



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101060828 B

(45) 授权公告日 2011. 03. 09

(21) 申请号 200580012611. 7

(22) 申请日 2005. 04. 12

(30) 优先权数据

0409066. 8 2004. 04. 23 GB

(85) PCT申请进入国家阶段日

2006. 10. 23

(86) PCT申请的申请数据

PCT/GB2005/001389 2005. 04. 12

(87) PCT申请的公布数据

W02005/102265 EN 2005. 11. 03

(73) 专利权人 禾大国际股份公开有限公司

地址 英国北亨伯赛德

(72) 发明人 H·S·贝维那卡提 C·J·戴德伦

C·L·凯利 S·杰克森

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 邓毅

(51) Int. Cl.

A61K 8/37(2006. 01)

A61P 19/00(2006. 01)

A61P 17/04(2006. 01)

A61P 1/00(2006. 01)

C11D 1/66(2006. 01)

(56) 对比文件

US 20030203070 A1, 2003. 10. 30, 说明书第 1-6 页.

JP 平 2--86836 A, 1990. 03. 27, 说明书第 231 页右栏第 8-11 行、第 232 页右下栏第 17 行至第 233 页左上栏第 10 行.

WO 2004111168 A1, 2004. 12. 23, 说明书第 7 页第 5 行至第 8 页第 11 行.

US 6096325 A, 2000. 08. 01, 说明书第 6 栏第 5-61 行.

US 4022938 A, 1977. 05. 10, 说明书第 5-8 栏.

方云等. 助乳化剂对化妆品乳液稳定性和液晶性的影响. 日用化学工业 32 1. 2002, 32(1), 8-11.

审查员 吕茂平

权利要求书 2 页 说明书 15 页

(54) 发明名称

表面活性剂组合物

(57) 摘要

含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯的表面活性剂组合物, 其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数。该表面活性剂组合物特别适用于稳定乳液, 特别是个人护理或化妆产品。

CN 101060828 B

1. 一种表面活性剂组合物,其含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数,其中脱水山梨醇酯和山梨醇酯通过使山梨醇与脂肪酸或其衍生物反应制备,其中使用大于 80%重量的饱和脂肪酸,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 15 至 19,和 / 或山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 11 至 14,和以重量计脱水山梨醇酯与山梨醇酯的比率是 4 至 20 : 1。

2. 根据权利要求 1 的组合物,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数比山梨醇酯疏水基的平均碳原子数多 3 至 7 个碳原子。

3. 根据前述任一项权利要求的组合物,其中脱水山梨醇酯的浓度是 45 至 90%重量,和 / 或山梨醇酯的浓度是 3 至 15%重量,和 / 或异山梨醇酯的浓度是 7 至 25%重量。

4. 根据权利要求 1 或 2 的组合物,其包含脱水山梨醇棕榈酸酯和 / 或脱水山梨醇硬脂酸酯和 / 或山梨醇月桂酸酯。

5. 根据权利要求 4 的组合物,其中山梨醇月桂酸酯的浓度是 2 至 15%重量。

6. 根据权利要求 4 的组合物,其中以存在的山梨醇酯的总重量计,山梨醇月桂酸酯的浓度为至少 70%重量。

7. 根据权利要求 1 或 2 的组合物,其中基于山梨醇酯的总浓度以重量计,山梨醇单酯的浓度至少为 60%,山梨醇二酯的浓度小于 40%。

8. 根据权利要求 1 或 2 的组合物,其包含 2 至 15%重量的多元醇。

9. 根据权利要求 8 的组合物,其中 30 至 80%重量的多元醇是山梨醇。

10. 形成表面活性剂组合物的方法,其包括将脱水山梨醇酯组分与山梨醇酯组分混合在一起,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数,其中脱水山梨醇酯和山梨醇酯通过使山梨醇与脂肪酸或其衍生物反应制备,其中使用大于 80%重量的饱和脂肪酸,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 15 至 19,和 / 或山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 11 至 14,和以重量计脱水山梨醇酯与山梨醇酯的比率是 4 至 20 : 1。

11. 根据权利要求 10 的方法,其中表面活性剂组合物是权利要求 1 至 9 任一项定义的表面活性剂组合物。

12. 根据权利要求 10 的方法,其中脱水山梨醇酯组分含有 65 至 85%重量的脱水山梨醇酯。

13. 根据权利要求 10 的方法,其中山梨醇酯组分含有 50 至 85%重量的山梨醇酯。

14. 含有能够在水中形成液晶的表面活性剂组合物的乳液,该组合物含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数,其中脱水山梨醇酯和山梨醇酯通过使山梨醇与脂肪酸或其衍生物反应制备,其中使用大于 80%重量的饱和脂肪酸,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 15 至 19,和 / 或山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 11 至 14,和以重量计脱水山梨醇酯与山梨醇酯的比率是 4 至 20 : 1。

15. 根据权利要求 14 的乳液,其含有 1 至 7%重量的表面活性剂组合物。

16. 根据权利要求 14 和 15 任一项的乳液,其含有在环境温度下稳定大于 3 个月,和 / 或在 40°C 下稳定大于 2 个月,和 / 或在 50°C 下稳定大于 1 个月的液晶。

17. 根据权利要求 14 和 15 任一项的乳液,其中该乳液在环境温度下稳定大于 4 个月,

和 / 或在 40℃ 下稳定大于 3 个月, 和 / 或在 50℃ 下稳定大于 2 个月。

18. 含有表面活性剂组合物的个人护理或化妆产品, 该表面活性剂组合物含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯, 其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数, 其中脱水山梨醇酯和山梨醇酯通过使山梨醇与脂肪酸或其衍生物反应制备, 其中使用大于 80% 重量的饱和脂肪酸, 其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 15 至 19, 和 / 或山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 11 至 14, 和以重量计脱水山梨醇酯与山梨醇酯的比率是 4 至 20 : 1。

19. 表面活性剂组合物用于稳定乳液的用途, 该表面活性剂组合物含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯, 其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数, 其中脱水山梨醇酯和山梨醇酯通过使山梨醇与脂肪酸或其衍生物反应制备, 其中使用大于 80% 重量的饱和脂肪酸, 其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 15 至 19, 和 / 或山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 11 至 14, 和以重量计脱水山梨醇酯与山梨醇酯的比率是 4 至 20 : 1。

20. 表面活性剂组合物用于在水包油乳液的水相中形成液晶来稳定乳液的用途, 其中表面活性剂组合物含有至少 3% 重量的至少一种山梨醇酯, 其中山梨醇酯通过使山梨醇与脂肪酸或其衍生物反应制备, 其中使用大于 80% 重量的饱和脂肪酸, 其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 15 至 19, 和 / 或山梨醇酯疏水基的平均碳原子数为 11 至 14, 和以重量计脱水山梨醇酯与山梨醇酯的比率是 4 至 20 : 1。

## 表面活性剂组合物

### 发明领域

[0001] 本发明涉及一种含有脱水山梨醇酯和山梨醇酯的表面活性剂组合物,使用该表面活性剂组合物形成的乳液,特别是由该乳液形成的个人护理或化妆产品。

### 背景技术

[0002] 在例如个人护理、清洁、一般工业、食品和许多其它领域的广泛应用中,脱水山梨醇酯用作表面活性剂已经有很多年了,其具有乳化、分散、润湿和 / 或增溶特性。特别是,脱水山梨醇酯在个人护理应用中用作乳化剂,个人护理例如皮肤护理、防晒、化妆用品、装饰性化妆品、香料及芳香剂。

[0003] 脱水山梨醇酯的商业生产通常包括山梨醇与脂肪酸或其衍生物的反应,得到的产物的复杂混合物包括山梨醇的单酯、二酯、三酯和高级酯,脱水山梨醇单酯、脱水山梨醇二酯和脱水山梨醇高级酯,异山梨醇单酯和异山梨醇二酯以及未酯化的山梨醇、脱水山梨醇以及异山梨醇。前述各个组分的浓度可以变化,但是脱水山梨醇酯是主要的成分。存在显著量的异山梨醇酯,但是通常山梨醇酯的浓度非常低。山梨醇酯 / 脱水山梨醇酯 / 异山梨醇酯疏水基中存在的碳原子数由在反应中使用的特定脂肪酸(一种或多种)决定,它们的平均数目对于所有的成分将基本上相同。

[0004] 当前商业上可获得的脱水山梨醇酯在许多应用中都是有效的乳化剂,但是仍然有改进其性质的需要,特别是在个人护理的应用上,例如使用的灵活性、改善的耐水性、光滑并轻质的皮肤感觉以及铺展的性质。经常需要与脱水山梨醇酯一同使用另外的辅助乳化剂,如果可以开发基于山梨醇的自乳化体系(即不需要辅助乳化剂)将具有显著的优点,特别是能够在水中形成液晶,并且尤其是在水包油的乳液中形成液晶的体系。

[0005] 发明概述

[0006] 我们现已意外地发现了一种表面活性剂组合物,其可以克服或显著地减少至少一种上述的问题。

[0007] 相应地,本发明提供一种含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯的表面活性剂组合物,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数。

[0008] 本发明还提供一种形成表面活性剂组合物的方法,其中包括将脱水山梨醇酯组分与山梨醇酯组分混合在一起,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数。

[0009] 本发明进一步提供含有能够在水中形成液晶的表面活性剂组合物的乳液,其中表面活性剂组合物含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数。

[0010] 本发明进一步提供含有表面活性剂组合物的个人护理或化妆产品,其中表面活性剂组合物含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数。

[0011] 本发明还进一步提供表面活性剂组合物用于稳定乳液的用途,表面活性剂组合物含有至少一种脱水山梨醇酯和至少一种山梨醇酯,其中脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数大于山梨醇酯疏水基的平均碳原子数。

[0012] 本发明还进一步提供表面活性剂组合物用于在水包油乳液的水相中形成液晶来稳定乳液的用途,其中表面活性剂组合物含有至少 3% 重量的至少一种山梨醇酯。

[0013] 在本发明中使用的脱水山梨醇酯和 / 或山梨醇酯通常是通过使山梨醇与脂肪酸或其衍生物反应制备的,例如脂肪酸甲酯、脂肪酸乙酯和 / 或异丙基酯,或者脂肪酸甘油三酸酯。优选的脂肪酸含有 8 至 24 个碳原子,更优选 10 至 22 个,特别是 12 至 20 个,并且尤其是 12 至 18 个。优选线性脂肪酸。适合的脂肪酸包括癸酸、月桂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、硬脂酸和 / 或山萘酸。

[0014] 在一个优选的实施方案中使用大于 80% 重量,更优选大于 85% 重量,特别是大于 90% 重量,并且尤其是大于 95% 重量的饱和脂肪酸。使用的不饱和脂肪酸的浓度优选小于 20% 重量,更优选小于 15% 重量,特别是小于 10% 重量,并且尤其是小于 5% 重量。特别合适的饱和脂肪酸是油酸。

[0015] 适合地,脱水山梨醇酯疏水基(衍生自脂肪酸或其衍生物)的平均碳原子数(以摩尔为基础计)至少比山梨醇酯疏水基的平均碳原子数多 1 个碳原子,优选至少多 2 个,更优选多 3 至 7 个,特别是多 4 至 6 个,并且尤其是多 4.5 至 5 个碳原子。适合地,脱水山梨醇酯疏水基的平均碳原子数是 12 至 24,优选 14 至 20,更优选 15 至 19,特别是 16 至 18,并且尤其是 16.5 至 17.5。适合地,山梨醇酯疏水基的平均碳原子数是 8 至 20,优选 10 至 16,更优选 11 至 14,特别是 11.5 至 13,并且尤其是 12 至 12.5。

[0016] 适合地,在根据本发明的组合物中以重量计脱水山梨醇酯与山梨醇酯的比率是从 1 至 50 : 1,优选 2 至 30 : 1,更优选 4 至 20 : 1,特别是 7 至 13 : 1,并且尤其是 9 至 11 : 1。

[0017] 适合地,脱水山梨醇酯以全部组合物重量计浓度是 25 至 95%,优选 45 至 90%,更优选 60 至 85%,特别是 65 至 80%,并且尤其是 69 至 73%。适合地,山梨醇酯以全部组合物重量计浓度是 1 至 25%,优选 3 至 15%,更优选 5 至 12%,特别是 7 至 9%,并且尤其是 7.5 至 8.5%。适合地,异山梨醇酯以全部组合物重量计浓度是 3 至 35%,优选 7 至 25%,更优选 10 至 20%,特别是 14 至 18%,并且尤其是 15 至 17%。

[0018] 适合的脱水山梨醇酯包括脱水山梨醇椰油酸酯(sorbitan cocoate)、脱水山梨醇癸酸酯、脱水山梨醇月桂酸酯、脱水山梨醇肉豆蔻酸酯、脱水山梨醇棕榈酸酯和 / 或脱水山梨醇硬脂酸酯。优选的脱水山梨醇酯是脱水山梨醇棕榈酸酯和 / 或脱水山梨醇硬脂酸酯。

[0019] 在一个特别优选的实施方案中,脱水山梨醇棕榈酸酯和 / 或脱水山梨醇硬脂酸酯的浓度为存在于组合物中的脱水山梨醇酯的总浓度(以重量计)的至少 70%,更优选至少 90%,特别是至少 95%,并且尤其至少 98%。当以混合物存在时,脱水山梨醇棕榈酸酯与脱水山梨醇硬脂酸酯的摩尔比率优选是 0.3 至 4 : 1,更优选 0.5 至 2 : 1,特别是 0.7 至 1.5 : 1,并且尤其是 0.9 至 1.1 : 1。

[0020] 优选地,次要的脱水山梨醇酯组分是脱水山梨醇月桂酸酯,优选地,其存在的浓度为脱水山梨醇酯总浓度(以重量计)的小于 5%,更优选小于 3%,特别是 0.2 至 2%,并且尤其是 0.5 至 1.5%。

[0021] 根据本发明使用的脱水山梨醇酯优选含有单酯、二酯、三酯,并且任选四元酯的混合物。适合地,基于脱水山梨醇酯总浓度以重量计,单酯的浓度是至少 20%,优选至少为 25%,更优选至少 30%,特别是至少 35%,并且尤其是至少 40%。适合地,基于脱水山梨醇酯总浓度以重量计,单酯与二酯组合的浓度是至少 50%,优选至少为 65%,更优选至少 75%,特别是至少 80%,并且尤其是至少 85%。相应地,基于脱水山梨醇酯总浓度以重量计,三酯与四元酯组合的浓度适合地是不多于 50%,优选不多于 35%,更优选不多于 25%,特别是不多于 20%,并且尤其是并不多于 15%。

[0022] 适合的山梨醇酯包括山梨醇椰油酸酯 (sorbitol cocoate)、山梨醇癸酸酯、山梨醇月桂酸酯、山梨醇肉豆蔻酸酯、山梨醇棕榈酸酯和 / 或山梨醇硬脂酸酯,优选山梨醇月桂酸酯、山梨醇棕榈酸酯和 / 或山梨醇硬脂酸酯,并且更优选山梨醇月桂酸酯。

[0023] 在一个优选实施方案中,山梨醇月桂酸酯以全部组合物重量计浓度范围适合地是 0.5 至 25%,优选 2 至 15%,更优选 4 至 10%,特别是 6 至 8%,并且尤其是 6.5 至 7.5%。另外,适合地,山梨醇月桂酸酯的浓度为存在于组合物中的山梨醇酯总浓度(以重量计)的至少 30%,优选至少 50%,更优选至少 70%,特别是至少 80%,并且尤其至少 90%。进一步地,以重量计,山梨醇月桂酸酯的浓度优选比组合物中存在的任何其它各种山梨醇酯的浓度大至少 1 倍,更优选至少为 5 倍,特别是至少为 7 倍,并且尤其是至少为 10 倍。因此,优选山梨醇月桂酸酯是组合物中存在的主要的山梨醇酯。

[0024] 优选地,次要的山梨醇酯是山梨醇棕榈酸酯和 / 或山梨醇硬脂酸酯,以全部组合物重量计适合存在的混合浓度小于 7%,优选小于 5%,更优选小于 3%,特别是小于 1%,并且尤其小于 0.5%。

[0025] 在本发明中使用的山梨醇酯优选地含有单酯和二酯的混合物。单酯的浓度基于山梨醇酯总浓度(以重量计)适合地是至少 40%,优选至少为 60%,更优选至少 70%,特别是至少 80%,并且尤其是至少 85%。二酯的浓度基于山梨醇酯总浓度(以重量计)适合地是小于 60%,优选小于 40%,更优选小于 30%,特别是小于 20%,并且尤其是小于 15%。

[0026] 适合地,存在于根据本发明的组合物中的游离多元醇优选山梨醇、脱水山梨醇和 / 或异山梨醇,其以全部组合物重量计浓度是 0.5 至 20%,优选 2 至 15%,更优选 3 至 10%,特别是 4.5 至 6%,并且特别是 5%至 5.5%。适合地,大于 20%重量,优选 30 至 80%重量,更优选 35 至 70%重量,特别是 40 至 60%重量,并且尤其是 45 至 55%重量的游离多元醇是山梨醇。

[0027] 优选地通过将 (i) 主要地包含脱水山梨醇酯的组合物(下文中称作脱水山梨醇酯组分)以及 (ii) 主要地包含山梨醇酯的组合物(下文中称作山梨醇酯组分)一起混合来形成根据本发明的表面活性剂组合物。

[0028] 脱水山梨醇酯组分合适地以下述浓度包含脱水山梨醇酯:以全部组合物重量计为 25 至 98%,优选 45 至 90%,更优选 65 至 85%,特别是 74 至 82%,并且尤其是 76 至 80%。

[0029] 适合的脱水山梨醇酯包括脱水山梨醇椰油酸酯、脱水山梨醇癸酸酯、脱水山梨醇月桂酸酯、脱水山梨醇肉豆蔻酸酯,脱水山梨醇棕榈酸酯和 / 或脱水山梨醇硬脂酸酯。优选的脱水山梨醇酯是脱水山梨醇棕榈酸酯和 / 或脱水山梨醇硬脂酸酯。

[0030] 脱水山梨醇棕榈酸酯和 / 或脱水山梨醇硬脂酸酯的浓度为存在于脱水山梨醇酯组分中的脱水山梨醇酯的总浓度(以重量计)的优选至少 75%,更优选至少 92%,特别是

至少 97%，并且尤其是至少 99%。当以混合物存在时，脱水山梨醇棕榈酸酯与脱水山梨醇硬脂酸酯在脱水山梨醇酯组分中的优选摩尔比率与那些上述给出的用于根据本发明的表面活性剂组合物的相同。

[0031] 脱水山梨醇单酯、二酯和高级酯在脱水山梨醇酯组分中的优选浓度范围与那些上述给出的用于根据本发明的表面活性剂组合物的相同。

[0032] 适合地，在脱水山梨醇酯组中山梨醇酯以全部组合物重量计浓度是小于 10%，优选小于 6%，更优选小于 3%，特别是小于 1%，并且尤其是小于 0.5%。适合地，山梨醇酯含有山梨醇棕榈酸酯和 / 或山梨醇硬脂酸酯，优选以 0.3 至 4 : 1 的摩尔比率存在，更优选 0.5 至 2 : 1，特别是 0.7 至 1.5 : 1，并且尤其是 0.9 至 1.1 : 1。

[0033] 适合地，在脱水山梨醇酯组分中异山梨醇酯以全部组合物重量计浓度是 3 至 40%，优选 8 至 30%，更优选 12 至 25%，特别是 16 至 20%，并且尤其是 17 至 19%。

[0034] 存在于脱水山梨醇酯组分中的游离多元醇，优选山梨醇、脱水山梨醇和 / 或异山梨醇，其浓度以重量计适合地为 0.5 至 15%，优选 1 至 10%，更优选 1.5 至 6%，特别是 2 至 4%，并且特别是 2.5% 至 3.5%。优选大于 30% 重量，更优选 50 至 95% 重量，特别是 60 至 85% 重量，并且尤其是 70 至 80% 重量的游离多元醇是脱水山梨醇。

[0035] 脱水山梨醇酯组分适合地具有范围从 3 至 10 的 HLB 值，优选 3.5 至 8，更优选 4 至 6，特别是 4.4 至 5，并且尤其是 4.6 至 4.8。

[0036] 在山梨醇酯组分中的山梨醇酯的浓度以全部组合物重量计合适地是至少 25%，优选 40 至 95%，更优选 50 至 85%，特别是 60 至 80%，并且尤其是 65 至 75%。

[0037] 适合的山梨醇酯包括山梨醇椰油酸酯、山梨醇癸酸酯、山梨醇月桂酸酯、山梨醇肉豆蔻酸酯、山梨醇棕榈酸酯和 / 或山梨醇硬脂酸酯，并且优选山梨醇月桂酸酯。

[0038] 山梨醇月桂酸酯的浓度以存在于山梨醇酯组分中的山梨醇酯的总重量计优选至少 50%，更优选至少 80%，特别是至少 90%，并且尤其是至少 95%。

[0039] 在山梨醇酯组分中的脱水山梨醇酯，优选脱水山梨醇月桂酸酯的浓度，以全部组合物重量计合适的是小于 30%，优选 1 至 20%，更优选 3 至 12%，特别是 5 至 9%，并且尤其是 6 至 8%。

[0040] 存在于山梨醇酯组分中的游离多元醇，优选山梨醇、脱水山梨醇和 / 或异山梨醇，以全部组合物重量计其浓度优选 2 至 60%，更优选 10 至 50%，特别是 15 至 40%，并且特别是 20 至 30%。优选大于 50% 重量，更优选大于 75% 重量，特别是大于 85% 重量，并且尤其大于 95% 重量的山梨醇酯组分中的游离多元醇是山梨醇。

[0041] 在山梨醇酯组分中的山梨醇单酯与二酯的优选浓度范围与那些上述给出的用于根据本发明的表面活性剂组合物的相同。

[0042] 为了形成根据本发明的表面活性剂组合物，适当地，脱水山梨醇酯组分与山梨醇酯组分以从 0.5 至 100 : 1 范围的重量比率混合，优选 3 至 50 : 1，更优选 7 至 15 : 1，特别是 8 至 10 : 1，并且尤其是 8.5 至 9.5 : 1。

[0043] 根据本发明的表面活性剂组合物能在水中形成液晶，优选形成液晶，更优选在乳液中，特别优选在水包油乳液中。形成的液晶优选是溶致液晶（亦即依赖于浓度和温度），更优选层状相液晶，并且特别是  $L_{\alpha}$  相（纯的）液晶。

[0044] 表面活性剂组合物适用于形成乳液（和分散液），亦即成为乳化剂体系或成为部

分乳化剂体系,例如油包水乳液、多元醇(例如丙三醇)包油乳液、特别是水包油乳液,以及尤其是用于个人护理或化妆产品。

[0045] 根据本发明的乳液的油相优选地主要是用于个人护理或化妆产品的润肤油类型。润肤剂可以是并且通常是在环境温度下为液体的油性材料。可选项地,它在环境温度下是固体,这种情况下大量地它通常是蜡状固体,条件是在升高的温度下它是液体,在升高的温度下它可以包括在组合物中并被乳化。组合物的制备优选地采用最高 100°C 的温度,更优选是大约 80°C,因此这种固体润肤剂优选地具有小于 100°C 的溶解温度,并且更优选小于 70°C。

[0046] 通常适合的液体润肤油包括非极性油,例如矿物油或石蜡油,特别是异构烷烃油,油类,例如 Uniqema 出售的 Arlamol(商标)HD;或者中等极性油,例如植物酯油,如霍霍巴油、植物甘油酯油,动物甘油酯油,例如 Uniqema 出售的 Estol(商标)3603(辛酸/癸酸甘油三酸酯),合成油,例如合成的酯油,如棕榈酸异丙酯和 Uniqema 出售的 Estol 1512 和 Arlamol DOA,醚油,特别是两个脂肪烷基残基例如 C8 至 C18 烷基残基的醚油,例如 Cognis 出售的 Cetiol OE(二辛基醚),格尔伯特醇(guerbet alcohol)例如 Cognis 出售的 Eutanol G(辛基十二烷醇),或者硅油,例如聚二甲基硅氧烷油,如 DowCorning 出售的 DC200,环状聚二甲基硅氧烷油,或者具有聚氧化烯侧链以提高它们的亲水性的硅氧烷;或者包括烷氧基化物润肤剂例如脂肪醇丙氧基化物的高极性油,如 Uniqema 出售的 Arlamol E(丙氧基化的硬脂醇)。环境温度下为固体但在通常用于制备本发明的组合物的温度下为液体的适合的润肤剂材料包括霍霍巴蜡,牛油和椰子蜡/油。采用非极性油时,可能希望采用相对高浓度的根据本发明的表面活性剂组合物,以便达到适当地满意的乳化作用,特别是获得小油滴。

[0047] 可以使用并且常常使用润肤剂的混合物,在一些情况下固体润肤剂可完全或部分溶解于液体润肤剂中,或者结合后混合物的凝固点适当地低。润肤剂组合物在环境温度下是固体(例如脂肪醇类)时,所制备的分散体技术上可能不是乳液(尽管在大多数情况下不易检测油分散相的准确相),但是该分散体表现得似乎它们是真正的乳液,本文采用的术语乳液包括这样的组合物。

[0048] 油相的浓度可宽范围地变化。乳液中的油量以全部组合物重量计适合地是 1% 至 90%,优选 3 至 60%,更优选 5 至 40%,特别是 8 至 20%,并且尤其是 10 至 15%。

[0049] 乳液中存在的水量(或者多元醇,例如甘油)以全部组合物重量计适合的是大于 5%,优选范围是 30 至 90%,更优选 50 至 90%,特别是 70 至 85%,并且尤其是 75 至 80%。在根据本发明的乳液或个人护理或化妆产品中如上定义的表面活性剂组合物的量以全部组合物重量计适合的范围是 0.1 至 10%,优选 0.5 至 8%,更优选 1 至 7%,特别是 1.5 至 6%,并且尤其是 2 至 5.5%。

[0050] 根据本发明的乳液还可以含有形成部分乳化剂体系的其它额外的表面活性剂材料。其它适合的表面活性剂包括例如 HLB 值大于 10 的相对亲水的表面活性剂,优选大于 12,以及例如 HLB 值小于 10 的相对疏水的表面活性剂,优选小于 8。相对亲水的表面活性剂包括平均具有大约 10 至大约 100 个环氧烷残基,特别是环氧乙烷残基的烷氧基化表面活性剂;和相对疏水的表面活性剂包括优选具有平均大约 3 至大约 10 个环氧烷残基,特别是环氧乙烷残基的烷氧基化表面活性剂。

[0051] 个人护理或化妆乳液根据粘度分为优选具有最高 10000mPa. s 的低剪切粘度(在

典型用于 Brookfield 粘度计的大约  $0.1$  至  $10\text{s}^{-1}$  的剪切速率下测量) 的乳和乳剂, 以及优选具有大于  $10000\text{mPa}\cdot\text{s}$  的低剪切粘度的膏。乳和乳剂优选具有范围从  $100$  至  $10,000\text{mPa}\cdot\text{s}$  的低剪切粘度, 更优选  $200$  至  $5,000\text{mPa}\cdot\text{s}$ , 并且特别是  $300$  至  $1,000\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。根据本发明的表面活性剂组合物在乳和乳剂中的存在量以全部组合物重量计优选是  $2$  至  $3\%$ 。

[0052] 膏优选具有至少  $20,000\text{mPa}\cdot\text{s}$  的低剪切粘度, 更优选范围是  $30,000$  至  $80,000\text{mPa}\cdot\text{s}$ , 并且特别是  $40,000$  至  $70,000\text{mPa}\cdot\text{s}$ , 甚至可以是更高的粘度, 例如可以使用高至约  $10^6\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。在膏中的表面活性剂组合物的存在量以全部组合物重量计优选是  $4$  至  $5.5\%$ 。

[0053] 本发明的乳液可以通常通过常规乳化及混合的方法制备。例如, 可以将表面活性剂组合物加入至 (i) 油相中, 然后加入至水相, 或者加入至 (ii) 油相和水相的混合物中, 或者加入至 (iii) 水相中, 然后加入至油相中。优选方法 (iii)。在所有这些方法中, 随后可以使用标准技术将得到的混合物乳化。优选加热水相和油相通常高于约  $60^\circ\text{C}$ , 例如约  $80$  至  $85^\circ\text{C}$ , 或者将水相在较低温度下进行高强度混和, 例如环境温度。如果需要, 可以将剧烈混合与采用适度升高的温度相结合。加热和 / 或高强度混和可以在加入油相之前、期间或之后实施, 但是一经乳化, 小心不要过度混合或者搅拌以破坏液晶体系。

[0054] 乳液也可通过反向乳化法 (inverse emulsification) 制备, 表面活性剂组合物加入至油相或水相中, 并将水相混合进油相以最初形成油包水乳液。继续加入水相直到该体系转化成水包油乳液。一般需要大量的水相来实现转化, 于是这种方法不太可能适用于高油相含量的乳液。如果需要, 可以将剧烈混合与采用适度升高的温度相结合。加热可以在加入水相期间或之后实施和在转化之前、期间或之后实施。高强度混和可以在加入水相期间或之后实施, 和在转化之前或期间实施。

[0055] 乳液可以例如是微乳液或纳米乳液, 其具有宽范围的平均液滴尺寸, 优选范围是  $10$  至  $10,000\text{nm}$ 。在一个实施方案中, 例如通过高压均化, 乳液的液滴尺寸可以减小至优选地从  $100$  至  $1,000\text{nm}$ , 更优选  $300$  至  $600\text{nm}$ 。

[0056] 根据本发明的乳液, 如本文所述进行测定, 在环境温度下 ( $23^\circ\text{C}$ ), 还优选  $4^\circ\text{C}$ , 优选可以稳定大于一个月, 更优选大于两个月, 特别是大于三个月, 并且尤其是大于四个月。甚至在较高温度下稳定性都是特别重要的, 因此乳液如本文所述进行测定, 适当地在  $50^\circ\text{C}$  可以稳定大于一周, 优选大于两周, 更优选大于三周, 特别是大于一个月, 并且尤其是大于两个月。在一个特别优选的实施方案中, 在上述时间和温度试验方式下基本上可以保持在乳液形成期间生成的液晶。

[0057] 乳液中也可包括许多其它的成分以制备个人护理或化妆用组合物或产品。这些成分可以是油溶的、水溶的或不溶的。这些物质的实例包括:

[0058] (i) 防腐剂, 例如基于对羟基苯甲酸酯 (4-羟基苯甲酸烷基酯) 的那些, 苯氧基乙醇、取代的脲和乙内酰脲衍生物, 例如商业上出售的商品名为 Germaben II Nipaguard BPX 和 Nipaguard DMDMH 的那些, 优选地使用时浓度以全部组合物重量计是  $0.5$  至  $2\%$ ;

[0059] (ii) 香料, 优选地使用时浓度以全部组合物重量计是  $0.1$  至  $10\%$ , 更优选最高大约  $5\%$ , 特别是最高大约  $2\%$ ;

[0060] (iii) 保湿剂或溶剂, 例如醇, 多元醇例如甘油和聚乙二醇, 优选地使用时浓度以全部组合物重量计是  $1$  至  $10\%$ ;

[0061] (iv) 阳光过滤或防晒物质, 包括有机防晒剂和 / 或包括那些基于二氧化钛或氧

化锌的无机防晒剂；优选地使用时浓度以全部组合物重量计是 0.1% 至 20%，更优选 1 至 15%，特别是最 2 至 10%；

[0062] (v)  $\alpha$ -羟基酸，例如乙醇酸、柠檬酸、乳酸、苹果酸、酒石酸和它们的酯；自动晒黑剂 (self-tanning agent) 例如二羟基丙酮；

[0063] (vi) 抗菌剂，特别是抗痤疮成分例如水杨酸；

[0064] (vii) 维生素和它们的前体，包括：(a) 维生素 A，例如棕榈酸视黄酯和其它的维甲酸前体分子，(b) 维生素 B，例如泛醇及其衍生物，(c) 维生素 C，例如抗坏血酸及其衍生物，(d) 维生素 E，例如醋酸生育酚酯，(e) 维生素 F，例如多不饱和脂肪酸酯，如  $\gamma$ -亚麻酸酯；

[0065] (viii) 皮肤护理剂，例如神经酰胺，或者作为天然物质或者作为天然神经酰胺的功能模拟物；

[0066] (ix) 磷脂，例如合成磷脂或天然磷脂，例如卵磷脂；

[0067] (x) 含泡囊制剂；

[0068] (xi) 含锆的化合物，例如 Uniqema 出售的 Arlamol GEO；

[0069] (xii) 具有有益皮肤护理性能的植物提取物；

[0070] (xiii) 皮肤增白剂，例如 Uniqema 出售的 Arlatone Dioic DCA(商标)、曲酸、熊果苷和类似物质；

[0071] (xiv) 皮肤修复化合物活性物质，例如尿囊素和类似物质；

[0072] (xv) 咖啡因和类似化合物；

[0073] (xvi) 清凉添加剂，例如薄荷醇或樟脑；

[0074] (xvii) 驱虫剂，例如 N,N-二乙基-3-甲基苯甲酰胺 (DEET) 和柑桔或桉叶油；

[0075] (xviii) 香精油；

[0076] (xix) 乙醇；和

[0077] (xx) 颜料，包括微细颜料，特别是氧化物和硅酸盐，例如氧化铁，特别是涂层氧化铁，和 / 或二氧化钛，和陶瓷材料例如氮化硼，或其它用于制备悬浮剂 (susPoemulsion) 的固体成分，例如用于美容品和化妆品的，优选地用量是 1 至 15%，更优选至少 5%，并且特别是大约 10%。

[0078] 根据本发明的表面活性剂组合物和乳液适用于广泛的组合物以及终端应用，例如湿润剂、防晒剂、晒后产品、身体润肤霜 (body butter)、凝胶状乳膏、含有强烈香味的产品、芳香乳膏、婴儿护理产品、护发素、润肤和皮肤增白产品、不含水的产品、止汗剂和除臭产品、晒黑产品、清洁剂、2 合 1 泡沫乳液、复合型乳液、不含防腐剂的产品、不含乳化剂的产品、温和制剂、例如在含水制剂中含有固体小珠粒硅酮的擦洗制剂、含有颜料的产品、可喷雾乳液、彩色化妆品、调理剂、沐浴产品、发泡乳液、卸妆化妆品、眼部卸妆化妆品以及擦拭用品 (wipe)。

[0079] 含有根据本发明的表面活性剂组合物或乳液的制剂可以具有宽范围的 pH 值，优选范围从 3 至 13，更优选 5 至 10，并且特别是 6 至 8。

[0080] 一个优选的实施方案是作为防晒剂，其含有一种或多种的有机防晒剂和 / 或无机防晒剂，例如金属氧化物，但是优选含有至少一种微粒状二氧化钛和 / 或氧化锌，特别是以含水和 / 或有机的分散体，优选以含水的分散体的形式包括在组合物中，其可从 Uniqema 以商标 Tioveil 以及 Solaveil Clarus(全部是二氧化钛) 和 Spectraveil(氧化锌) 商购获

得。另外,有机防晒剂可以与优选的金属氧化物防晒剂一起使用,其包括对甲氧基肉桂酸酯、水杨酸酯、对氨基苯甲酸酯、非磺化的二苯甲酮衍生物、二苯甲酰甲烷衍生物以及 2- 氰基丙烯酸酯。有益的有机防晒剂的具体实例包括二苯甲酮-1、二苯甲酮-2、二苯甲酮-3、二苯甲酮-6、二苯甲酮-8、二苯甲酮-12、异丙基二苯甲酰甲烷、丁基甲氧基二苯甲酰甲烷、乙基二羟丙基 PABA、甘油基 PABA、辛基二甲基 PABA、甲氧基肉桂酸辛酯、水杨酸三甲环己酯、水杨酸辛酯、辛基三嗪酮、2- 氰基-3,3- 二苯基丙烯酸-2- 乙基己酯、2- 氰基-3,3- 二苯基丙烯酸乙酯、邻氨基苯甲酸 **苯**酯、4- 甲基亚苄基樟脑、二苯甲酮-4 以及苯基苯并咪唑磺酸。

[0081] 含有根据本发明的表面活性剂组合物的最终应用的防晒剂制剂令人惊讶地显示出改善的防水性和 / 或阳光保护性 (SPF 值)。

[0082] 在本说明书中使用下面的试验方法。

[0083] (1) 反相 HPLC 分析 C12 山梨醇酯

[0084] 将实验样品溶解在异丙醇 / 水中,将其注射至使用反相 C8 柱以及蒸发光散射检测器的 HPLC 系统中。使用梯度的水和乙腈洗脱不同的山梨醇酯和未反应的多元醇,并通过它们的停留时间鉴定。基于峰面积的百分比量化。

[0085] (a) 试剂

[0086] 所有试剂均为分析纯,即异丙醇、乙腈和水 (都是 'HiPerSolve', 购自 BDH)。

[0087] (b) 设备

[0088] 使用包括 G1379A 除气器、G1311A 四元泵、G1313A 自动采样器、具有 Polymer Labs PL ELS-1000 蒸发光散射检测器的 G1316A 柱加热炉以及 Chemstation LC 软件的 Agilent 1100 系列 HPLC 系统。使用的其它材料是 28.25ml 玻璃瓶 (购自 VWR 215007823)、2ml 自动采样瓶 (购自 VWR372111102)、11mm 自动采样瓶波纹盖帽 (购自 VWR 372211134)、11mm 瓶卷边工具 (VWR 372340544)、一次性巴斯德吸管 (购自 VWR 241259352)、ZorbaxEclipse XDB-C8 HPLC 柱,5  $\mu$ m、150mm 长 x4.6mm 内径 (部件编号 993967-906)。

[0089] (c) 步骤

[0090] (i) 开启 Agilent 1100 系列 HPLC 系统的电源。

[0091] (ii) 按需要将溶剂贮存器注满。

[0092] (iii) 开启电源并且向 Polymer labs PL ELS-1000 蒸发光散射检测器提供氮气。

[0093] (iv) 开启 HPLC 电脑电源。

[0094] (v) 启动 PL ELS-1000 检测器的软件。

[0095] (vi) 使用的方法具有下面的设置:

[0096] 蒸发器温度 = 85°C, 雾化器温度 = 60°C, 气体流量 = 1.0 升 / 分钟, 自动调零偏移 = 0, 以及时间常数 = 0。在使用前稳定检测器 20 分钟。

[0097] (vii) 启动 HPLC 的软件。

[0098] (viii) 根据下面的参数设置方法;洗脱液 A 是水,洗脱液 B 是乙腈,梯度如下表 1 所示,流量 = 1.0 毫升 / 分钟,注射体积 = 20  $\mu$ l,柱温度 = 40°C,以及运转时间 = 40 分钟。

[0099] 表 1. 梯度

[0100] 时间            水        乙腈

[0101] (分钟)

|        |      |     |     |
|--------|------|-----|-----|
| [0102] | 0    | 75% | 25% |
| [0103] | 5    | 5%  | 90% |
| [0104] | 35   | 5%  | 90% |
| [0105] | 35.1 | 75% | 25% |
| [0106] | 40   | 75% | 25% |

[0107] (ix) 将大约  $50 \pm 5$ mg 的样品溶解于 10 毫升异丙醇。如果需要,温和加热以加快溶解过程。如果仍然有样品没有溶解,加入少量水滴直至溶液澄清。

[0108] (x) 使用干净的巴斯德吸管用溶液充满 2 毫升的自动采样瓶,并用波纹盖帽和卷边工具将瓶封闭。

[0109] (xi) 将样品瓶放置在自动采样器盘中。

[0110] (xii) 录入样品的详细情况。

[0111] (xiii) 试验样品。

[0112] (d) 结果

[0113] 将所得色谱图中所有的峰积分并求和。然后计算多元醇以及各种酯峰的峰面积并表达为基于全部峰面积的百分比(通过 LC-MS 或通过标准物的 LC 停留时间鉴定多元醇以及酯组分的峰)。

[0114] (2) 反相 HPLC 分析 C16/C18 脱水山梨醇酯

[0115] 除了 (i) 使用 Inertsil ODS-2 HPLC 柱,  $5 \mu\text{m}$ , 250mm 长  $\times$  4.6mm 内径 (Chrompack Cat. No. 28408)、(ii) 用丙酮代替水以及 (iii) 梯度如下表 2, 使用上面 (1) 描述的用于山梨醇酯的步骤。

[0116] 表 2. 梯度

| [0117] 时间   | 乙腈  | 丙酮  |
|-------------|-----|-----|
| [0118] (分钟) |     |     |
| [0119] 0    | 90% | 10% |
| [0120] 25   | 10% | 90% |
| [0121] 35   | 10% | 90% |
| [0122] 36   | 90% | 10% |
| [0123] 40   | 90% | 10% |

[0124] (3) 乳液的稳定性

[0125] 通过观察在室温 (23°C) 下、在冷至 5°C 或者在 40°C 和 50°C 升高的温度下保存的乳液来评价稳定性。在 50°C 测量储存稳定性是非常苛刻的试验。如果没有发生乳液的可见分离,该组合物是稳定的。乳液中液晶的稳定性也是通过使用偏振光在显微镜下观察来评价。

[0126] (4) 乳液的粘度

[0127] 在 23°C 利用 Brookfield LVT 粘度计以 6rpm (0.1Hz) 使用适当的转子 (LV1, LV2, LV3, 或 LV4- 依赖于待测试乳液的粘度), 在制备乳液 1 天后测量粘度, 结果的单位为 mPa.s。

[0128] 本发明通过下面非限制的实施例举例说明。

[0129] 实施例

**[0130] 实施例 1****[0131] (i) 脱水山梨醇酯组分的制备**

[0132] 将 400g 1 : 1 摩尔的棕榈酸和硬脂酸混合物、290g 70% 山梨醇水溶液、5g 50% NaOH 水溶液以及 3g 50% 亚磷酸水溶液装入 1 升烧瓶中, 其安装有搅拌器、侧臂蒸馏器 (side-arm distillation)、热电偶、氮气喷射器、恒温的电热罩。反应混合物在搅拌下加热至约 245°C, 并蒸馏出水分直至酸值小于 10mgKOH. g<sup>-1</sup> 并且 OH 值小于 260mg KOH. g<sup>-1</sup>。然后冷却并放出该产物。

[0133] 该产物如在此描述的进行分析, 其含有 78% 重量的 C16/C18 脱水山梨醇酯, 18% 重量的 C16/C18 异山梨醇酯, <1% 重量的 C16/C18 山梨醇酯, 以及 3% 重量的多元醇。

**[0134] (ii) 山梨醇酯组分的制备**

[0135] (a) 将 330g 月桂酸、390g 70% 山梨醇水溶液以及 16g 碳酸钾装入 1 升烧瓶中, 其安装有搅拌器、侧臂蒸馏器、真空供应器 (vacuum supply)、热电偶、氮气喷射器、恒温的电热罩。反应混合物在真空下搅拌加热至约 180°C, 并蒸馏出水分。反应持续至酸值小于 5mgKOH. g<sup>-1</sup>。然后冷却并放出该产物。

[0136] 该产物如在此描述的进行分析, 其含有 7% 重量的 C12 脱水山梨醇酯, 68% 重量的 C12 山梨醇酯, 以及 25% 重量的多元醇。

[0137] (b) 将 140g 甲基月桂酸酯、99g 无水山梨醇以及 6g 碳酸钾放入在油浴中的 500ml 烧瓶中, 其安装有搅拌器、侧臂蒸馏器、真空供应器、热电偶和氮气喷射器。反应混合物在真空下搅拌加热至约 160°C, 并蒸馏出甲醇。在真空下将该反应保持在 160°C 大约 3-4 小时, 直至形成澄清、单相的产物。随后进一步保持 1 小时, 释放真空, 关闭油浴并放出该产物。

[0138] 该产物如在此描述的进行分析, 其含有 2% 重量的 C12 脱水山梨醇酯, 73% 重量的 C12 山梨醇酯, 以及 25% 重量的多元醇。

[0139] (c) 除使用不带有真空的氮气喷射器外, 重复上述步骤 (ii) (b)。该产物如在此描述的进行分析, 其含有 3% 重量的 C12 脱水山梨醇酯, 69% 重量的 C12 山梨醇酯, 以及 28% 重量的多元醇。

[0140] (d) 除使用 156g 甲基椰油酸酯 (methyl cocoate)、100g 无水山梨醇以及 5.7g 碳酸钾外, 重复上述步骤 (ii) (b)。该产物如在此描述的进行分析, 其含有 1% 重量的 C12 脱水山梨醇酯, 50% 重量的 C12 山梨醇酯, 以及 35% 重量的多元醇。

**[0141] (iii) 脱水山梨醇酯和山梨醇酯混合物的制备**

[0142] 将如上生产的 9 重量份的脱水山梨醇酯组分加热至 80°C, 同时在保持 80°C 的条件下搅拌加入 1 重量份的如上生产的山梨醇酯组分之一。将共混的混合物滴在冷的表面上, 当形成薄片时取下。

**[0143] 实施例 2****[0144] 水包油清凉乳 (不含防腐剂)**

[0145] A. % w/w

[0146] ARLAMOL HD (商标, 购自 Uniqema) 3

[0147] ARLAMOL E (商标, 购自 Uniqema) 3

[0148] 鳄梨油 5

[0149] 小麦胚芽油 2

|        |  |       |
|--------|--|-------|
| [0150] | Florasun 90                              | 5     |
| [0151] | Oxynex LM                                | 0.05  |
| [0152] | B.                                       |       |
| [0153] | 表面活性剂组合物(实施例 1(iii) 生产)                  | 3.5   |
| [0154] | 丙二醇                                      | 2     |
| [0155] | PRICERINE 9091(商标, 购自 Uniqema)           | 3     |
| [0156] | 水  | 53.3  |
| [0157] | Keltrol F                                | 0.15  |
| [0158] | C.                                       |       |
| [0159] | Carbopol ETD 2050(3% w/w 溶液)             | 5     |
| [0160] | D.                                       |       |
| [0161] | 乙醇                                       | 15    |
| [0162] | <u>工艺规程</u>                              |       |
| [0163] | 1. 在室温下将 Keltrol 分散在相 B 的水中。             |       |
| [0164] | 2. 当获得均质的凝胶时加入相 B 中的其它成分。                |       |
| [0165] | 3. 加热相 B 至 80°C。                         |       |
| [0166] | 4. Ultra Turrax 均化器以 6,000rpm 均化相 B30 秒。 |       |
| [0167] | 5. 在 80°C 下重新放入水浴 30 分钟。                 |       |
| [0168] | 6. 加热相 A 至 80°C。                         |       |
| [0169] | 7. 在 800rpm 的搅拌下将相 C 加至相 B。              |       |
| [0170] | 8. 在 800rpm 搅拌下缓慢地将 A 加至 BC 混合物中。        |       |
| [0171] | 9. Ultra Turrax 以 10,000rpm 均化 1 分钟。     |       |
| [0172] | 10. 温和搅拌下冷却至室温。                          |       |
| [0173] | 11. 当温度低于 40°C 加入相 D。                    |       |
| [0174] | 12. 用 NaOH 溶液中和。                         |       |
| [0175] | <u>实施例 3</u>                             |       |
| [0176] | 水包油水凝胶面霜                                 |       |
| [0177] | A.                                       | % w/w |
| [0178] | ESTOL 3603(商标, 购自 Uniqema)               | 1.75  |
| [0179] | ESTOL 3609(商标, 购自 Uniqema)               | 1.75  |
| [0180] | ESTOL 1543(商标, 购自 Uniqema)               | 1.75  |
| [0181] | ARLAMOL E(商标, 购自 Uniqema)                | 1.75  |
| [0182] | B.                                       |       |
| [0183] | 表面活性剂组合物(实施例 1(iii) 生产)                  | 2     |
| [0184] | ATLAS G-2330                             | 3     |
| [0185] | PRICERINE 9091(商标, 购自 Uniqema)           | 2.1   |
| [0186] | 水  | 81.5  |
| [0187] | Carbopol ETD 2050                        | 0.2   |
| [0188] | C.                                       |       |

- [0189] 乙醇 3.5
- [0190] Nipaguard BPX 0.7
- [0191] 工艺规程
- [0192] 1. 在适度搅拌下将 Carbopol 分散在相 B 的冷水中。
- [0193] 2. 加入相 B 中的其它成分。
- [0194] 3. 加热相 A 至 80℃。
- [0195] 4. 加热 B 至 80℃。
- [0196] 5. Ultra Turrax 均化器在 80℃下以 6,000rpm 均化相 B30 秒。
- [0197] 6. 在 80℃下重新放入温水浴 30 分钟。
- [0198] 7. 在 800rpm 的搅拌下缓慢将 A 加至 B。
- [0199] 8. Ultra Turrax 以 10,000rpm 均化 1 分钟。
- [0200] 9. 温和搅拌下冷却至室温。
- [0201] 10. 当温度低于 40℃加入相 C。
- [0202] 11. 用 NaOH 溶液中和。
- [0203] 实施例 4
- [0204] 水 - 油 - 水 (water in oil in water) 防晒护理面霜
- [0205] A. % w/w
- [0206] ARLACEL 1690( 商标, 购自 Uniqema) 2.5
- [0207] ARLAMOL HD( 商标, 购自 Uniqema) 2.5
- [0208] ESTOL 3603( 商标, 购自 Uniqema) 7
- [0209] TIOVEIL 50 FCM( 商标, 购自 Uniqema) 5
- [0210] B.
- [0211] TIOVEIL AQ-G( 商标, 购自 Uniqema) 1.25
- [0212] Germben II 0.5
- [0213] 水 31.25
- [0214] C.
- [0215] 表面活性剂组合物 ( 实施例 1(iii) 生产 ) 5
- [0216] 水 39.1
- [0217] Keltrol F 0.4
- [0218] TIOVEIL AQ-G( 商标, 购自 Uniqema) 5
- [0219] D.
- [0220] Geriaben II 0.5
- [0221] 工艺规程
- [0222] 1. 合并相 A 的成分并加热至 80℃。
- [0223] 2. 合并相 B 的成分并加热至 80℃。
- [0224] 3. Ultra Turrax 均化器以 14,000rpm 将 B 加至 A, 并均化 5 分钟。
- [0225] 4. 重新加热共混物至 80℃。
- [0226] 5. 在室温下将 Keltrol 分散在相 C 的水中。
- [0227] 6. 当获得均质的凝胶时加入表面活性剂组合物。

- [0228] 7. 加热该共混物至 80℃。
- [0229] 8. Ultra Turrax 以 6,000rpm 均化 30 秒。
- [0230] 9. 将 C 重新加热至 80℃持续 30 分钟。
- [0231] 10. 在 800rpm 搅拌下将 Tioveil 加至加热的 C 中。
- [0232] 11. 在 800rpm 搅拌下将 AB 加至 C。
- [0233] 12. Ultra Turrax 以 10,000 rpm 均化 1 分钟。
- [0234] 13. 在 50rpm 搅拌下冷却至室温。
- [0235] 14. 当温度低于 40℃加入 Germaben。
- [0236] 15. 用柠檬酸溶液中和至 pH7 (近似)。

[0237] 实施例 5

[0238] 水包油润肤霜

| [0239] A.                              | % w/w |
|--|-------|
| [0240] PRIPURE 3759 (商标, 购自 Uniqema)   | 5     |
| [0241] ESTOL 3609 (商标, 购自 Uniqema)     | 5     |
| [0242] ESTOL 3603 (商标, 购自 Uniqema)     | 5     |
| [0243] MONASIL PCA (商标, 购自 Uniqema)    | 2     |
| [0244] 甜杏仁油                            | 2     |
| [0245] Lanette 22                      | 2     |
| [0246] Oxyhex LM                       | 0.05  |
| [0247] B.                              |       |
| [0248] 表面活性剂组合物 (实施例 1(iii) 生产)        | 5.5   |
| [0249] Keltrol F                       | 0.1   |
| [0250] PRICERINE 9091 (商标, 购自 Uniqema) | 4     |
| [0251] 水                               | 68.65 |
| [0252] C.                              |       |
| [0253] Nipaguard BPX                   | 0.7   |

[0254] 工艺规程

- [0255] 1. 在室温下将 Keltrol 分散在相 B 的水中。
- [0256] 2. 当获得均质的凝胶时加入相 B 中的其它成分。
- [0257] 3. 加热 B 至 80℃。
- [0258] 4. Ultra Turrax 均化器在 80℃下以 6,000 rpm 均化 B30 秒。
- [0259] 5. 在 80℃下重新放至温水浴 30 分钟。
- [0260] 6. 加热相 A 至 80℃。
- [0261] 7. 在 800rpm 的搅拌下缓慢地将 A 加至 B。
- [0262] 8. Ultra Turrax 以 10,000rpm 均化 1 分钟。
- [0263] 9. 温和搅拌下冷却至室温。
- [0264] 10. 当温度低于 40℃加入 Nipaguard。

[0265] 实施例 6

[0266] 无水乳液

|        |   |       |
|--------|---|-------|
| [0267] | A.                                      | % w/w |
| [0268] | ARLAMOL HD( 商标, 购自 Uniqema)             | 5     |
| [0269] | ARLAMOL E( 商标, 购自 Uniqema)              | 1.2   |
| [0270] | Dow Corning 245 流体                      | 2.8   |
| [0271] | 轻质石蜡油 (ParaffinLight Oil)               | 10    |
| [0272] | B.                                      |       |
| [0273] | 表面活性剂组合物 ( 实施例 1(iii) 生产 )              | 5.5   |
| [0274] | PRICERINE 9091( 商标, 购自 Uniqema)         | 74.5  |
| [0275] | C.                                      |       |
| [0276] | Germaben II                             | 1     |
| [0277] | <u>工艺规程</u>                             |       |
| [0278] | 1. 加热相 B 至 80°C。                        |       |
| [0279] | 2. 以 6,000rpm 均化相 B30 秒。                |       |
| [0280] | 3. B 重新加热至 80°C 持续 30 分钟。               |       |
| [0281] | 4. 加热相 A 至 80°C。                        |       |
| [0282] | 5. 在 800rpm 的搅拌下将 A 加至 B。               |       |
| [0283] | 6. Ultra Turrax 均化器以 10,000rpm 均化 1 分钟。 |       |
| [0284] | 7. 在 120rpm 搅拌下冷却至室温。                   |       |
| [0285] | 8. 当温度低于 40°C 加入 Germaben。              |       |
| [0286] | <u>实施例 7</u>                            |       |
| [0287] | 水包硅酮乳液                                  |       |
| [0288] | A.                                      | % w/w |
| [0289] | Dow Corning 345 流体                      | 40    |
| [0290] | B.                                      |       |
| [0291] | 表面活性剂组合物 ( 实施例 1(iii) 生产 )              | 5.5   |
| [0292] | PRICERINE 9091( 商标, 购自 Uniqema)         | 4     |
| [0293] | 水                                       | 49.7  |
| [0294] | C.                                      |       |
| [0295] | Keltrol F                               | 0.1   |
| [0296] | D.                                      |       |
| [0297] | Nipaguard BPX                           | 0.7   |
| [0298] | <u>工艺规程</u>                             |       |
| [0299] | 1. 在室温下将 Keltrol 分散在水中。                 |       |
| [0300] | 2. 当获得均质的凝胶时加入相 B 中的剩余成分。               |       |
| [0301] | 3. 加热共混物 B 至 80°C。                      |       |
| [0302] | 4. 以 6,000rpm 均化 B30 秒。                 |       |
| [0303] | 5. 在 80°C 下重新将 B 放入温水浴 30 分钟。           |       |
| [0304] | 6. 加热相 A 至 80°C。                        |       |
| [0305] | 7. 在 800rpm 的搅拌下将 A 加至 B。               |       |

- [0306] 8. Ultra Turrax 均化器以 10,000rpm 均化 1 分钟。  
 [0307] 9. 在 120rpm 搅拌下冷却至室温。  
 [0308] 10. 当温度低于 40°C 加入 Nipaguard。

[0309] 实施例 8

[0310] 水包油水凝胶防晒霜

|        |                                   |       |
|--------|-----------------------------------|-------|
| [0311] | A.                                | % w/w |
| [0312] | Dow Corning 245 流体                | 4     |
| [0313] | ESTOL 1543( 商标, 购自 Uniqema)       | 4     |
| [0314] | Dow Corning 200-100c. St          | 2     |
| [0315] | PRISORINE 2021( 商标, 购自 Uniqema)   | 5     |
| [0316] | MONASIL PCA( 商标, 购自 Uniqema)      | 1.5   |
| [0317] | B.                                |       |
| [0318] | SOLAVEIL CT-200( 商标, 购自 Uniqema)  | 15    |
| [0319] | C.                                |       |
| [0320] | 表面活性剂组合物 ( 实施例 1(iii) 生产 )        | 5     |
| [0321] | Carbopol Ultrez 10                | 0.2   |
| [0322] | Veegum Ultra                      | 0.8   |
| [0323] | MONAMATE RMEA 40( 商标, 购自 Uniqema) | 0.2   |
| [0324] | 丙二醇                               | 4     |
| [0325] | 水                                 | 57.7  |
| [0326] | D.                                |       |
| [0327] | 氢氧化钠 (30% w/w 溶液)                 | 适量    |
| [0328] | E.                                |       |
| [0329] | 芳香剂                               | 0.3   |
| [0330] | 液态 Germall Plus                   | 0.3   |

[0331] 工艺规程

- [0332] 1. 将 Carbopol 分散在水中。当完全分散后, 加入 Veegum Ultra 并再次分散。  
 [0333] 2. 加入相 C 的剩余成分, 并加热至 80°C。  
 [0334] 3. 当 C 达到 80°C 均化 30 秒, 并另外在 80°C 继续加热 20 分钟。  
 [0335] 4. 合并相 A 的全部成分, 并加热至 75-80°C。  
 [0336] 5. 以高剪切混合将相 B 加至相 A, 同时保持温度在 75-80°C。  
 [0337] 6. 以高剪切混合将 A/B 混合物加至 C, 并以 10,000rpm 均化 1 分钟。  
 [0338] 7. 用氢氧化钠调整 pH 至 6.5-7.0。  
 [0339] 8. 在搅拌下继续冷却至室温。  
 [0340] 获得的不透明面霜在 5°C、环境温度 (23°C) 以及在 40°C 储存三个月后没有出现可见的分离。该面霜在 50°C 储存 1 个月后没有出现可见的分离。