロキシステアリン酸、例えばUniqema

Add21 DEET-ジエチルトルアミド昆虫忌避剤

Add22 シトロネラ油

水 蒸留水

【0081】

10

調製方法

熱分散 - 乳液

キサンタン及びKonjakゴム粉末を80 の水に分散し、乳化剤システムを水に加え、20分間攪拌した。油性成分を混合し、油相として混合液に80 にて加え(必要に応じて加熱しながら)、混合液を2分間、Ultra-Turraxミキサー、8000rpm(およそ133Hz)、80 にてホモジェナイズし、次にゆっくり攪拌しながら室温まで冷却した。

【0082】

冷分散 - 乳液

キサンタン及びKonjakゴム粉末を前もって混合して粉末化し(必要に応じてKonjakを挽く)、混合粉末を室温にて水に分散し、乳化剤システムを水に加え、20分間攪拌した。油性成分を混合し、油相として混合液に室温にて加え、混合液を2分間、Ultra-Turraxミキサー、8000rpm(およそ133Hz)、80 にてホモジェナイズし(特異加熱なしに)、次にゆっくり数分間攪拌した。

20

【0083】

熱分散 - クリーム

キサンタン及びKonjakゴム粉末を80 の水に分散し、高HLB乳化剤を加え80 にて20分間攪拌した。低HLB乳化剤を油性成分の混合体に加え、油相を形成し、80 に加熱する。水相に攪拌しながら増粘剤を、続いて油相を加える。次に混合体を2分間、Ultra-Turraxミキサー、8000rpm(およそ133Hz)、80 にてホモジェナイズし、次に乳剤をゆっくり攪拌しながら室温まで冷却した。

30

【0084】

冷分散 - クリーム

キサンタン及びKonjakゴム粉末を室温にて水に分散し、高HLB乳化剤を加え、室温で20分間攪拌した。低HLB乳化剤を油性成分の混合体に加え油相を形成させた。増粘剤を水死王に加え、続いて攪拌しながら油相を加えた。次に混合液を2分間、Ultra-Turraxミキサー、8000rpm(およそ133Hz)、80 にてホモジェナイズし(特異加熱なしに)、次にゆっくり数分間攪拌した。

【0085】

試験方法

粘度はBrookfield RVDVI+適当なスピンドル(RV2、RV3、RV4又はRV6-試験する乳剤の粘度による)を使った粘度計を用い16rpm(0.1Hz)にて、乳剤作製1日後測定され、結果はmPa.sで表した。

40

【0086】

安定性は、室温(Amb)、5 にて冷却、又は40 及び50 の高温保存温度に保管した後、乳剤を観察して評価した。50 の保存安定性の測定は非常に過酷な試験である。

【0087】

安定性評価又は粘度測定の時点については「D」=日、「W」=週;及び「M」=月と略した。安定性「0」は、乳剤が満足にできなかったこと、又は最初の評価の前に破壊したことを意味している。

外観(「外観」と表す)は目により評価し、皮膚感覚は次の等級段階を利用し評価した:

50

【 0 0 8 8 】

- 1 非常に良い は最終使用に好適な外観と、良好なずり減粘性をもった良好な皮膚感覚を有していること、
- 2 良好は最終使用に好適な外観といくらかのずり減粘性を持つ中度の皮膚感覚を有していること、
- 3 受け入れ可能は最終使用に受け入れ可能な外観と皮膚感覚を有していること
- 4 不良 は若干のヌルヌル感及び／又は引きずり感のある外観を持ち、また皮膚感覚が特に良好ではないこと、
- 5 非常に悪い は非常にヌルヌルとし、引きずり感があり、そして皮膚感覚が不良なものである。

10

【 0 0 8 9 】

状態 製品の乳剤の流動性は目で評価し、コメントは目的とする製品のタイプ（乳液、クリーム等）に関連つけて記載される。

【 0 0 9 0 】

小滴サイズ これは着色ラムダフィルターを利用し、偏光下にZeiss Jenalumar顕微鏡を用いて目により評価した。大部分の粒子に関する範囲については、結果はミクロン単位で表した。

【 0 0 9 1 】

実施例 1

液性の化粧用の乳液水中油相乳剤処方体は上記の乳液乳剤に関する熟工程を利用して作製した。乳剤成分は下表1aに、試験の結果は下表1bに示した。

20

【 0 0 9 2 】

【表 3】

表1a

Ex. No	処方体成分－（重量％）					
	EM1	EM2	PS1	油 1	Pre1	水
1. C. 1	0. 7	0. 3	－	20	1	100まで
1. 1	0. 69	0. 29	0. 02	20	1	100まで
1. 2	0. 67	0. 29	0. 06	20	1	100まで
1. 3	0. 63	0. 27	0. 1	20	1	100まで
1. 4	0. 48	0. 48	0. 06	20	1	100まで
1. 5	0. 95	－	0. 06	20	1	100まで
1. 6	－	0. 95	0. 06	20	1	100まで

30

40

【 0 0 9 3 】

【表 4】

表1b

Ex. No	粘度 (mPa. s)	PH	安定性				滴サイズ (μm)	コメント	
			Amb	5°C	40°C	50°C		状態	外観
1. C. 1	—	—	0	0	0	0	10-50	高液性	—
1. 1	783. 3	6. 8	>6M	>3M	>1M	1W	10-50	高液性	1
1. 2	1583	6. 9	>6M	>3M	>3M	2W	10-50	液体	2
1. 3	3166	6. 9	>6M	>3M	>3M	>3M	10-50	液体	3
1. 4	3133	6. 8	>6M	>3M	>3M	2W	5-30	液体	2
1. 5	3166	6. 3	>6M	>3M	>3M	>3M	10-50	液体	3
1. 6	2233	6. 3	4M	>3M	>3M	2W	5-30	液体	2

10

20

【 0 0 9 4 】

これら処方体は多糖類安定化剤が無く、乳化剤 1 % の状態では、乳剤はクリーム化に対して安定ではなく、急速に (1 日以内) に分解することを示している。多糖類安定化剤を極低レベルでも含むと、乳剤は高温でもその安定性を増大する。

【 0 0 9 5 】

実施例 2

一連の乳剤は、各種多糖類安定化剤をアルコールエトキシレート乳化剤と組み合わせ、乳液乳剤の製造に関する上記熟工程を利用し、作製した。成分は下表2aに、試験結果は下表2bに示した。

【 0 0 9 6 】

30

【表 5】

表2a

Ex. No	EM3 (重量%)	安定化剤		油 1 (重量%)	Pre1 (重量%)	水 (重量%)
		型	(重量%)			
2. 1	0. 05	PS1	0. 06	20	1	100まで
2. C. 1	0. 05	CS1	0. 06	20	1	100まで
2. C. 2	0. 05	CS2	0. 06	20	1	100まで
2. C. 3	0. 05	CS3	0. 06	20	1	100まで
2. 2	0. 05	PS2	0. 06	20	1	100まで
2. C. 4	0. 05	CS4	0. 06	20	1	100まで
2. C. 5	0. 05	CS5	0. 06	20	1	100まで
2. C. 6	0. 05	CS6	0. 06	20	1	100まで

【 0 0 9 7 】

【 表 6 】

表2b

Ex. No	PH	粘度 (mPa. s)	安定性		コメント	
			Amb	50°C	状態	外観
2. 1	6. 9	1833	>6M	>3M	液体	2
2. C. 1	7. 1	2500	2M	0	液体	2
2. C. 2	7. 2	2400	2W	3D	液体	4
2. C. 3	7. 2	—	0	—	高液性	2
2. 2	6. 9	3066	>6M	>6W	液体	2
2. C. 4	7. 3	—	0	—	高液性	2
2. C. 5	7. 2	3133	2W	0	液体	5
2. C. 6	7. 1	4800	2W	0	液体	5

【 0 0 9 8 】

これらの結果は、ポリグルコマンナンとキサンタンの組み合わせを多糖類安定化剤として利用すると乳剤を安定化するが、一方その他の組み合わせは乳剤に（せいぜい）不良な安定性しか供しないことを示している。

【 0 0 9 9 】

実施例 3

10

20

30

40

50

本実施例では乳剤は各種量のKonjakゴム (Konjak PA) 及びキサンタン (LetrolF) を多糖類安定化剤として取り込む熱法を利用し作られ、0.05%の乳化剤EM3、20%の皮膚軟化オイル1、1%の保存剤Pre1に水を加え100%とした基礎水性乳剤に加えられた。KonjakPA、KetrolFの量と両者の比は表3に示されている。表から、多糖類乳化剤中のKonjakゴムとキサンタンゴムの重量比が約50:50であるとき乳剤が最も安定することが分かる。合計で0.5%の安定化剤を含む乳剤では、多糖類安定化剤を含まないもの、あるいはKonjak又はキサンタンの一方だけを含むものは、試験に耐える程度に安定な乳剤を生じなかった。いずれのポリマーを使用しても、安定性は50:50の時に改善された；30:70ないし70:30の範囲のものは、一般には良好な安定性を示した。同様に外観も比率が50:50の時に改善し、30:70から70:30の範囲でも良好な外観を有した。全安定化剤として0.5%を含む乳剤に関しては、Konjak単独で作られた乳剤は安定性は不良であったが、その外観は良好であった；キサンタンのみで作られた乳剤は中程度の良好な安定性を示したが、外観は不良であった。等量のKonjakとキサンタンを用い作製された乳剤は非常に良好な安定性を示したが、外観が不良であった。このことから、乳剤を安定化させるのに必要な以上にKonjac/キサンタンを使用すると、流動性プロフィールを粘調にし、個人ケア用の利用にとって実務的には魅力的で無くなることを示唆している。

【0100】

【表7】

表3

Ex. No	Konjac (重量%)	キサンタン (重量%)	比率	PH	粘度 (mPa. s)	安定性			
						Amb	5°C	40°C	50°C
3. C. 1	—	—	—	—	—	0	0	0	0
3. C. 2	0.05	0	100.0	—	—	0	0	0	0
3. 1	0.045	0.005	90:10	6.7	2816	>3M	>3M	>3M	>3M
3. 2	0.035	0.015	70:30	6.7	4816	>3M	>3M	>3M	>3M
3. 3	0.025	0.025	50:50	6.7	1735	>3M	>3M	>3M	>3M
3. 4	0.015	0.035	30:70	6.7	2416	>3M	>3M	>3M	>3M
3. 5	0.005	0.045	10:90	6.7	3450	>3M	>3M	>3M	>3M
3. C. 3	0	0.05	0:100	—	*	0	0	0	0
3. C. 4	0.5	0	100.0	6.6	4500	1M	1M	0	0
3. 6	0.25	0.25	50:50	6.7	**	>3M	>3M	>3M	>3M
3. C. 5	0	0.5	100.0	6.7	2033	>3M	>3M	2M	2W

*安定した乳剤は得られなかった。

**BrookfieldRDV+での測定には高すぎる乳剤粘度

【0101】

実施例4

本実施例では、各種乳剤は乳液タイプの乳剤に関する上記の乳化法を利用し、乳各種の量の乳化剤から作製した。組成は表4aに記載されており、試験の結果は下表4bに示されている。これらのデータは油相を乳化するのに必要とされる以上に乳化剤を過剰に使用すると、乳剤の安定性に悪影響を有していることを示している。

【 0 1 0 2 】

【 表 8 】

表4a

Ex. No	EM3 (重量%)	PS3 (重量%)	油 1 (重量%)	Pre1 (重量%)	水 (重量%)
4. C. 1	—	0.06	20	1	100まで
4. 1	0.05	0.06	20	1	100まで
4. 2	0.5	0.06	20	1	100まで
4. 3	1	0.06	20	1	100まで

10

20

【 0 1 0 3 】

【 表 9 】

表4b

Ex. No	PH	粘度 (mPa. s)	安定性		滴サイズ (μ m)	コメント
			Amb	50°C		
4. C. 1	7	*	0	0	>100	乳剤なし
4. 1	6.9	1766	>3M	>3M	10-50	液体
4. 2	6.6	1366	>3M	2M	10-30	液体
4. 3	6.7	1333	>3M	1M	10-15	液体

30

*安定した乳剤できず

【 0 1 0 4 】

実施例 5

液性化粧乳液水中油相处方体は、天然に生ずるポリヒドロキシ性物質の脂肪酸エステルを利用し、乳液乳剤の製造に関する上記の熱工程を用い、下表5aにきさいの処方を利用して作製された。乳化剤を利用しない比較群、5.C.1は実施したが、しかし乳化剤なしに安定した乳剤はできなかった。下表5bに記載の結果は、安定した乳剤はショ糖エステル、特に高モノエステル含有ショ糖エステルを利用することで特に容易に作成できることが示されている。必要とされる乳化剤のレベルは、トリグリセリド油であるArlamoIM812（油 1）を利用した化粧品用乳液処方体中でアルコールエトキシレート乳化剤を使用した時に最低限必要とされるレベルより高い。アルコールエトキシレートを利用した場合、乳剤安定性は一定であることから、これら乳化剤は乳剤重量の約0.5ないし約1%である。ポリグリセロールエステルは中度の安定な乳剤を形成することから、このタイプのシステムではショ糖エステルに比べ有効性の低い乳剤と考えられる。

40

50

【 0 1 0 5 】

【 表 1 0 】

表5a

Ex. No	安定化剤		PS1 (重量%)	油 1 (重量%)	Pre1 (重量%)	水
	型					
5. C. 1	—		—	20	1	100まで
5. 1	EM6	0. 5	0. 06	20	1	100まで
5. 2	EM6	1	0. 06	20	1	100まで
5. 3	EM6	5	0. 06	20	1	100まで
5. 4	EM6	0. 95	0. 05	20	1	100まで
5. 5	EM7	0. 95	0. 05	20	1	100まで
5. 6	EM8	0. 95	0. 05	20	1	100まで
5. 7	EM9	0. 95	0. 05	20	1	100まで

【 0 1 0 6 】

【 表 1 1 】

表5b

Ex. No	pH	粘度 (mPa. s)	安定性				滴サイズ (um)	コメント	
			Amb	5°C	40°C	50°C		状態	外観
5. C. 1	7. 0	—	0	0	0	0	>100	—	—
5. 1	6. 7	1033	>3M	>3M	>3M	>3M	10-100	液乳	1
5. 2	6. 5	867	>3M	>3M	>3M	>3M	10-30	液乳	1
5. 3	6. 37	5300	>3M	>3M	2M	1M	10-30	乳状	2
5. 4	7. 2	600	>6M	>6M	2M	1M	20-50	高液乳	2
5. 5	6. 5	877	>6M	>6M	>6M	2M	5-15	高液乳	1
5. 6	7. 6	1466	>6M	>6M	>6M	2M	20-50	液乳	3
5. 7	7. 1	900	>6M	>6M	2M	1M	1-15	高液乳	1

【 0 1 0 7 】

実施例 6

本実施例は、発明の乳剤製造の熱及び冷乳化法を比較している。実施例6.1ないし6.3は、熱乳化法を利用し作製され、実施例6.4ないし6.6は同一レベルの多糖類乳化剤を用いた冷

10

20

30

40

50

乳化法により作製されており、そして実施例6.7ないし6.9はより高いレベルの多糖類安定化剤を用いた冷乳化法により作製されている。結果は、いずれの方法でも乳化は可能であるが、冷乳化の法が若干乳化が粗く、高いレベルの多糖類安定化剤を使用しない倍には安定性が低いことを示した。

【 0 1 0 8 】

【 表 1 2 】

表6a

Ex. No	分散温度	安定化剤		PS1 (重量%)	油 1 (重量%)	Pre1 (重量%)	水 (重量%)
		型	(重量%)				
6. 1	高	EM6	0. 95	0. 05	20	1	100まで
6. 2	高	EM7	0. 95	0. 05	20	1	100まで
6. 3	高	EM8	0. 95	0. 05	20	1	100まで
6. 4	低	EM6	0. 95	0. 05	20	1	100まで
6. 5	低	EM7	0. 95	0. 05	20	1	100まで
6. 6	低	EM8	0. 95	0. 05	20	1	100まで
6. 7	低	EM6	0. 95	0. 1	20	1	100まで
6. 8	低	EM7	0. 95	0. 1	20	1	100まで
6. 9	低	EM8	0. 95	0. 1	20	1	100まで

【 0 1 0 9 】

【 表 1 3 】

表6b

Ex. No	pH	粘度 (mPa. s)	安定性 Amb 50°C	滴サイズ (um)	コメント				
					状態	色	粉	分散	残査
6.1	7.0	600	>6M 1M	20-50	粘性液	黄	細	容易	無し
6.2	6.5	867	>6M 2M	5-15	粘性液	白	細	容易	無し
6.3	7.1	900	>6M 1M	1-5	粘性液	白	細	極容易	無し
6.4	7.5	400	5M 3W	10-50	粘性液	淡黄	細	容易	無し
6.5	7.1	800	>6M 3W	10-30	液体	白	細	容易	無し
6.6	7.5	600	5M 1W	10-30	極薄	白	細	極容易	無し
6.7	7.4	2066	>6M 5W	10-30	液体	淡黄	細	容易	若干
6.8	7.1	4166	>6M 2W	10-30	液体	白	細	容易	少
6.9	7.4	1733	>6M 6W	5-20	液体	白	細	極容易	無し

色は混合されたキサンタンコンニャク粉末の色を示している。

粉は混合されたキサンタンコンニャク粉末の粉碎状態を示している。

分散は、混合されたキサンタンコンニャク粉末を高強度混合下にどれだけ容易に水に分散するかを示している。

残査は、高強度混合後に残査として残ったキサンタン又はコンニャクの量を示す。

【0110】

実施例7

本実施例は、熱分散法と発明に従い安定化され作製された、両親媒性物質及び/又は蠟を含むことにより増粘されたクリーム状乳剤、即ち比較的高い粘性を持った乳剤を例示する。本実施例に関しては、両親媒性増粘剤を含む油相は以下の組成である：

【0111】

【表14】

材料	重量部	材料	重量部
油性成分		増粘剤成分	
油 7	4	TH2	4
油 8	1	TH3	3
油 2	1	TH10	3
油 6	2		
油 5	1		

10

【 0 1 1 2 】

処方7.C.1はこのタイプの製品にとって通常のレベルであるアルコールエトキシレート界面活性剤により乳化／安定化された。実施例7.1はキサンタン/Konjakを安定化剤とする同様のレベルの乳化剤を用いている。実施例7.2ないし7.5はキサンタン/Konjakを安定化剤として、そしてこのタイプの製品に関しより最適レベルに近いHLB値域を有する（全乳化剤及び安定化剤の1%）アルコールエトキシレートを有する本発明の乳化剤を利用している。乳化剤EM5を利用すると、最初に作られたクリーム粘性は比較的低かった（産物は粘調乳液であった）ため、この実施例に関しては7.4同様に、増粘剤（TH1）を追加して再度実施した。得られた産物は参照体同様の粘性を持ち、より軽い皮膚感覚を有していた。実施例7.6ないし7.7、及び付随する比較実験では、少量のアルカリ（10%NaOH液）を加え、pHを約6.5に上げた。これによりBrij78を利用した場合の安定性が適度に改善された。

20

【 0 1 1 3 】

安定性に関しては、7.1の安定性が参照体の安定性に比べ若干良好であったが、より低レベルの乳化剤を用い安定性を改善した場合には、適当な乳化をもたらすのに必要な量を超えた大量の乳化剤が、多糖類安定化剤の組合せが持つ安定化作用に干渉した。実施例7.1ないし7.4は、このタイプの油相については比較的親水性の乳化剤がよい結果をもたらすことを示している。実施例7.5ないし7.7は、安定性の結果はそれほど良好ではないが、若干低いHLBの乳化剤が利用できることを確認した。実施例7.8ないし7.9では、ショ糖エステル（高モノエステル）が乳化剤に利用されており、得られたクリーム産物は良好な安定性、外観、皮膚感覚を有し、且つアルコールエトキシレート乳化剤を用いた時得られるクリームに比べ若干低い満足いく粘性を示した。この実施例の処方表は表7aに、試験結果は下表7bに示した。

30

【 0 1 1 4 】

【 表 1 5 】

表7a

Ex. No	油相	乳化剤		TH1 (重量%)	PS1 (重量%)	Add1	Pre2	Add2	Add3	水
		タイプ	(重量%)							
7. C. 1	19	EM4	5	—	—	4	0.7	1	0.5	100まで
7. 1	19	EM4	5	—	0.06	4	0.7	1	0.5	100まで
7. 2	19	EM5	0.95	—	0.05	4	0.7	1	0.5	100まで
7. 3	19	EM3	0.95	—	0.05	4	0.7	1	0.5	100まで
7. 4	19	EM5	0.95	2	0.05	4	0.7	1	0.5	100まで
7. 5	19	EM3	0.95	—	0.05	4	0.7	1	0.5	100まで
7. 6	19	EM3	0.95	—	0.05	4	0.7	1	0.5	² 100まで
7. C. 2	19	EM3	1	—	—	4	0.7	1	0.5	² 100まで
7. 7	24 ¹	EM3	0.95	—	0.05	4	0.7	1	0.5	² 100まで
7. C. 3	24 ¹	EM3	1	—	—	4	0.7	1	0.5	² 100まで
7. 8	19	EM6	0.95	—	0.05	4	0.7	1	0.5	100まで
7. 9	19	EM6	0.95	—	0.05	4	0.7	1	0.5	100まで

1 追加の両親媒性増粘剤を加えた～2%TH2及び3%TH3

2 約0.05%10%のNaOH水溶液を加えPHを上げた

【 0 1 1 5 】

【 表 1 6 】

表7b

Ex. No	HLB	粘度 (mPa. s)	ppH	安定性				コメント	
				Amb	5℃	40℃	50℃	状態	外観
7. C. 1	約9	74500	4. 5	>6M	>3M	3M	2D	粘調クリーム	3
7. 1	約9	75600	4. 5	>6M	>3M	>3M	1W	粘調クリーム	3
7. 2	18. 8	19660	4. 5	>6M	>3M	>3M	2W	薄クリーム	2
7. 3	15. 3	42660	4. 3	>6M	>3M	>3M	1W	クリーム	1
7. 4	18. 8	76500	5. 0	>6M	>3M	>3M	>2W	粘調クリーム	1
7. 5	15. 3	42660	4. 0	>3M	>3M	3M	1W	クリーム	1
7. 6	15. 3	37500	6. 5	>3M	>3M	>3M	2W	クリーム	1
7. C. 2	15. 3	35600	6. 5	>3M	>3M	1M	0	クリーム	1
7. 7	15. 3	43830	6. 5	>3M	>3M	>3M	1W	クリーム	1
7. C. 3	15. 3	42560	6. 5	>3M	>3M	1M	0	クリーム	1
7. 8	15	41133	4. 6	>3M	>3M	>3M	2M	クリーム	1
7. 9	16	52820	4. 7	>3M	>3M	>3M	2M	粘調クリーム	1

【 0 1 1 6 】

実施例 8

本実施例はクリーム、即ち重合性増粘剤を含むことで増粘された、本発明による冷分散法により作製された、比較的高粘度の乳剤を例示する。

【 0 1 1 7 】

【 表 1 7 】

10

20

30

表8a

Ex. No	EM8 (重量%)	PS1 (重量%)	増粘剤		油 1 (重量%)	Pre1 (重量%)	水 (重量%)
			タイプ	(重量%)			
8.1	0.45	0.05	TH5	0.5	20	1	100まで
8.2	0.45	0.05	TH6	0.5	20	1	100まで
8.3	0.45	0.05	TH7	0.5	20	1	100まで
8.4	0.45	0.05	TH8	0.5	20	1	100まで
8.5	0.45	0.05	TH9	0.5	20	1	100まで
8.6	0.45	0.05	TH10	0.5	20	1	100まで

【 0 1 1 8 】

【 表 1 8 】

表8b

Ex. No	pH	粘度 (mPa. s)	安定性				滴サイズ μ m	外観
			Amb	5°C	40°C	50°C		
8.1	7.1	6800	>3M	>3M	>3M	2M	1-5	3
8.2	6.7	18660	>3M	>3M	2M	1M	1-10	4
8.3	6.9	6033	>3M	>3M	>3M	2M	5-15	3
8.4	7.5	5633	>3M	>3M	>3M	1M	5-20	3
8.5	7.2	2100	>3M	>3M	>3M	2W	50-100	3
8.6	6.9	11730	>3M	>3M	>3M	>1W	5-15	4

【 0 1 1 9 】

実施例 9

本実施例は熱分散法で作製された乳剤の安定性に及ぼすpH及び電解質の影響を調べている。使用した基本処方を実施例3.1（実施例9.4及び9.8）である。実施例9.1ないし9.3では、pHは乳酸を加えて下げられており、実施例9.5ないし9.7では水酸化ナトリウムを加え上げられている。実施例9.8ないし9.10では、増量された塩（NaCl）が組成体に加えられ、安定性が試験された。下表9には得られた乳液に関する特性及び安定性試験の結果が示されている。これらデータは、乳液がpHの減少に伴って安定性が次第に低下すること；この効果は、pHが4以下の時に特に顕著であることを示している。アルカリ側pHでは、乳剤は不安定になるが、pHが9を越えても50 という極端な保存条件を除いてはまだ安定であり、中程度に安定である場合には次第に変色（黄色）してくることから、幾つかの成分では化学的分解が起こっていることが示唆された。塩濃度が上昇すると乳液は不安定になることが

ら、キサンタン / Konjak安定化は電解質に対し感受性であることが示された。

【 0 1 2 0 】

【表 1 9】

表 9

Ex. No	pH	NaCl		粘度 (mPa. s)	安定性			
		(重量%)	モル		Amb	5°C	40°C	50°C
9. 1	3. 0	—	—	—	0	0	0	0
9. 2	3. 4	—	—	1700	2M	>3M	0	0
9. 3	4. 0	—	—	3566	>3M	>3M	>3M	1D
9. 4	6. 9	—	—	3866	>3M	>3M	>3M	>3M
9. 5	7. 3	—	—	3166	>3M	>3M	>3M	>3M
9. 6	7. 7	—	—	2666	>3M	>3M	>3M	>3M
9. 7	9. 3	—	—	1466	>3M	>3M	>3M	2M
9. 8	6. 9	0	0	3866	>3M	>3M	>3M	>3M
9. 9	6. 7	0. 1	0. 017	—	1W	0	0	0
9. 10	6. 5	0. 3	0. 051	—	3D	0	0	0

【 0 1 2 1 】

実施例 1 0

本実施例では熱分散法にて作られた個人ケア用乳剤に一般的に用いられるタイプの芳香剤及び保存添加物を含むことの影響を調べた。使用した成分を下表10aに、そして試験結果を下表10bに示す。

【 0 1 2 2 】

【表 2 0】

表10a

Ex. No	EM3 (重量%)	PS1 (重量%)	増粘剤		油 1 (重量%)	Pre1 (重量%)	水 (重量%)
			タイプ	(重量%)			
10.1	0.05	0.05	Add4	0.2	20	1	100まで
10.2	0.05	0.05	Add4	0.5	20	1	100まで
10.3	0.05	0.05	Add5	0.2	20	1	100まで
10.4	0.05	0.05	Add5	0.5	20	1	100まで
10.5	0.05	0.05	Add1	1	20	—	100まで
10.6	0.05	0.05	Add2	1	20	—	100まで
10.7	0.05	0.05	Add3	1	20	—	100まで
10.8	0.05	0.05	Add4	1	20	—	100まで

【 0 1 2 3 】

【 表 2 1 】

表10b

Ex. No	pH	粘度 (mPa. s)	安定性				コメント
			Amb	5°C	40°C	50°C	
10.1	6.6	1000	>3M	>3M	>3M	2M	液状乳液
10.2	6.4	1066	>3M	>3M	>3M	3W	液状乳液
10.3	6.4	933	>3M	>3M	>3M	1M	液状乳液
10.4	6.4	1000	>3M	>3M	>3M	2W	液状乳液
10.5	6.8	1833	>3M	>3M	>3M	>3M	液状乳液
10.6	6.4	3900	>3M	>3M	>3M	2W	液状乳液
10.7	6.4	3866	>3M	>3M	>3M	>3M	液状乳液
10.8	6.2	3066	>3M	>3M	>3M	>3M	液状乳液

【 0 1 2 4 】

実施例 1 1

本実施例では、様々な極性を持つ広範囲の皮膚軟化油をふくむ組成体の乳化及び安定性を比較し、さらに乳剤安定化剤としてキサンタン/イナゴマメゴムの組合せに対するキサンタン/Konjakの組合せの比較も行った。乳剤は熱分散法により作製された。試験乳剤の組成体は下表11aに、試験結果は下表11に示す。実施例11.4ないし11.7には最低量の乳化剤

10

20

30

40

50

を使用し作製された組成体を含んでおり、特に実施例11.5では非極性油2 (arlamolE) に関して、乳化剤 / 安定化剤の量は最適な安定性に適した実際の系に望まれる量に比べ低い。油4 (ジメチコンオイル) を利用する実施例11.7では、乳化は良好ではなく比較的大きな油小滴を伴うことが記載された。小滴サイズはより高レベルの乳化剤を利用することで小さくできた。

【 0 1 2 5 】

【表 2 2 】

表11a

Ex. No	EM3 (重量%)	安定化剤		油		Pre1 (重量%)	水 (重量%)
		タイプ	(重量%)	タイプ	(重量%)		
11. 1	0. 05	PS1	0. 1	油1	20	1	100まで
11. 2	0. 05	PS1	0. 1	油2	20	1	100まで
11. 3	0. 05	PS1	0. 1	油3	20	1	100まで
11. C. 1	0. 05	CS2	0. 1	油1	20	1	100まで
11. C. 2	0. 05	CS2	0. 1	油2	20	1	100まで
11. C. 3	0. 05	CS2	0. 1	油3	20	1	100まで
11. 4	0. 05	PS1	0. 05	油1	20	1	100まで
11. 5	0. 05	PS1	0. 05	油2	20	1	100まで
11. 6	0. 05	PS1	0. 05	油3	20	1	100まで
11. 7	0. 05	PS1	0. 05	油4	20	1	100まで

【 0 1 2 6 】

【表 2 3 】

表11b

Ex. No	pH	粘度 (mPa. s)	安定性				コメント		
			Amb	5℃	40℃	50℃	色	状態	外観
11. 1	6. 8	3333	>6M	>3M	>3M	>3M	白	液状乳液	2
11. 2	6. 9	3600	>6M	>3M	>3M	>3M	白	液状乳液	2
11. 3	5. 6	3400	>6M	>3M	>3M	>3M	白	液状乳液	2
11. C. 1	7. 2	6800	>6M	>3M	1M	1W	白	乳液	5
11. C. 2	7. 0	6400	5M	>3M	2W	1W	白	乳液	5
11. C. 3	5. 5	6333	2M	>3M	2W	2D	白	乳液	5
11. 4	6. 8	1833	>3M	>3M	>3M	>3M	白	液状乳液	2
11. 5	6. 7	1500	2M	>3M	1M	1M	白	液状乳液	2
11. 6	5. 6	2033	>3M	>3M	>3M	>3M	白	液状乳液	2
11. 7	6. 5	1000	>3M	>3M	>3M	>3M	灰	透明	3

【 0 1 2 7 】

実施例 1 2

本実施例では熱分散法により作られた乳剤中に水溶性添加物、共溶媒及び化学的ならびに物理的サンフィルターを加えることの影響を調べた。用いた成分は下表12aに、試験結果は下表12bに示す。予想通り、一般には水溶性添加物及び共溶媒の添加は乳剤の安定性を低下した。実施例12.9ないし12.11の油溶性の化学的サンフィルターは、乳剤安定性に対し有害作用があったとしても極僅かであった。水溶性サンフィルターは一般的にイオン性であり、乳剤を不安定化することから、本試験には加えなかった。12.12では、物理的サンフィルター（二酸化チタン）を用いているが、二酸化チタンの分散剤はナトリウムポリアクリル酸エステル分散体であることから、この電解質が乳剤の安定性に影響した。これとは別にこのことは、通常のポリアクリル酸エステル分散体を0.1重量%という極僅かな量発明の乳化剤安定化剤システムに用いた乳剤に加えること、そしてその結果乳剤の安定性が本質的に低下するという知見からも確認された。

【 0 1 2 8 】

【表 2 4】

表12a

Ex. No	EM3 (重量%)	PS1 (重量%)	添加物		油 1 (重量%)	Pre1 (重量%)	水 (重量%)
			タイプ	(重量%)			
12. 1	0. 05	0. 05	Add6	5	20	1	100まで
12. 2	0. 05	0. 05	Add7	5	20	1	100まで
12. 3	0. 05	0. 05	Add7	10	20	1	100まで
12. 4	0. 05	0. 05	Add1	10	20	1	100まで
12. 5	0. 05	0. 05	Add9	5	20	1	100まで
12. 6	0. 05	0. 05	Add10	10	20	1	100まで
12. 7	0. 05	0. 05	Add11	5	20	1	100まで
12. 8	0. 05	0. 05	Add12	5	20	1	100まで
12. 9	0. 05	0. 05	Add13	3	20	1	100まで
12. 10	0. 05	0. 05	Add14	3	20	1	100まで
12. 11	0. 05	0. 05	Add15	3	20	1	100まで
12. 12	0. 05	0. 1	Add16	10	20	1	100まで

【 0 1 2 9 】

【表 2 5 】

10

20

30

表12b

Ex. No	pH	粘度 (mPa. s)	安定性				コメント
			Amb	5°C	40°C	50°C	
12. 1	6. 8	1733	1M	2M	1W	1W	
12. 2	4. 6	1133	>3M	>3M	1W	0	
12. 3	7. 0	1466	>3M	>3M	>3M	2M	
12. 4	6. 5	2900	>3M	>3M	>3M	2M	僅かに透明
12. 5	6. 4	1366	2M	>3M	2M	2M	
12. 6	6. 6	2933	>3M	>3M	>3M	>3M	僅かに透明
12. 7	6. 3	1666	2M	2M	2M	1M	
12. 8	5. 6	1333	1M	2M	2W	1W	
12. 9	6. 3	2800	>3M	>3M	>3W	3M	
12. 10	6. 3	1633	>3M	>3M	>3M	3M	
12. 11	6. 3	3066	>3M	>3M	>3M	>3M	
12. 12	7. 8	1833	1W	1M	1M	1W	

10

20

【 0 1 3 0 】

実施例 1 3

30

本実施例では乳剤安定化剤として、各種等級のKonjak及びキサンタンを組合せ利用し、熱分散法により乳剤が作製された。組成を下表13aに、そして試験結果を下表13に示す。

【 0 1 3 1 】

【表 2 6 】

表13a

Ex. No	EM3 (重量%)	添加物		油 1 (重量%)	Pre1 (重量%)	水 (重量%)
		タイプ	(重量%)			
13. 1	0. 05	PS1	0. 05	20	1	100まで
13. 2	0. 05	PS2	0. 05	20	1	100まで
13. 3	0. 05	PS3	0. 05	20	1	100まで
13. 4	0. 05	PS4	0. 05	20	1	100まで
13. 5	0. 05	PS5	0. 05	20	1	100まで
13. 6	0. 05	PS6	0. 05	20	1	100まで
13. 7	0. 05	PS7	0. 05	20	1	100まで
13. 8	0. 05	PS8	0. 05	20	1	100まで
13. 9	0. 05	PS9	0. 05	20	1	100まで

【 0 1 3 2 】

【 表 2 7 】

表13b

Ex. No	pH	粘度 (mPa. s)	安定性				コメント		
			Amb	5℃	40℃	50℃	状態	外観	安定性
11. 1	6. 8	1833	>3M	>3M	>3M	>3M	極液状乳液	1	極良好
11. 2	6. 7	1766	>3M	>3M	>3M	>3M	極液状乳液	2	極良好
11. 3	6. 7	3133	>3M	>3M	>3M	>3M	極液状乳液	3	極良好
11. 4	6. 6	1700	>3M	>3M	>3M	2M	極液状乳液	2	中
11. 5	5. 8	3900	>3M	>3M	>3M	1M	極液状乳液	3	中
11. 6	5. 8	2800	>3M	>3M	>3M	1M	極液状乳液	3	良
11. 7	6. 7	2133	>3M	>3M	>3M	2M	極液状乳液	1	良
11. 8	6. 2	1466	>3M	>3M	>3M	2W	極液状乳液	1	中
11. 9	6. 7	1400	>3M	>3M	>3M	2W	極液状乳液	1	中

【 0 1 3 3 】

実施例 1 4

乳液乳剤は低HLB乳化剤としてクエン酸トランスエステルを用い、冷分散法により作製した。成分及び試験結果を下表14に示す。

【 0 1 3 4 】

【表 2 8】

表 1 4

Ex. No	量 (重量%)						粘度 (mPa. s)	安定性	
	PS7	EM5	EM11	Pre1	油 1	水		Amb	50°C
14. 1	0. 1	0. 4	0. 5	1	20	100まで	1600	>1W	>1W

10

【 0 1 3 5 】

実施例 1 5

本実施例では、幾つかのクリームを異なるタイプの増粘剤を利用し作製した。基本乳剤処方では20重量%の油 1、1重量%のPre1、0.9重量%の乳化剤 / 乳剤安定化剤、下表15に示す各種増粘剤及び100重量%とする水である。乳化剤安定化剤システムは、乳剤安定剤としての重量 1 部のPS1及び高HLB乳化剤としての重量 6 部のEM8、そして低HLB乳化剤として重量 2 部のEM10の組合せに基づいた。比較操作では、多糖類安定化剤を省き、乳化剤を加えた。操作15.1、15.1C、15.3及び15.3Cでは熱分散法を、操作15.2及び15.2Cでは冷分散法を利用した。各種処方に関する情報及び試験結果を下表15に示す。

20

【 0 1 3 6 】

【表 2 9】

表 1 5

Ex. No	増粘剤		粘度 (重量%)	pH	安定性		コメント	
	タイプ	(重量%)			Amb	50°C	状態	皮膚感
15. 1	TH1	2	25400	7. 6	>1M	>1M	乳液	1
15. 1. C	TH1	2	14660	7. 7	2W	1W	液状乳液	3
15. 2	TH7	1	34200	7. 0	>1M	>1M	乳液	2*
15. 2. C	TH7	1	16530	7. 0	3W	0	液状乳液	3
15. 3	TH2	3	16530	6. 7	>1M	>1M	乳液	1 **
15. 3. C	TH2	3	18730	6. 7	>1M	0	液状乳液	3

30

*若干粘着性

**引きずり感

40

【 0 1 3 7 】

実施例 1 6

各種組成の乳剤を、実施例15で使用した乳化剤安定化剤組成体を使い作製したが、基本乳剤は以下の組成である。

【 0 1 3 8 】

50

【表 3 0】

油相		水相	
油7	4	PS7	0.1
油8	1	EM8	0.6
油2	1	PS7	0.2
油6	4	PS7	4
油5	1	PS7	0.7
		水	100まで

10

【0139】

組成体の粘度は、増粘剤成分を加えることで変化した。操作16.1ないし16.4では、全ての組成体が同一の基本乳剤に由来するにもかかわらず粘度は液状の乳液からクリームまで増加した。操作16.1は冷分散法を、そして操作16.2、16.3及び16.4Cは熱分散法を利用して添加した増粘成分の取り込みを助けた（それらは室温にて固形）。増粘成分及び試験の結果は下表16に示した。組成体16.1及び16.2は液状の乳液であり、16.3ないし16.4はクリームである。いずれの組成体も軽い皮膚感覚を有し、極めて良好な広がり特性と良好な安定性を有していた。

20

【0140】

【表 3 1】

表 1 6

Ex. No	増粘剤（重量％量）			粘度 (mPa. s)	pH	安定性	
	TH2	TH3	TH11			Amb	50°C
16.1	0	0	0	4700	6.5	>6M	>2M
16.2	1	1	0	7300	5.7	>6M	>2M
16.3	4	3	0	39000	5.0	>6M	>2M
16.4	4	3	3	54830	4.6	>6M	>2M

30

【0141】

実施例 17

40

本実施例は、高及び低油濃度乳剤を含み、乳化剤及び多糖類安定化剤の割合を変え、冷分散法を利用して作製された各種油濃度の乳剤を例示している。使用した乳化剤／乳剤安定化剤成分（ES17）は重量2部のEM1と重量13部のEM5、重量2部のEM11及び重量2部のPS7を含む。乳剤は油重量の5%（ExNo17.1）、20%（ExNo17.2）及び40%（ExNo17.3）、1%のPre1及び0.25%（操作‘a’）、0.5%（操作‘b’）、0.75%（操作‘c’）及び1%（操作‘d’）のES17と、重量100%までの水を用い、冷乳化法により作られた。粘度及び安定性試験の結果を下表17に示す。使用した特定の油含有量又は乳剤安定化剤の量について処方を最適しなかったものの、発明の乳剤安定化剤システムは明瞭な柔軟性を示した。

【0142】

【表 3 2】

50

表17

Ex. No	粘度 (mPa. s)	安定性			
		Amb	5°C	40°C	50°C
17. 1a	570	>2M	>2M	>2M	1M
17. 1b	1033	>2M	>2M	>2M	2M
17. 1c	1266	>2M	>2M	>2M	>2M
17. 1d	2083	>2M	>2M	>2M	1M
17. 2a	467	>2M	>2M	>2M	1M
17. 2b	900	>2M	>2M	>2M	2M
17. 2c	1366	>2M	>2M	>2M	>2M
17. 2d	2033	>2M	>2M	>2M	2M
17. 3a	400	>2M	>2M	>2M	2M
17. 3b	1800	>2M	>2M	>2M	2M
17. 3c	1800	>2M	>2M	>2M	>2M
17. 3d	2460	>2M	>2M	>2M	1M

【 0 1 4 3 】

実施例 1 8

本実施例は非常に高い油濃度を持つ乳剤と、それらの典型的な化粧品での使用濃度への希釈を例示する。以下の成分を含む基礎処方を熱分散法にて作製した：

【 0 1 4 4 】

【表 3 3 】

部		部	
油 1	80	EM11	0.2
PS7	0.2	Pre1	1
EM5	1.3	水	17
EM1	0.2		

【 0 1 4 5 】

この基礎処方乳剤は19¥8500mPa.sの粘度を有していた。水（添加保存剤を含む）により各種希釈体を作製し、試験した。これら処方体及び試験結果を下表18に示す。希釈乳剤は非常に希薄な（ほぼ水に近い）乳液であり、特に高温での保存中に水相の分離の徴候を示したが乳剤崩壊の徴候はなかった。これは直接作製した低油乳剤がこの種の分離を示さな

かった実施例17とは対照的である。

【 0 1 4 6 】

【表 3 4 】

表 1 8

Ex. No	基礎 (重量%)	Pre1 (重量%)	水 (重量%)	安定性	
				amb	50℃
18. 1	50	0. 5	49	>1W	1W
18. 2	25	0. 7	74	>1W	2W
18. 3	15	1	84	>1W	2W

10

【 0 1 4 7 】

実施例 1 9

0.1部のPS7、0.65部のEM5、0.1部のEM1、0.1部のEM11を含む乳化剤安定剤（ES19）を用い、各種高油含有乳剤を冷分散法にて作製し、試験した。下表18に組成及び試験結果をまとめ、示した。これらデータは、発明により少なくとも中程度の安定性を持った高濃縮型乳剤ができることを示している。

20

【 0 1 4 8 】

【表 3 5 】

表 1 9

Ex. No	ES19 (重量%)	油 1 (重量%)	Pre2 (重量%)	水 (重量%)	粘度 (mPa. s)	安定性	
						amb	50℃
18. 1	0. 95	50	1	48	6400	>1W	>1W
18. 2	0. 95	60	1	38	11600	>1W	>1W
18. 3	0. 95	70	1	28	27700	>1W	>1W
18. 4	0. 95	80	1	18	75000	>1W	>1W

30

【 0 1 4 9 】

実施例 2 0

本実施例はメイク落としに於ける発明の乳剤の利用を例示する。それが一般には水不溶性油をベースとし、メイク落としにとって頑固な対象の代表であることから、いわゆる“防水型マスカラ”を試験材料として利用した。ニートオイルは効果的な除去剤であり、居パンには非極性油は極性油より良好であるが、実際の利用ではニートオイルは皮膚に脂汚れを残す傾向がある。一般に乳剤処方ニートオイルに比べ効果は低く、そして水中油形乳剤は一般に油中水系乳剤に比べ効果は低い。これは、油中水系乳剤が外（連続）相内に油を持っているため、この油がメイクアップと直接接触することに拠ると信じられている。

40

【 0 1 5 0 】

試験にはマスカラで人工皮膚をコーティングすること、除去成分を浸含させたパッドを機

50

械式アームで上記人工皮膚に作用させ除去を試みるが含まれている。試験は二重のセットで実施され、以下に示す結果は測定変化値の平均及び標準偏差である。“防水型マスカラ”除去に関する各種組成体の能力を調べた。3種類のタイプの処方体を2種類のタイプの油と組合せ試験した：油3は低極性油であり、油14は中度の極性油である。ニートオイル処方体及びEM4（高及び低HLBアルコールエトキシレートの混合体）により乳化し安定化された水中油形乳剤を、実施例19で使用した処方体により乳化及び安定化された発明の水中油形乳剤との比較に用いた。

【0151】

【表36】

表20

Ex. No	油		乳化剤		Add1	Pre2	水	変化	SD
	タイプ	量	タイプ	量					
20. C. 1	油2	100	—	—	—	—	—	57.4	6.2
20. C. 2	油14	100	—	—	—	—	—	53.5	5.3
20. C. 3	油2	20	EM4	5	4	0.7	100まで*	36.2	5
20. C. 4	油14	20	EM4	5	4	0.7	100まで*	28.4	7.9
20. 1	油2	20	EM19	1	4	0.7	100まで	51.4	3.5
20. 1	油14	20	EM19	1	4	0.7	100まで	48.2	4.2

*0.1部の増粘剤（Carbopol2050）を加え、人工皮膚上で試験できるまで乳剤の粘性を上げた。

【0152】

これらの結果はEM4を用いた乳剤は、連続相が水性であることから使用後の油汚れ感は大きく減じたものの、ニートオイルに比べ効果がひどいことを示している。発明の乳剤はマスカラ除去に関しニートオイルと同等であり、且つ使用後の油汚れ感が無い。

【0153】

実施例21

本実施例は水中油形乳剤が更に分散した色素を含んでいる懸濁乳剤の調製を例示する。処方体の成分を下表21aに示す。懸濁乳剤は以下の様に調製した：

【0154】

色素を混合し、研究室用粉碎器にて前粉碎した。水を80 に加熱し、糖界面活性剤（EM12）及びポリマー性安定化剤（PS11）を攪拌しながら水中に分散した。増粘剤（TH4）を加え、混合液を5分間強く攪拌した。次にグリセリン及び保存剤を加え混合し、更に激しく攪拌しながら色素を水相中に分散させた。油溶性乳化剤を含む油成分を80 に加熱し油相を分離した（必要な場合）。油相を水相に攪拌しながら加え、処方体を2分間Ultra-Turraxミキサー（約10000rpm；およそ170Hz）でホモジェナイズし、混合液を攪拌しながら室温まで冷却した。

【0155】

【表37】

表 2 1 a

Ex. No	PS11	EM12	EM10	Th4	油10	Add1	Add17	Pre2	水
21. 1	0. 05	0. 95	—	2	20	4	12. 65	0. 7	100まで
21. 1	0. 05	0. 95	2	3	20	4	12. 65	0. 7	100まで

実施例21. 1は良好な色素分散及び極めて良い皮膚感覚を有した液状乳液である。実施例21. 2は良好な色素分散と極めて良好な皮膚感覚を持つ粘調クリームである。幾つかの特性及び保存安定性データの概要を下表21bに示す。

10

【 0 1 5 6 】

【 表 3 8 】

表21b

Ex. No	pH	粘度		40℃	Amb	5℃
		(mPa. s)	スピンドル	1M	1M	1M
21. 1	6. 9	9500	RV3	NS	NS	NS
21. 2	6. 9	50700	RV5	NS	NS	NS

20

【 0 1 5 7 】

実施例 2 2

乳剤はティッシュ含浸への利用のために作られた。処方体の組成は下表22aに示した。乳剤は水相中のポリマー性安定化剤（PS7）及び保存剤と油相（流動パラフィン）中の乳化剤（EM1及びEM3）を使い、熱工程にて作製した。

30

【 0 1 5 8 】

【 表 3 9 】

表22a

Ex. No	PS7	EM1	EM3	Pre2	油11	水
22. 1	0. 05	0. 475	0. 475	0. 7	5	100まで

40

【 0 1 5 9 】

乳剤は極めて流動性に富む白色の乳液であり、ティッシュへの含浸に好適であった。幾つかの特性及び保存安定性データの概要を下表22bに示す。

【 0 1 6 0 】

【 表 4 0 】

表22b

Ex. No	pH	粘度		40℃	Amb	5℃
		(mPa. s)	スピンドル	1M	1M	1M
22. 1	6. 5	1400	RV3	NS	NS	NS

【 0 1 6 1 】

10

実施例 2 3

本実施例は、懸濁された固形相として物理的サンスクリーンを用いた懸濁乳剤を例示する。実施例23aでは、実施例23.1ないし23.4は物理的サンフィルターを使った水中油形スプレーサンスクリーン乳剤であり、実施例23.5ないし23.8は前分散した物理的サンフィルターを使った水中油形サンスクリーン乳液である。処方体の組成及びその測定された粘度を下表23a及び23bに示す。実施例23.1ないし23.4の処方体は、EM1及びEM2乳化剤を含む油相を乳化剤を溶解するまで温めたことを除き、以下の方法により全て冷工程にて作製された：

【 0 1 6 2 】

20

ポリマー性乳化剤を水中に分散し、均一になるまで攪拌し、続いて増粘剤(TH4)を均一になるまで攪拌しながら加えた。二酸化チタン(Add18)を次に加え、均一な分散体になるまで攪拌し、更に攪拌しながら他添加物(Add9)及び保存剤を加えた。油性成分(油2及び油3)ならびに乳化剤EM1及びEM2を混合し、乳化剤が融解するまで温め、この油相をゆっくりと水相に加えて均一な混合体を得た。この混合体を2分間ホモジェナイズし、続いて乳剤が形成されるまで攪拌した。

【 0 1 6 3 】

【表 4 1】

表23a

Ex. No	安定化剤		EM1	EM2	油2	油4	Th4	Add9	Add18	水	粘度 (mPa. s)
	タイプ	(%)									
23. 1	PS12	0. 1	0. 7	0. 2	8	4	1	4	3. 2	100まで	1960
23. 2	PS13	0. 1	0. 7	0. 2	8	4	1	4	3. 2	100まで	2040
23. 3	PS14	0. 1	0. 7	0. 2	8	4	1	4	3. 2	100まで	2190
23. 4	PS15	0. 1	0. 7	0. 2	8	4	1	4	3. 2	100まで	2680

30

40

【 0 1 6 4 】

実施例23.5ないし23.9の処方体は以下の方法により作成された：

水を80 に加熱し、他の水相成分(ポリマー性安定化剤及び乳化剤EM13)を加え、水相を80 に30分間、攪拌しながら維持した(乳化剤に膨潤)。混合液を次に30秒間ホモジェナイズした(速度設定5.5のPowerGen720ホモジェナイザー；8750rpm約145Hz)。混合した油相成分(油3、油9、Add19及びAdd20)を80 に攪拌しながら加熱し、油相を別に作製した。次にこの油相を水相にゆっくり攪拌しながら加えた。次に混合液を65 以上にて1分間ホモジェナイズ(速度設定5.5のPowerGen720ホモジェナイザー；8750rpm約145Hz)し、ゆっくり攪拌しながら室温まで冷却した。

50

【 0 1 6 5 】

用いた組成体と乳剤の粘度を下表23bに示す：

【 0 1 6 6 】

【表 4 2 】

表23b

Ex. No	安定化剤		EM13	油3	油9	Add19	Add20	水	粘度 (mPa. s)
	タイプ	(%)							
23. 1	PS12	0. 1	0. 9	2. 5	1. 25	7. 5	2. 5	100まで	17700
23. 2	PS13	0. 1	0. 9	2. 5	1. 25	7. 5	2. 5	100まで	8300
23. 3	PS14	0. 1	0. 9	2. 5	1. 25	7. 5	2. 5	100まで	15000
23. 4	PS15	0. 1	0. 9	2. 5	1. 25	7. 5	2. 5	100まで	10100

いずれの乳剤も安定であり、4℃、室温、46℃及び凍結融解を繰り返し

た（-5℃/40℃；3回）1週間の保存後も分離の徴候を示さなかった。

【 0 1 6 7 】

実施例 2 4

本実施例は昆虫忌避剤を含む発明の乳剤を例示する。ポリマー性安定化剤を均一になるまで攪拌しながら水中に分散し、次に残りの水相成分（乳化剤、EM15及びEM16）を攪拌しながら加えた。油相成分（乳化剤EM14、油 9、油 3、油12、Add21及びAdd22）を混合し、次に攪拌しながらゆっくりと水相に加えた。次に混合液を 2 分間ホモジェナイズし、乳剤になるまでゆっくり攪拌された混合液を保存剤を加える時点までホモジェナイズした。使用した組成体及び乳剤の粘度を下表24に示す：

【 0 1 6 8 】

【表 4 3 】

表24

Ex. No	安定化剤		EM 14	EM 15	EM 16	油9	油3	油2	Add 21	Add 22	Pre1	水	粘度 (mPa. s)
	タイプ	(%)											
24. 1	PS12	0. 1	0. 32	0. 4	0. 18	2	1	2	15	0. 2	1	100まで	2240
24. 2	PS13	0. 1	0. 32	0. 4	0. 18	2	1	2	15	0. 2	1	100まで	2940
24. 3	PS14	0. 1	0. 32	0. 4	0. 18	2	1	2	15	0. 2	1	100まで	2350
24. 4	PS15	0. 1	0. 32	0. 4	0. 18	2	1	2	15	0. 2	1	100まで	2220

【 0 1 6 9 】

乳剤は全て安定であり、最初の凍結融解サイクルにて若干の油の痕跡が乳剤頂部に認められたがその後のサイクルで悪化することもなく、4℃、室温、46℃及び凍結融解繰り返し（-5℃/40℃；3回）による1週間の保存の後も分離徴候を示さなかった。

【 0 1 7 0 】

実施例 2 5

本実施例は発明により作製された油中水中油形 (OWO) 複合乳剤を例示する。複合乳剤は、まず発明により安定化された一次水中油形乳剤を作製し、続いてこれを外油相中に乳化することで作製された。水溶性、又は分散性成分、ポリマー性安定化剤 (PS16) グリセロール (Add1) 及び保存剤 (Pre1) を、攪拌しながら徐々に水に加え (速度800-1000rpm)、約10分間攪拌し続けこれら成分を完全に分散させた後水性混合液を80℃に加熱した。

【0171】

油相成分 (油12、油13、油14及びEM3) を混合、70℃に加熱してからこの油相を攪拌しながら水相に加えた (速度800-1000rpm)。この混合液をUltra-Turraxを用い高速 (+/-10000rpm) にて2分間ホモジェナイズし、さらにゆっくり数分間 (速度800-1000rpm) 乳液が均一になるまで攪拌してから室温になるまで攪拌しながら冷却した。

10

【0172】

複合乳剤は、二次油相 (油2、油12及び油13) を混合し、ポリマー性乳化剤 (EM17) をこの油性混合物に攪拌しながら加え、40ないし45℃に加熱して作製した。中度に攪拌しながら一次乳剤をゆっくり二次油相に加え、混合体をUltra-Turraxブレンダーを使って1分間、9500rpmにてホモジェナイズした。次に乳剤を均一な外観が得られるまでホモジェナイズした。

【0173】

複合乳剤の組成を表25に示す：

【0174】

20

【表44】

表25a

Ex. No	複合乳剤成分									
	一次水中油形乳剤									
25. 1	PS16	Add1	Pre2	EM3	油12	油13	油14	水		
	0. 1	3	0. 7	0. 9	10	5	5	100まで		
	複合水中油形乳剤									
	一次乳剤		外油相成分							
			EM18	油 2	油12	油 3				
	75		3. 5	10. 5	5. 5	5. 5				
25. 2 及び 25. 3	複合乳剤成分									
	一次水中油形乳剤									
	PS16	EM1	EM5	EM11	Add1	Pre2	油2	油13	油14	水
	0. 1	0. 1	0. 7	0. 1	3	0. 7	10	5	5	100まで
	複合水中油形乳剤									
	一次乳剤		外油相成分							
EM17			油 2	油 3	油12					
25. 2	50		3. 5	23. 5	11. 5	11. 5				
25. 3	75		3. 5	10. 5	5. 5	5. 5				

【 0 1 7 5 】

乳剤の粘度を測定し（スピンドルRV3）、評価した保存安定性と結果を下表25bに示す。

【 0 1 7 6 】

【表 4 5 】

表25b

Ex. No	粘度 (mPa. s)	保存安定性				
		40℃		Amb		
		1 D	1W	1D	1W	1M
25. 1	<100	NS	NS	NS	NS	NS
25. 2	<100	NS	NS	NS	NS	NS

【 0 1 7 7 】

いずれの乳剤も極めて流動性の粘性の低い乳剤であった。

ラムダフィルターを使い、倍率1000倍のJenaluma顕微鏡を使った顕微鏡試験は、乳剤が水中油形小滴と、水小滴と見られる小滴（その中に油滴が見られない）を含んでいることを示した。

【0178】

実施例26

本実施例は本発明による水中油小滴（[WOW]）複合乳剤を例示する。

【0179】

油中水形一次乳剤は、水相成分（水とPre1）及び油相成分（EM17、油2、油3及び油12）を別々に混合し、約75℃に加熱し、その水相を油相中にゆっくり攪拌しながら加え、さらに1分間ホモジェナイズしてから油中水形乳剤をゆっくり攪拌しながら4℃に冷却し、再度ホモジェナイズしてからゆっくり攪拌しながら室温まで乳剤を冷却して作製した。複合乳剤は、界面活性剤（EM1、EM5及びEM7）を水中にゆっくり攪拌しながら加え、続いてEM18を加え、更に10分間攪拌し続けてからポリマー性安定化剤（PS16）を加え、混合液を80℃に加熱してから2分間ホモジェナイズして作製した。軽く攪拌しながら一次乳剤を加え、続いて保存剤を加え2回目の低エネルギーホモジェナイゼーションを行い、均一になるまで乳剤を攪拌してから室温まで冷却した。

【0180】

【表46】

表26a

Ex. No	複合乳剤成分							
26. 1 から 26. 5	一次油中水形乳剤							
	EM17	油 2	油 3	油12	Pre1	水		
	3. 5	15	7. 5	7. 5	1	-100		
	複合油中水中油形乳剤							
	一次乳剤		外水相					
PS16			EM1	EM5	EM7	EM18	Pre1	水
26. 1	40	0. 1	0. 2	0. 7	—	—	1	100まで
26. 2	20	0. 1	0. 2	0. 7	—	—	1	100まで
26. 3	60	0. 1	—	—	—	0. 9	1	100まで
26. 4	60	0. 1	—	—	0. 9	0. 9	1	100まで
26. 5	60	0. 1	—	—	0. 9	0. 5	1	100まで

【0181】

乳剤の粘性を測り（スピンドルRV3）そして乳剤の保存安定性を評価し、その結果を下表26bに示す。乳剤の顕微鏡試験（実施例25に同じ）は、小滴の大部分は油中水形乳剤の小滴であることを明瞭に示した。

【0182】

【表47】

表26b

Ex. No	保存安定性									粘度 (mPa. s)
	50℃			40℃			Amb			
	1 D	1 W	1 M	1 D	1 W	1 M	1 D	1 W	1 M	
26. 1	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	<100
26. 2	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	<100
26. 3	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	<100
26. 4	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	<100
26. 5	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	<100

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
A 6 1 K 8/39	(2006.01)	A 6 1 K 8/39
A 6 1 K 8/42	(2006.01)	A 6 1 K 8/42
A 6 1 K 8/60	(2006.01)	A 6 1 K 8/60
A 6 1 K 8/73	(2006.01)	A 6 1 K 8/73
A 6 1 K 8/92	(2006.01)	A 6 1 K 8/92
A 6 1 K 8/96	(2006.01)	A 6 1 K 8/96
A 6 1 K 8/97	(2006.01)	A 6 1 K 8/97
A 6 1 Q 19/00	(2006.01)	A 6 1 Q 19/00

(74)代理人 100102990

弁理士 小林 良博

(74)代理人 100093665

弁理士 蛭谷 厚志

(72)発明者 デッデレン, クリスチャン ジョセフ

ベルギー国, ベ - 3 0 7 8 メールベーク, ドルプストラート 1 4 4 ア

(72)発明者 ウェッツェル, シエリー

ベルギー国, ベ - 1 0 3 0 フリュッセル, リュ ガレー 1 0 6

(72)発明者 セリーン, グイード

アメリカ合衆国, ペンシルベニア 1 9 3 1 7, チャッツ フォード, オーチャード ビュー 5

審査官 關 政立

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

特開平 0 9 - 2 9 9 0 4 2 (J P , A)

国際公開第 9 8 / 0 1 9 5 5 3 (W O , A 1)

特開昭 5 9 - 0 2 9 6 0 5 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl., D B 名)

A61K 8/00-8/99