



등록특허 10-2042880



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년11월08일
(11) 등록번호 10-2042880
(24) 등록일자 2019년11월04일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 33/02 (2006.01) *A61K 8/365* (2006.01)
A61K 8/67 (2006.01) *A61K 8/81* (2006.01)
A61Q 1/14 (2006.01) *A61Q 19/00* (2006.01)
C08K 3/16 (2006.01) *C08K 3/20* (2006.01)
C08K 5/09 (2006.01) *C08K 5/098* (2006.01)
C08K 5/52 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C08L 33/02 (2013.01)
A61K 8/365 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2015-7003478
- (22) 출원일자(국제) 2013년08월01일
 심사청구일자 2018년06월22일
- (85) 번역문제출일자 2015년02월09일
- (65) 공개번호 10-2015-0040919
- (43) 공개일자 2015년04월15일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2013/070920
- (87) 국제공개번호 WO 2014/021434
 국제공개일자 2014년02월06일
- (30) 우선권주장
 JP-P-2012-173447 2012년08월03일 일본(JP)
- (56) 선행기술조사문현
 JP2011213676 A

- (73) 특허권자
 스미토모 세이카 가부시키가이샤
 일본 효고Ken 가코군 하리마초 미야니시 346반치노
 1
- (72) 발명자
 무라카미, 료스케
 일본국 6728076 효고Ken 히메지시 시카마쿠 이리후
 네쵸 1반치 스미토모 세이카 가부시키가이샤 내
 아시다, 타로
- 일본국 6728076 효고Ken 히메지시 시카마쿠 이리후
 네쵸 1반치 스미토모 세이카 가부시키가이샤 내
 모리미츠, 유이치로
- 일본국 6728076 효고Ken 히메지시 시카마쿠 이리후
 네쵸 1반치 스미토모 세이카 가부시키가이샤 내
- (74) 대리인
 김종선, 이형석

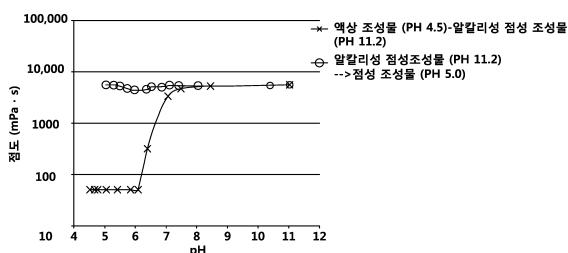
전체 청구항 수 : 총 15 항

심사관 : 나수연

(54) 발명의 명칭 점성 조성물

(57) 요 약

본 발명의 목적은, 다가 금속염의 존재 하에서도, 산성으로부터 약산성의 pH 영역에서 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체에 의해 고점도를 실현할 수 있는 점성 조성물을 제공하는 것이다. 특정의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와 다가 금속염과 물을 포함하는 액상 조성물을, 염기를 이용하여 해당 액상 조성물의 pH를 7.0 이상으로 한 후에, 카복실산 및 / 또는 인 옥소산을 이용하여 pH를 2.5 ~ 6.5로 조정하여 얻어진 점성 조성물을, 고점도를 갖추고 있다.

대 표 도 - 도1

(52) CPC특허분류

A61K 8/67 (2013.01)

A61K 8/81 (2013.01)

A61Q 1/14 (2013.01)

A61Q 19/00 (2013.01)

C08K 3/16 (2013.01)

C08K 3/20 (2013.01)

C08K 5/09 (2013.01)

C08K 5/098 (2013.01)

C08K 5/52 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

(메타)아크릴산 100 질량부, 알킬기의 탄소 수가 18 ~ 24인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르 0.5 ~ 5 질량부, 및 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물 0 ~ 0.1 질량부를 중합시켜 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와, 다가 금속염과, 물을 포함하는 액상 조성물을, 염기를 이용하여 pH를 7.0 이상으로 조정한 후에, 카복실산 및 인 옥소산으로 구성되는 군으로부터 선택된 1종 이상의 산을 이용하여 pH를 2.5 ~ 6.5로 조정함으로써 얻을 수 있는 것을 특징으로 하는, 점성 조성물.

청구항 2

제 1항에 있어서,

다가 금속염이, 유기산의 다가 금속염인, 점성조성물.

청구항 3

제 2항에 있어서,

다가 금속염이, 아스코르브산 유도체의 다가 금속염인, 점성 조성물.

청구항 4

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 액상 조성물 중의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 함유량이, 물 100 질량부에 대하여 0.1 ~ 4 질량부인, 점성 조성물.

청구항 5

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 액상 조성물 중의 다가 금속염의 함유량이, 물 100 질량부에 대하여 0.1 ~ 4 질량부인, 점성 조성물.

청구항 6

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서,

화장료, 피부 외용제, 또는 토일리트리 제품인, 점성 조성물.

청구항 7

(A)(메타)아크릴산 100 질량부, 알킬기의 탄소 수가 18 ~ 24인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르 0.5 ~ 5 질량부, 및 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물 0 ~ 0.1 질량부를 중합시켜 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와, (B)다가 금속염과, (C)염기와, (D)카복실산 및 인 옥소산으로 된 군으로부터 선택된 1종 이상의 산과, (E)물을 포함하고, pH가 2.5 ~ 6.5인,

25°C에서의 점도가 1,000 ~ 100,000 mPa · s 인,

것을 특징으로 하는, 점성 조성물.

청구항 8

제 7항에 있어서,

다가 금속염이, 유기산의 다가 금속염인, 점성 조성물.

청구항 9

제 7항 또는 제 8항에 있어서,

알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체가 0.1 ~ 4 질량%, 다가 금속염이 0.1 ~ 4 질량%, 염기가 0.01 ~ 6 질량%, 및 카복실산, 인 옥소산, 또는 카복실산 및 인 옥소산이 0.1 ~ 4 질량%의 함유량으로 포함되는, 점성 조성물.

청구항 10

제 7항 또는 제 8항에 있어서,

화장료, 피부 외용제, 또는 토일리트리 제품인, 점성 조성물.

청구항 11

하기 제 1 ~ 3 공정을 포함하는, 점성 조성물의 제조 방법:

(메타)아크릴산 100 질량부, 알킬기의 탄소 수가 18 ~ 24인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르 0.5 ~ 5 질량부, 및 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물 0 ~ 0.1 질량부를 중합시켜 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와, 다가 금속염과, 물을 포함하는 액상 조성물을 조제하는 제 1 공정,

상기 액상 조성물에, 염기를 첨가하여 pH를 7.0 이상으로 조정함으로써, 알칼리성 점성 조성물을 조제하는 제 2 공정, 및

상기 알칼리성 점성 조성물에, 카복실산 및 인 옥소산으로 된 군으로부터 선택되는 1종 이상의 산을 첨가하여 pH를 2.5 ~ 6.5로 조정함으로써, 점성 조성물을 조제하는 제 3 공정.

청구항 12

제 11항에 있어서,

다가 금속염이, 유기산의 다가 금속염인, 제조 방법.

청구항 13

제 12항에 있어서,

다가 금속염이, 아스코르브산 유도체의 다가 금속염인, 제조 방법.

청구항 14

제 11항 내지 제 13항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 액상 조성물 중의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 함유량이, 물 100 질량부에 대하여 0.1 ~ 4 질량부인, 제조 방법.

청구항 15

제 11항 내지 제 13항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 액상 조성물 중의 다가 금속염의 함유량이, 물 100 질량부에 대하여 0.1 ~ 4 질량부인, 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 점성 조성물에 관한 것이다. 보다 상세하게는, 다가 금속염의 존재 하에서 카복실기 함유 수용성 공중합체를 포함하면서도, 산성으로부터 약산성의 pH 영역에서 높은 점성을 갖는 점성 조성물에 관한 것이다. 더욱이, 본 발명은, 해당 점성 조성물의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 카복실기 함유 수용성 공중합체는, 화장품 등의 중점제, 퍼프제 등의 보습제, 유화제나 혼탁물 등의 혼탁 안정제, 전지 등의 결화 기제 등으로서 다양한 분야에서 사용되고 있다. 일반적으로, 카복실기 함유 수용성 공중합

체를 이용하여 중점시킨 점성 조성물을 조제하는 방법으로써는, 카복실기 함유 수용성 공중합체를 물 등에 첨가하여 균일한 분산액을 조제한 후, 알칼리로 중화하여 약산성 pH 범위로 조정하는 방법이 알려져 있다. 이렇게 얻어진 함수(含水) 점성 조성물에, 용도에 따른 각종 첨가제를 배합함으로써, 각종 제품이 제조되고 있다.

[0003] 한편, 각종 제품 분야에 있어서, 첨가제로써 다가 금속염이 사용되고 있다. 예를 들면, 다가 금속염인 인산 아스코르브산 마그네슘은, 화장료나 의약 등의 분야에 있어서, 미백제나 항산화제 등으로서 사용되고 있다. 그렇기는 하지만, 일반적으로, 카복실기 함유 수용성 공중합체는, 상기 다가 금속염이 존재하면, 카복실기 함유 수용성 공중합체의 일부가 석출(析出)하고, 점도가 저하한다는 문제가 있으며, 카복실기 함유 수용성 공중합체를 이용하여 중점시키는 경우에는, 배합할 수 있는 첨가제의 종류가 제한된다고 하는 결점이 있었다.

[0004] 거기에서, 다가 금속염의 존재 하에 있어도 고점도의 점성 조성물을 형성할 수 있는 중점제로서, 특정 구조의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체가 보고되고 있다(특히 문헌 1 참조). 특히 문헌 1에 개시되고 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체에서는, 다가 금속염의 존재 하에서도, 산성으로부터 약산성의 pH 영역에 있어서, 어느 정도 중점한 점성 조성물이 얻어지기는 하지만, 점도를 보다 높인 제품에 대한 요망이 높아지고 있으며, 점도 향상의 점에서 더욱 개선이 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 특허 문헌 1 : 국제 공개 제 2007 / 055354 호 팜플렛

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 목적은, 다가 금속염의 존재 하에서도, 산성으로부터 약산성의 pH 영역에서 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체에 의해 고점도를 실현할 수 있는 점성 조성물을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명자는, 상기 과제를 해결하기 위해 예의 검토한 결과, 특정의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와 다가 금속염과 물을 포함하는 액상 조성물을, 염기를 이용하여 해당 액상 조성물의 pH를 7.0 이상으로 한 후에, 카복실산 및 / 또는 인 옥소산을 이용하여 pH를 2.5 ~ 6.5로 조정하여 얻을 수 있는 점성 조성물은, 고점도를 갖출 수 있는 것을 찾아냈다. 더욱이, 해당 점성 조성물에서는, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체에 특유의 결점인 끈적거림이 억제되어 있어, 피부에 도포했을 때의 사용감이 현격히 높아지는 점도 찾아냈다. 본 발명은, 이러한 지견에 기초하여, 더욱 검토를 거듭함으로써 완성된 것이다.

[0008] 즉, 본 발명은, 하기에 열거한 태양의 점성 조성물 및 그 제조 방법을 제공한다.

[0009] 항 1. (메타)아크릴산 100 질량부, 알킬기의 탄소 수가 18 ~ 24인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르 0.5 ~ 5 질량부, 및 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물 0 ~ 0.1 질량부를 중합시켜 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와, 다가 금속염과, 물을 포함하는 액상 조성물을, 염기를 이용하여 pH를 7.0 이상으로 조정한 후에, 카복실산 및 인 옥소산으로 된 군으로부터 선택된 1종 이상의 산을 이용하여 pH를 2.5 ~ 6.5로 조정함으로써 얻을 수 있는 것을 특징으로 하는, 점성 조성물.

[0010] 항 2. 제 1항에 있어서,

[0011] 다가 금속염이, 유기산의 다가 금속염인, 점성조성물.

[0012] 항 3. 제 1항 또는 제 2항에 있어서,

[0013] 다가 금속염이, 아스코르브산 유도체의 다가 금속염인, 점성 조성물.

[0014] 항 4. 제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서,

[0015] 상기 액상 조성물 중의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 함유량이, 물 100 질량부에 대하여 0.1 ~ 4 질량부인, 점성 조성물.

- [0016] 항 5. 제 1항 내지 제 4항 중 어느 한 항에 있어서,
- [0017] 상기 액상 조성물 중의 다가 금속염의 함량이, 물 100 질량부에 대하여 0.1 ~ 4 질량부인, 점성 조성물.
- [0018] 항 6. 제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서,
- [0019] 화장료, 피부 외용제, 또는 토일리트리(toiletry) 제품인, 점성 조성물.
- [0020] 항 7. (A)(메타)아크릴산 100 질량부, 알킬기의 탄소 수가 18 ~ 24인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르 0.5 ~ 5 질량부, 및 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물 0 ~ 0.1 질량부를 중합시켜 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와, (B)다가 금속염과, (C)염기와, (D)카복실산 및 인 옥소산으로 된 군으로부터 선택된 1종 이상의 산과, (E)물을 포함하고,
- [0021] pH가 2.5 ~ 6.5이며,
- [0022] 25°C에서의 점도가 1,000 ~ 100,000 mPa · s 인,
- [0023] 것을 특징으로 하는, 점성 조성물.
- [0024] 항 8. 제 7항에 있어서,
- [0025] 다가 금속염이, 유기산의 다가 금속염인, 점성 조성물.
- [0026] 항 9. 제 7항 또는 제 8항에 있어서,
- [0027] 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체가 0.1 ~ 4 질량%, 다가 금속염이 0.1 ~ 4 질량%, 염기가 0.01 ~ 6 질량%, 및 카복실산 및 / 또는 인 옥소산이 0.1 ~ 4 질량%의 함유량으로 포함된, 점성 조성물.
- [0028] 항 10. 제 7항 내지 제 9항 중 어느 한 항에 있어서,
- [0029] 화장료, 피부 외용제, 또는 토일리트리(toiletry) 제품인, 점성 조성물.
- [0030] 항 11. 하기 제 1 ~ 3 공정을 포함하는, 점성 조성물의 제조 방법:
- [0031] (메타)아크릴산 100 질량부, 알킬기의 탄소 수가 18 ~ 24인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르 0.5 ~ 5 질량부, 및 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물 0 ~ 0.1 질량부를 중합시켜 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와, 다가 금속염과, 물을 포함하는 액상 조성물을 조제하는 제 1 공정,
- [0032] 상기 액상 조성물에, 염기를 첨가하여 pH를 7.0 이상으로 조정함으로써, 알칼리성 점성 조성물을 조제하는 제 2 공정, 및
- [0033] 상기 알칼리성 점성 조성물에, 카복실산 및 인 옥소산으로 된 군으로부터 선택된 1종 이상의 산을 첨가하여 pH를 2.5 ~ 6.5로 조정함으로써, 점성 조성물을 조제하는 제 3 공정.
- [0034] 항 12. 제 11항에 있어서,
- [0035] 다가 금속염이, 유기산의 다가 금속염인, 제조 방법.
- [0036] 항 13. 제 11항 또는 제 12항에 있어서,
- [0037] 다가 금속염이, 아스코르브산 유도체의 다가 금속염인, 제조 방법.
- [0038] 항 14. 제 11항 내지 제 13항 중 어느 한 항에 있어서,
- [0039] 상기 액상 조성물 중의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 함유량이, 물 100 질량부에 대하여 0.1 ~ 4 질량부인, 제조 방법.
- [0040] 항 15. 제 11항 내지 제 14항 중 어느 한 항에 있어서,
- [0041] 상기 액상 조성물 중의 다가 금속염의 함유량이, 물 100 질량부에 대하여 0.1 ~ 4 질량부인, 제조 방법.

발명의 효과

- [0042] 본 발명에 따르면, 다가 금속염의 존재 하에서도, 산성으로부터 약산성의 pH 영역에서 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 고도로 중점시켜 고점도의 점성 조성물을 제공할 수 있으므로, 다양한 제품 분야에 있어서 다가 금속염을 포함하면서 고점성의 제제(製劑)를 제조하는 것이 가능하게 된다.

[0043] 또, 종래, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 함유량이 많으면, 피부에 도포했을 때에, 끈적거림이 느껴져, 사용감이 나쁘다고 하는 결점이 있었지만, 본 발명에 따르면, 이러한 결점이 해결되며, 피부에 도포해도, 끈적거림이 없고, 매끈하고 윤기있는 양호한 사용감을 실현할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0044] [도 1] 실시예 14에 있어서, 액상 조성물(pH 4.5)을 이용하여 점성 조성물(pH 5.0)을 제조하기까지의 사이에 pH 와 점도를 측정한 결과를 나타낸다.

[도 2] 실시예 15에 있어서, 액상 조성물(pH 4.5)을 이용하여 점성 조성물(pH 5.1)을 제조하기까지의 사이에 pH 와 점도를 측정한 결과를 나타낸다.

[도 3] 실시예 16에 있어서, 액상 조성물(pH 2.5)을 이용하여 점성 조성물(pH 5.3)을 제조하기까지의 사이에 pH 와 점도를 측정한 결과를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0045] 본 발명의 점성 조성물은, 특정의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와 다가 금속염과 물을 포함하는 액상 조성물을, 염기를 이용하여 pH를 7.0 이상으로 한 후에, 카복실산 및 / 또는 인 옥소산을 이용하여 pH를 2.5 ~ 6.5로 조정함으로써 얻어지는 것을 특징으로 한다. 이하, 본 발명의 점성 조성물에 대하여, 상세하게 설명한다.

알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체

[0047] 본 발명에 이용되는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체는, (메타)아크릴산 100 질량부, 알킬기의 탄소수가 18 ~ 24인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르 0.5 ~ 5 질량부, 및 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물 0 ~ 0.1 질량부를 중합함으로써 얻어지는 폴리머(polymer)이다.

[0048] 덧붙여, 본 명세서에 있어서 「(메타)아크릴」은, 아크릴 및 / 또는 메타크릴을 의미한다.

[0049] 상기 (메타)아크릴산으로서, 아크릴산 및 메타크릴산의 어느 한 쪽을 단독으로 사용해도 좋고, 또 이를 쌍방을 조합시켜 사용해도 좋다.

[0050] 상기 알킬기의 탄소수가 18 ~ 24인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르는, (메타)아크릴산과, 알킬기의 탄소수가 18 ~ 24인 고급 알코올의 에스테르이다. 이러한 (메타)아크릴산 알킬 에스테르로서는, 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면, (메타)아크릴산과 스테아릴 알코올과의 에스테르, (메타)아크릴산과 에이코사놀과의 에스테르, (메타)아크릴산과 베헤닐 알코올과의 에스테르, 및 (메타)아크릴산과 테트라코사놀과의 에스테르 등을 들 수 있다. 이들의 (메타)아크릴산 알킬 에스테르 중에서도, 본 발명의 점성 조성물에 있어서, 점도를 보다 높이거나, 피부에 도포할 때의 사용감을 보다 향상 시킨다고 하는 관점으로부터, 바람직하게는, 메타크릴산 스테아릴, 메타크릴산 에이코사닐, 메타크릴산 베헤닐, 및 메타크릴산 테트라코사닐을 들 수 있다. 이들의 (메타)아크릴산 알킬 에스테르는, 각각 단독으로 사용해도 좋고, 또 2종 이상을 조합시켜 이용해도 좋다. 또, 이러한 (메타)아크릴산 알킬 에스테르로서는, 예를 들면, 일본 유지 주식회사제의 상품명 브램머(Blemmer) - VMA70 등의 시판품을 이용해도 좋다.

[0051] 상기 (메타)아크릴산 알킬 에스테르의 사용량은, (메타)아크릴산 100 질량부에 대하여, 0.5 ~ 5 질량부이며, 바람직하게는 1 ~ 3 질량부이다. 상기 (메타)아크릴산 알킬 에스테르의 사용량이 0.5 질량부 미만의 경우, 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 물에 분산시킬 때, 덩어리가 발생하기 쉬워지는 경향이 있다. 또, 상기 (메타)아크릴산 알킬 에스테르의 사용량이 5 질량부를 초과하는 경우, 얻어지는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 이용하여 점성 조성물을 조제할 때, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 용해성이 나빠지게 되는 경향이 있다.

[0052] 또, 상기 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물로서는, 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 폴리옥시 에틸렌 글리콜, 폴리옥시 프로필렌 글리콜, 글리세린, 폴리 글리세린, 트리메티콜 프로판, 펜타에리트리톨, 자당, 솔비톨 등의 폴리올의 2 치환 이상의 아크릴산 에스테르 류 ; 상기 폴리올의 2 치환 이상의 알릴 에테르 류 ; 프탈산 디아릴, 인산 트리알릴, 메타크릴산 알릴, 테트라알릴 옥시에탄, 트리알릴 시아누레이트, 아디핀산 디비닐, 크로톤산 비닐, 1, 5 - 헥사디엔, 디비닐 벤젠, 폴리 알릴 자당 등을 들 수 있다. 이들의 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물 중에서도, 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기

함유 수용성 공중합체를 이용하여 점성 조성물을 조제할 때, 소량의 사용으로 높은 증점성의 부여를 가능하게 하고, 또, 유화물, 혼탁물 등에 높은 혼탁 안정성을 부여하는 것을 가능하게 한다고 하는 관점으로부터, 바람직하게는, 펜타에리트리톨 알릴 에테르, 테트라 알릴 옥시에탄, 인산 트리알릴, 및 폴리 알릴 자당 등을 들 수 있다. 이들의 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물은, 각각 단독으로 사용해도 좋고, 또 2종 이상을 조합시켜 이용해도 좋다.

[0053] 상기 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물의 사용량은, (메타)아크릴산 100 질량부에 대하여, 0 ~ 0.1 질량부이며, 바람직하게는 0.001 ~ 0.044 질량부이다. 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물의 사용량이 0.1 질량부를 초과하는 경우, 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 이용하여 점성 조성물을 조제할 때, 불용성의 젤이 생성되기 쉬워지는 경향이 있다.

[0054] 상기 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 제조에 있어서, (메타)아크릴산, 상기 (메타)아크릴산 알킬 에스테르, 및 요약하면 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물을 중합하는 방법으로서는, 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 이들을 라디칼 중합 개시제의 존재하에 중합 용매 중에서 중합시키는 방법 등을 들 수 있다.

[0055] 상기 라디칼 중합 개시제로서는, 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, α, α' -아조비스이소부티로니트릴, 2, 2'-아조비스-2, 4-디메틸발레로니트릴, 2, 2'-아조비스메틸이소부틸레이트, 과산화벤조일, 로로일페옥사이드, 큐멘 히드로페옥사이드, 제 3급 부틸 히드로페옥사이드 등을 들 수 있다. 이들의 라디칼 중합 개시제는, 각각 단독으로 사용해도 좋고, 또 2종 이상을 조합시켜 이용해도 좋다.

[0056] 상기 라디칼 중합 개시제의 사용량으로서는, 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면, (메타)아크릴산 100 질량부에 대하여, 0.01 ~ 0.45 질량부가 바람직하고, 0.01 ~ 0.35 질량부가 보다 바람직하다. 라디칼 중합 개시제를 상기 범위 내에서 사용함으로써, 중합 반응 속도를 적절하게 제어할 수 있고, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 경제적으로 제조하는 것이 가능해진다.

[0057] 또, 상기 중합 용매로서는, 특별히 한정되지 않지만, (메타)아크릴산, 상기 (메타)아크릴산 알킬 에스테르, 및 에틸렌성 불포화기를 2개 이상 가지는 화합물을 용해하고, 또한 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 용해하지 않는 용매인 것이 바람직하다. 이러한 중합 용매의 구체예로서는, 노르말 펜탄, 노르말 헥산, 노르말 헵탄, 노르말 옥탄, 이소옥탄, 시클로펜탄, 메틸시크로펜탄, 시클로헥산, 메틸시클로헥산, 벤젠, 톨루엔, 크실렌, 클로로벤젠, 이염화에틸렌, 아세트산 에틸, 아세트산 이소프로필, 에틸메틸케톤, 이소부틸메틸케톤 등을 들 수 있다. 이들의 중합 용매 중에서도, 품질이 안정되어 입수가 용이라는 관점으로부터, 바람직하게는, 이염화에틸렌, 노르말 헥산, 노르말 헵탄, 아세트산 에틸을 들 수 있다. 이들의 중합 용매는, 각각 단독으로 사용해도 좋고, 또 2종 이상을 조합시켜 이용해도 좋다.

[0058] 상기 중합 용매의 사용량으로서는, 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면, (메타)아크릴산 100 질량부에 대하여, 200 ~ 10,000 질량부가 바람직하고, 300 ~ 2,000 질량부가 보다 바람직하다. 중합 용매를 상기 범위 내에서 사용함으로써, 중합 반응이 진행하여도, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체가 응집하는 것을 억제하여 균일하게 교반시켜, 또한 중합 반응을 효율적으로 진행시키는 것이 가능해진다.

[0059] 또, 상기 중합 반응을 실시할 때의 분위기에 대해서는, 중합 반응이 가능한 것을 한도로서 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면, 질소 가스, 아르곤 가스 등의 불활성 가스 분위기를 들 수 있다.

[0060] 상기 중합 반응을 실시할 때의 반응 온도는, 중합 반응이 가능한 것을 한도로서 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면, 50 ~ 90°C가 바람직하고, 55 ~ 75°C가 보다 바람직하다. 이와 같은 반응 온도로 중합 반응을 실시함으로써, 반응 용액의 점도 상승을 억제하고, 반응 억제를 용이하게 할 수 있으며, 더욱 얻을 수 있는 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 부피 밀도를 억제할 수 있다.

[0061] 상기 중합 반응을 실시할 때의 반응 시간은, 반응 온도에 따라 다르므로 일괄적으로 결정하는 것은 아니지만, 보통, 2 ~ 10시간이다.

[0062] 반응 종료 후는, 예를 들면, 반응 용액을 80 ~ 130°C로 가열하고, 중합 용매를 제거함으로써 백색 미분말의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 단리(單離)할 수 있다.

[0063] 본 발명의 점성 조성물에 있어서, 상기 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체는, 각각 단독으로 사용해도 좋고, 또 2종 이상을 조합시켜 이용해도 좋다.

[0064] 다가 금속염

본 발명에 이용되는 다가 금속염은, 수용액중에서 2가 이상의 금속 이온으로서 유리(遊離)할 수 있는 것이라면 특별히 한정되지 않지만, 본 발명의 점성 조성물의 용도에 따라 적절히 선택된다.

2가 이상의 금속으로서는, 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면, 마그네슘, 칼슘, 스트론튬, 바륨, 라듐, 아연, 및 알루미늄 등을 들 수 있다. 이들 중에서도, 마그네슘 및 칼슘은, 다가 금속염으로서 다양한 분야의 제품에 사용되고 있어, 본 발명에 있어서 알맞게 사용할 수 있다.

[0067] 상기 다가 금속염으로서는, 구체적으로는, 무기산의 다가 금속염, 및 유기산의 다가 금속염을 들 수 있다.

[0068] 상기 무기산의 다가 금속염으로서는, 구체적으로는, 염화마그네슘, 브롬화 마그네슘, 요오드화 마그네슘, 황산 마그네슘, 탄산 마그네슘, 염화 칼슘, 브롬화 칼슘, 요오드화 칼슘, 황산 칼슘, 탄산 칼슘, 인산 칼슘, 및 피로인산 칼슘 등을 들 수 있다.

[0069] 또, 상기 유기산의 다가 금속염으로서는, 구체적으로는, 젖산 마그네슘, 아세트산 마그네슘, 구연산 마그네슘, 피롤리돈 카복실산 마그네슘, 벤조산 마그네슘, L-글루타민산 마그네슘, 아스코르브산 마그네슘, 아스코르브산 인산 마그네슘, 술포-L-아스코르브산 마그네슘, 젖산 칼슘, 아세트산 칼슘, 구연산 칼슘, 피롤리돈 카복실산 칼슘, 벤조산 칼슘, 아스코르브산 인산 칼슘, 및 술포-L-아스코르브산 칼슘 등을 들 수 있다.

[0070] 이들의 다가 금속염 중에서도, 바람직하게는 유기산의 다가 금속염을 들 수 있다. 특히, 아스코르브산 인산 마그네슘, 술포-L-아스코르브산 마그네슘, 아스코르브산 인산 칼슘, 술포-L-아스코르브산 칼슘 등의 아스코르브산 유도체의 다가 금속염은, 항산화작용이 뛰어나고, 화장료, 의약 등에 배합된 유효성분 또는 첨가제로서 유용성이 높아, 본 발명에 있어서 알맞게 사용된다.

[0071] 이들 다가 금속염은, 각각 단독으로 사용해도 좋고, 또 2종 이상을 조합시켜 사용해도 좋다.

[0072] 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와 다가 금속염과 물을 포함하는 액상 조성물

[0073] 본 발명의 점성 조성물의 조제는, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와 다가 금속염과 물을 포함하는 액상 조성물(간단히 「액상 조성물」로 표기하기도 한다)을 이용하여 실시된다.

[0074] 상기 액상 조성물에서의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 함유량은, 본 발명의 점성 조성물에 갖추어진 점도에 따라 적절히 설정되어지면 좋지만, 통상, 물 100 질량부에 대하여, 0.1 ~ 4 질량부가 바람직하고, 0.1 ~ 3 질량부가 보다 바람직하고, 0.2 ~ 2 질량부가 더욱 바람직하다. 이러한 범위를 충족하면, 본 발명의 점성 조성물을 피부에 도포할 때의 사용감도 보다 한층 양호해 질 수 있다.

[0075] 또, 상기 액상 조성물에서의 다가 금속염의 함유량에 대해서도, 본 발명의 점성 조성물에 갖추어진 점도에 따라 적절히 설정되어지면 좋지만, 통상, 물 100 질량부에 대하여, 0.1 ~ 4 질량부가 바람직하고, 0.5 ~ 3 질량부가 보다 바람직하다.

[0076] 상기 액상 조성물에는, 상기 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체, 다가 금속염, 및 물 이외에, 본 발명의 점성 조성물의 용도에 따라, 다른 첨가제나 유효성분이 포함되어도 좋다.

[0077] 상기 액상 조성물을 제조하는 방법에 대해서는, 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 물에 분해시킨 후, 다가 금속염을 첨가하는 방법 ; 다가 금속염을 물에 용해시킨 후, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체를 첨가하여 분산시키는 방법 ; 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와 다가 금속염을 혼합한 후, 이 혼합물을 물에 첨가하는 방법 등을 들 수 있다.

[0078] 상기 액상 조성물의 pH는, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와 다가 금속염의 농도에도 의존하지만, 통상 2 ~ 5 정도이다.

[0079] 또, 상기 액상 조성물에는, 통상, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체가 분산된 상태로 존재하고, 다가 금속염이 용해한 상태로 되어있다. 또, 상기 액상 조성물은, 통상, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체는 증점하지 않고, 저점도의 분산 액체의 상태이다.

[0080] 상기 액상 조성물의 알칼리 처리

[0081] 본 발명의 점성 조성물의 조제에는, 먼저, 상기 액상 조성물에 염기를 첨가하여 pH 7.0 이상으로 조정하고, 알칼리성 점성 조성물을 얻는다.

- [0082] pH 조정에 사용되는 염기에 대해서는, 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화칼슘, 수산화마그네슘, 수산화바륨, 수산화구리, 수산화철, 수산화리튬, 수산화베릴륨, 트리에탄올아민, 디이소프로판올아민, 2-아미노-2메틸-1프로판올, 트리에틸아민, 에틸아민, 디메틸아민, 디에틸아민, 트리메틸아민, 암모니아 등을 들 수 있다. 이들 염기 중에서도, 수산화칼륨, 수산화나트륨, 트리에탄올아민, 디이소프로판올아민, 2-아미노-2메틸-1프로판올은, 저렴하게 입수하기 쉽고, 본 발명에 있어서 적절히 이용되어 진다.
- [0083] 이들 염기는, 각각 단독으로 사용해도 좋고, 또 2종 이상을 조합시켜 이용해도 좋다.
- [0084] 또, 상기 액상 조성물에의 염기의 첨가에 의해, 액성을 pH 7.0 이상으로 조정하면 좋지만, 해당 pH로서 바람직하게는 7.0 ~ 12.0을 들 수 있다. 이러한 pH 범위로 조정함으로써, 본 발명의 점성 조성물에 고점도를 갖춰지게 하는 것이 가능해진다.
- [0085] 염기를 이용하여 상기 액상 조성물의 pH를 7.0 이상으로 조정하는 방법으로서는, 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면, 상기 액상 조성물을 교반하면서, 염기를 첨가하는 방법을 들 수 있다. 첨가하는 염기는, 고체 상태여도 좋고, 또 수용액상으로 한 것이라도 좋다.
- [0086] 이렇게 상기 액상 조성물의 pH를 7.0 이상으로 조정함으로써, 통상, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체가 가용화하여 증점하고, 얻어진 알칼리성 점성 조성물은, 겔상 또는 콜상으로 되어 있다. 덧붙여, 본 발명에서의 겔상 등은, 점성이 높은 반고체 상태의 성질을 나타내는 상태를 말하고, 콜상은, 유동성이 높은 액체상의 성질을 나타내는 상태를 말한다.
- [0087] 알칼리성 점성 조성물의 산처리
- [0088] 다음으로, 상기 알칼리성 점성 조성물에, 카복실산 및 / 또는 인 옥소산을 첨가하여 pH 2.5 ~ 6.5로 조정함으로써, 본 발명의 점성 조성물이 조제된다.
- [0089] pH 조정에 사용되는 카복실산으로서는, 분자 구조에 카복실기를 가지는 산이라면 특별히 한정되지 않고, 모노카복실산, 디카복실산, 트리카복실산, 테트라카복실산, 등의 어느 쪽이라도 좋다. 해당 카복실산으로서, 구체적으로는, 아세트산, 부티르산, 젖산, 벤조산, 글루콘산, 옥살산, 말론산, 호박산, 글루타르산, 아디프산, 피트산, 푸마르산, 말레산, 타르타르산, 말산, 프탈산, 구연산, 에틸렌디아민4아세트산 등을 들 수 있다.
- [0090] 또, pH 조정에 사용되는 인 옥소산으로서는, 인 원자에 히드록시기와 옥소기가 결합되어 있는 산이라면 좋고, 예를 들면, 인산, 아인산, 차아인산, 이인산, 에틸포스페이트, 디에틸포스페이트, 부틸포스페이트, 디부틸포스페이트, 부톡시에틸포스페이트, 디부톡시에틸포스페이트, 2-에틸헥실포스페이트, 비스(2-에틸헥실포스페이트), 이소트리데실포스페이트, 디이소트리데실포스페이트, 도데실포스페이트, 디도데실포스페이트, 테트라데실포스페이트, 디테트라데실포스페이트, 헥사 데실포스페이트, 디헥사데실포스페이트, 옥타데실포스페이트, 디옥타데실포스페이트, 올레일포스페이트, 디올레일포스페이트, 등을 들 수 있다.
- [0091] 이를 카복실산 및 인 옥소산 중에서도, pH 컨트롤이 용이하다고 하는 관점으로부터, 바람직하게는, 아세트산, 부티르산, 젖산, 벤조산, 글루콘산, 옥살산, 말론산, 호박산, 글루타르산, 아디프산, 피트산, 푸마르산, 말레산, 타르타르산, 말산, 프탈산, 구연산, 에틸렌디아민4아세트산, 및 인산을 들 수 있다.
- [0092] 이를 카복실산 및 인 옥소산은, 각각 단독으로 사용해도 좋고, 또 2종 이상을 조합시켜 이용해도 좋다.
- [0093] 또, 상기 알칼리성 점성 조성물에의 카복실산 및 / 또는 인 옥소산의 첨가에 의해, 액성을 pH 2.5 ~ 6.5로 조정하면 좋지만, 해당 pH로서 바람직하게는 3.5 ~ 6.5를 들 수 있다. 이러한 pH 범위로 조정함으로써, 다가 금속염을 포함하면서, 산성 ~ 약산성에서 고점도를 갖춘 점성 조성물이 조제된다.
- [0094] 카복실산 및 / 또는 인 옥소산을 이용하여 상기 알칼리성 점성 조성물의 pH를 2.5 ~ 6.5로 하는 방법으로서는, 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면, 상기 알칼리성 점성 조성물을 교반하면서, 카복실산 및 / 또는 인 옥소산을 첨가하는 방법을 들 수 있다. 첨가하는 카복실산 및 / 또는 인 옥소산은, 고체 상태여도 좋고, 또 수용액 상태로 한 것이여도 좋다.
- [0095] 이렇게 알칼리성 점성 조성물의 pH를 2.5 ~ 6.5로 함으로써, 알칼리성 점성 조성물의 점성을 보유하고, pH를 산성 ~ 약산성의 영역으로 할 수 있어, 본 발명의 점성 조성물이 조제된다.
- [0096] 본 발명의 점성 조성물의 특성 및 용도

- [0097] 본 발명의 점성 조성물은, 상기의 제조 방법에 의해 제조되는 것으로, 상기 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체, 다가 금속염, 염기, 및 카복실산 및 / 또는 인 옥소산이 포함된다.
- [0098] 본 발명의 점성 조성물에서의 상기 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 함유량으로서는, 예를 들면, 0.1 ~ 4 질량%가 바람직하고, 0.1 ~ 3 질량%가 보다 바람직하다.
- [0099] 또, 본 발명의 점성 조성물에서의 상기 다가 금속염의 함유량으로서는, 예를 들면, 0.1 ~ 4 질량%가 바람직하고, 0.5 ~ 3 질량%가 보다 바람직하다.
- [0100] 또, 본 발명의 점성 조성물에서의 상기 염기의 함유량은, 상기 액상 조성물의 액성을 pH 7.0 이상으로 바꾸는 것에 필요로 되는 양이며, 사용하는 염기의 종류에 따라 다르지만, 예를 들면, 0.01 ~ 6 질량%가 바람직하고, 0.03 ~ 5 질량%가 보다 바람직하다.
- [0101] 또, 본 발명의 점성 조성물에서의 상기 카복실산 및 / 또는 인 옥소산의 함유량은, 상기 알칼리성 점성 조성물의 액성을 pH 2.5 ~ 6.5로 바꾸는 데에 필요로 하는 양이며, 사용하는 카복실산 및 / 또는 인 옥소산의 종류에 따라 다르지만, 예를 들면, 0.1 ~ 4 질량%가 바람직하고, 0.3 ~ 2 질량%가 보다 바람직하다.
- [0102] 본 발명의 점성 조성물에 있어서, 물은, 상기 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체, 다가 금속염, 염기, 카복실산 및 / 또는 인 옥소산, 및 필요에 따라 첨가되는 첨가제나 유효성분 이외의 잔부를 구성한다.
- [0103] 본 발명의 점성 조성물은, 상술한 성분 이외에, 그 용도에 따라, 다른 첨가제나 유효성분을 포함해도 좋다. 예를 들면, 본 발명의 점성 조성물을 화장료로서 사용하는 경우에는, 보습제, 산화방지제, 혈행촉진제, 냉감제, 제한제, 살균제, 피부활력제, 소취제, 계면활성제, 향료, 색소 등을 포함해도 좋다. 특히, 본 발명의 점성 조성물을 화장료로 사용하는 경우에는, 피부에 대한 끈적거림을 없애고, 매끈하고 양호한 사용감을 보다 한층 향상시킨다고 하는 관점으로부터, 예를 들면, 글리세린, 프로필렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 1, 3-부틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜, 솔비톨, 젤산나트륨, 2-피롤리돈-5-카복실산나트륨, 히알루론산나트륨, 아세틸화히알루론산나트륨 등의 보습제를 배합하고 있는 것이 바람직하다.
- [0104] 본 발명의 점성 조성물에, 다른 첨가제나 유효성분을 포함시키는 경우에는, 상기 액상 조성물의 알칼리 처리 전에, 상기 액상 조성물 중에 이들의 첨가제나 유효성분을 첨가해도 좋고, 또 상기 알칼리성 점성 조성물의 산처리 후에, 이들의 첨가제나 유효성분을 첨가해도 좋다.
- [0105] 본 발명의 점성 조성물의 점도는, 예를 들면, 25°C에 있어서, 1,000 ~ 100,000mPa · s이다. 해당 점도로서는, 1,000 ~ 60,000mPa · s가 바람직하고, 1,000 ~ 15,000mPa · s가 더욱 바람직하고, 1,000 ~ 10,000mPa · s가 보다 더욱 바람직하다. 본 발명에는, 다가 금속염을 포함하고 있어, 산성 ~ 약산성이면서도, 이와 같이 고점도를 구비하는 것이 가능해진다.
- [0106] 덧붙여, 상기 점도는, BH형 회전 점도계(시바우라 시스템 주식회사제, 단일원통형 회전 점도계(비스메트론), 형번 : VS-11H)를 이용하여, 회전속도를 매분 20 회전으로 하여, 회전 개시로부터 1분 후의 25°C에서의 점도를 측정함으로써 측정된다. 측정에 사용되는 로터는, 2,000mPa · s 미만의 경우는 로터 No. 3, 2,000mPa · s 이상 5,000mPa · s 미만의 경우는 로터 No. 4, 5,000mPa · s 이상 15,000mPa · s 미만의 경우는 로터 No. 5, 15,000mPa · s 이상 40,000mPa · s 미만의 경우는 로터 No. 6, 40,000mPa · s 이상의 경우는 로터 No.7 이다.
- [0107] 본 발명의 점성 조성물은, 상기 점도를 갖추고 있어, 점성이 있는 액상, 유동성 있는 젤 상, 크림 등의 형상을 나타낸다.
- [0108] 본 발명의 점성 조성물은, 화장료, 의약(특히 피부외용제), 토일리트리(toiletry) 제품, 하우스홀드 제품, 수용성 도료 등의 분야에서 사용된다. 특히, 본 발명의 점성 조성물은, 고점도인 것에 더하여, 피부에 도포할 때도, 끈적거림이 억제되어, 매끈하고 윤기있는 사용감을 얻을 수 있으므로, 화장료, 피부외용제, 또는 토일리트리 제품으로서 적절히 사용된다.
- [0109] 본 발명의 점성 조성물을 화장료로 하는 경우, 그 제제 형태에 대해서는, 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 화장수, 유액, 미용액, 크림, 크림팩, 마사지크림, 헤어세팅젤, 자외선 차단제, 스타일링젤, 아이라이너, 마스카라, 립스틱, 파운데이션 등을 들 수 있다. 또, 본 발명의 점성 조성물을 토일리트리 제품으로 하는 경우, 그 제제형태에 대해서는, 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 클렌징크림, 클렌징젤, 세안폼, 헤어워시, 바디워시, 린스 등을 들 수 있다.
- [0110] 또, 본 발명의 점성 조성물을 화장료로 하는 경우, 다가 금속염으로서 아스코르브산 인산 마그네슘, 술포-L-아

스코르브산 마그네슘, 아스코르브산 인산 칼슘, 술포-L-아스코르브산 칼슘 등의 아스코르브산 유도체의 다가 금속염을 사용하면, 이들 다가 금속염이 가진 미백 작용을 기초로 하여, 본 발명의 점성 조성물을 미백용 화장료로서 적절히 사용할 수 있다.

[0111] [실시예]

[0112] 이하에 실시예 및 비교예를 들어, 본 발명을 구체적으로 설명하지만, 본 발명은, 이들 실시예에 의해 아무런 한정이 되지 않는다.

[0113] 1. 점성 조성물의 조제 및 그 평가

[0114] [측정 방법]

[0115] 각 실시예 및 비교예에 의해 얻어진 점성 조성물에 대하여, 점도, 질감 관능 시험을, 이하의 방법에 의해 평가했다.

[0116] (1) 점도

[0117] 각 평가 시료에 대하여, BH형 회전 점도계(시바우라 시스템 주식회사제, 단일 원통형 회전 점도계(비스메트론), 형변 : VS-11H)를 이용하여, 회전 속도를 매번 20 회전으로 하여, 1분 후의 25°C에서의 점도를 측정했다. 측정에 사용한 로터는, 2,000mPa · s 미만의 경우는 로터 No. 3, 2,000mPa · s 이상 5,000mPa · s 미만의 경우는 로터 No. 4, 5,000mPa · s 이상 15,000mPa · s 미만의 경우는 로터 No. 5, 15,000mPa · s 이상 40,000mPa · s 미만의 경우는 로터 No. 6, 40,000mPa · s 이상의 경우는 로터 No. 7이다. 덧붙여, 점도가 1,000mPa · s 이상의 시료는, 도포시에 흘리기 어렵다는 특성을 갖출 수 있으므로, 고점도에서 양호한 시료로 판단할 수 있다.

[0118] (2) 사용감

[0119] 각 실시예 및 비교예로 얻어진 점성 조성물의 적당량을 피부 위에 얹고, 손가락으로 늘림으로써 도포했다. 도포 후의 사용감에 대해, 이하의 판정 기준에 의해 평점화했다. 덧붙여, 사용감의 평가는, 10인의 패널(남녀 각 5인)에 의해 판정된 평점의 합계를 산출함으로써 실시했다. 평점의 합계점이 25점 이상의 경우는, 윤기있는 촉감으로 실용 레벨을 만족할 수 있는 양호한 사용감이라고 판단할 수 있다.

[0120] <사용감의 판정 기준>

[0121] 4점 : 매끈한 촉감으로, 윤기를 느낀다.

[0122] 3점 : 매끈한 촉감으로, 다소 윤기를 느낀다.

[0123] 2점 : 끈적거림을 느끼지 않지만, 윤기를 느끼지 않는다.

[0124] 1점 : 끈적거림을 느낀다.

[0125] [제조예 1]

[0126] 교반기, 온도계, 질소취입관 및 냉각관을 갖춘 500mL용량의 네 입 플라스크에, 아크릴산 45g(0.625 몰), 알킬기의 탄소수가 18 ~ 24 인 (메타)아크릴산 알킬 에스테르로서 브렘머(Bremmer)-VMA70(일본 유지사제 : 메타크릴산 스테아릴 10 ~ 20 질량부, 메타크릴산 에이코사닐 10 ~ 20 질량부, 메타크릴산 베헤닐 59 ~ 80 질량부, 및 메타크릴산 테트라코사닐 1 질량부 이하의 혼합물) 0.45g, 노르말 헥산 150g, 및 2, 2'-아조비스메틸이소부틸레이트 0.081g(0.00035 몰)을 넣었다. 계속해서, 균일 교반, 혼합한 후, 반응 용기의 상공부, 원료 및 용매에 존재하고 있는 산소를 제거하기 위해, 용액 중으로 질소 가스를 불어넣었다. 이어서, 질소 분위기 하, 60 ~ 65°C로 유지하여 4시간 반응시켰다. 반응 종료 후, 생성한 슬러리를 90°C로 가열하고, 노르말 헥산을 제거하고, 더욱 110°C, 10mmHg에서 8시간 감압 건조함으로써, 백색 미분말상의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체 43g를 얻었다.

[0127] [실시예 1]

[0128] 200mL용량의 폴리비커에, 종류수 100g을 넣고, 제조예 1에 의해 얻은 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체 1.0g을 첨가하고, 교반기(플라이믹스 주식회사제, 형변 : T. K. 로보믹스, 날개 직경 30mm의 디스파 날개)를 이용하여 5,000rpm으로 30분간 교반하고 균일하게 분산시켰다. 이어서, 아스코르브산 인산 마그네슘 2.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜, 액상 조성물을 얻었다. 이 때의 액상 조성물의 pH를, pH 메타(호리바 주식회사제, 형변 : D - 51)를 이용하여 측정한 결과, 4.5 였다.

- [0129] 얻어진 액상 조성물에, 18 질량% 수산화나트륨 수용액 3.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜, 알칼리성 점성 조성물을 얻었다. 이 때의 알칼리 점성 조성물의 pH는 11.2 였다.
- [0130] 다음으로, 상기 알칼리성 점성 조성물에 50 질량% 구연산 수용액 0.9g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시킴으로써, 최종적으로 점성 조성물을 얻었다. 얻은 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.
- [0131] [실시예 2]
- [0132] 실시예 1에 있어서, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 양은 2.0g으로, 18 질량% 수산화나트륨 수용액의 양을 6.0g으로, 50 질량% 구연산 수용액의 양을 1.8g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.2, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 11.4, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.
- [0133] [실시예 3]
- [0134] 실시예 1에 있어서, 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체의 양을 3.0g으로, 18 질량% 수산화나트륨 수용액의 양을 9.0g으로, 50 질량% 구연산 수용액의 양을 2.3g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.0, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 11.5, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.
- [0135] [실시예 4]
- [0136] 실시예 1에 있어서, 50 질량% 구연산 수용액의 양을 1.6g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.5, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 10.8, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 5.0 이었다.
- [0137] [실시예 5]
- [0138] 실시예 1에 있어서, 50 질량% 구연산 수용액의 양을 2.2g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.4, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 11.2, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 4.0 이었다.
- [0139] [실시예 6]
- [0140] 실시예 1에 있어서, 아스코르브산 인산 마그네슘 2.0g을 염화마그네슘 2.0g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 2.5, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 11.0, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.
- [0141] [실시예 7]
- [0142] 실시예 1에 있어서, 50 질량% 구연산 수용액 0.9g을 50 질량% 젖산 수용액 0.8g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.5, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 11.2, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.
- [0143] [실시예 8]
- [0144] 실시예 1에 있어서, 50 질량% 구연산 수용액 0.9g을 50 질량% 에틸렌디아민테트라아세트산(EDTA) 수용액 0.7g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.3, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 10.9, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.
- [0145] [실시예 9]
- [0146] 실시예 1에 있어서, 50 질량% 구연산 수용액 0.9g을 20 질량% 인산 수용액 3.0g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.4, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 10.9, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0147] [실시예 10]

실시예 1에 있어서, 아스코르브산 인산 마그네슘의 양을 0.5g, 50 질량% 구연산 수용액의 양을 0.8g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 3.9, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 11.0, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0149] [실시예 11]

실시예 1에 있어서, 아스코르브산 인산 마그네슘의 양을 3.0g, 50 질량% 구연산 수용액의 양을 1.1g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.6, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 10.8, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0151] [실시예 12]

실시예 1에 있어서, 중류수 100g을 중류수 100g과 글리세린 8.0g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.5, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 11.3, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0153] [실시예 13]

실시예 1에 있어서, 중류수 100g을 중류수 100g과 1, 3-부탄디올 8.0g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.3, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 10.9, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0155] [비교예 1]

200mL 용량의 폴리비커에, 중류수 100g을 넣고, 제조예 1에 의해 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체 1.0g을 첨가하고, 교반기(플라이믹스 주식회사제, 형변 : T. K. 로보믹스, 날개 직경 30mm의 디스파 날개)를 이용하여 5,000rpm으로 30분간 교반하고 균일하게 분산시켰다. 다음으로, 아스코르브산 인산 마그네슘 2.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜, 액상 조성물을 얻었다. 이 때의 액상 조성물의 pH는 4.5 였다.

얻어진 액상 조성물에, 18 질량% 수산화나트륨 수용액 2.5g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜 점성 조성물을 얻었다. 이 때의 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0158] [비교예 2]

200mL 용량의 폴리비커에, 중류수 100g을 넣고, 제조예 1에 의해 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체 1.0g을 첨가하고, 교반기(플라이믹스 주식회사제, 형변 : T. K. 로보믹스, 날개 직경 30mm의 디스파 날개)를 이용하여 5,000rpm으로 30분간 교반하고 균일하게 분산시켰다. 다음으로, 아스코르브산 인산 마그네슘 2.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜, 액상 조성물을 얻었다. 이 때의 액상 조성물의 pH는 4.5 였다.

얻어진 액상 조성물에, 50 질량% 구연산 수용액 0.9g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켰다. 이 때의 pH는 3.6 이었다.

다음으로, 18 질량% 수산화나트륨 수용액 3.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜 점성 조성물을 얻었다. 이 때의 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0162] [비교예 3]

실시예 1에 있어서, 50 질량% 구연산 수용액 0.9g을 1mol/L 염산 6.8g으로 변경한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 하여 점성 조성물을 얻었다. 덧붙여, 수산화나트륨 첨가 전에 얻어진 액상 조성물의 pH는 4.4, 수산화나트륨 첨가 후에 얻어진 알칼리성 점성 조성물의 pH는 10.9, 최종적으로 얻어진 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0164] [참고예 1]

200mL 용량의 폴리비커에, 중류수 100g을 넣고, 제조예 1로 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체 1.0g을 첨가하고, 교반기(플라이믹스 주식회사제, 형변 : T. K. 로보믹스, 날개 직경 30mm의 디스파 날개)를 이

용하여 5,000rpm으로 30분간 교반하고 균일하게 분산시켰다. 다음으로, 아스코르브산 나트륨 2.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜, 액상 조성물을 얻었다. 이 때의 액상 조성물의 pH는 4.5 였다.

[0166] 얻어진 액상 조성물에, 18 질량% 수산화나트륨 수용액 2.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜 점성 조성물을 얻었다. 이 때의 점성 조성물의 pH는 6.0 이었다.

[0167] [평가 결과의 요약]

[0168] 각 실시예, 비교예, 및 참고예로 얻어진 점성 조성물에 대하여, 점도 및 사용감을 평가한 결과를 표 1에 나타낸다. 표 1로부터 알 수 있듯이, 제조예 1로 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와, 다가 금속염과, 물을 포함한 액상 조성물을, 염기로 pH 7.0 이상으로 조정한 후에, 카복실산 또는 인 옥소산으로 pH 6.5 이하로 조정함으로써, 높은 점도를 갖춘 점성 조성물이 얻어진다(실시예 1 ~ 13). 한편, 해당 액상 조성물을 염기를 이용하여 직접 pH를 6.0으로 조정한 경우(비교예 1), 및 해당 액상 조성물에 카복실산 첨가 후에 염기를 첨가하여 pH를 6.0으로 조정한 경우(비교예 2)에는, 고점도로까지 증점할 수 없었다. 더욱이, 해당 액상 조성물을 염기로 pH 7.0 이상으로 조정한 후에, 염산으로 pH 6.5 이하로 하여도, 고점도의 점성 조성물을 얻을 수 없었다(비교예 3).

[0169] 덧붙여, 참고예 1에 나타난 것처럼, 제조예 1에 의해 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체와 1가의 금속염(아스코르브산 나트륨)을 공존시킨 경우에는, 단순히, 염기를 이용하여 직접 pH를 6.0으로 조정할 뿐, 고점도로까지 증점시키지 못하고 있다. 따라서, 다가 금속염과의 공존 하에서, 산성으로부터 약산성의 pH영역에서 고점도로까지 증점할 수 없다고 하는 것은, 제조예 1에 의해 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체에 특유의 결점인 것도 확인되었다.

[0170] 또한, 각 실시예로 얻어진 점성 조성물은, 피부에 도포하여도, 끈적거리지 않고, 매끈하게, 피부에 윤기를 부여 할 수 있어, 사용감이 양호한 것도 확인되었다.

표 1

	점도 [mPa·s]	사용감 [평점의 합계 점수점]
실시예 1	4,200	34
실시예 2	50,000	30
실시예 3	85,000	25
실시예 4	5,200	34
실시예 5	2,200	36
실시예 6	5,500	34
실시예 7	3,300	35
실시예 8	4,000	35
실시예 9	2,500	36
실시예 10	9,200	33
실시예 11	1,100	38
실시예 12	2,000	39
실시예 13	6,500	38
비교예 1	20	37
비교예 2	800	35
비교예 3	50	37
참고예 1	6,000	34

[0171]

[0172] [실시예 14]

[0173] 200mL 용량의 폴리비커에, 중류수 100g을 넣고, 제조예 1에 의해 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체 1.0g을 첨가하고, 교반기(플라이믹스 주식회사제, 형번 : T. K. 로보믹스, 날개 직경 30mm의 디스파 날개)를 이용하여 5,000rpm으로 30분간 교반하고 균일하게 분산시켰다. 다음으로, 아스코르브산 인산 마그네슘 2.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜, 액상 조성물을 얻었다. 이 때의 액상 조성물의 pH를 측정한 결과, 4.5 였다.

- [0174] 얻어진 액상 조성물을 교반기로 2,000rpm으로 교반하면서, 18 질량% 수산화나트륨 수용액을 pH 11.2에 도달할 때까지 서서히 적하하고, 알칼리성 점성 조성물을 얻었다. pH 11.2에 도달할 때까지의 사이, 점도의 측정도 실시했다.
- [0175] 다음으로, 얻어진 알칼리성 점성 조성물(pH 11.2)을 교반기로 2,000rpm으로 교반하면서, 50 질량% 구연산 수용액을 pH 5.0에 도달할 때 까지 서서히 적하하고, 점성 조성물을 얻었다. pH 5.0에 도달할 때 까지의 사이, 점도의 측정도 실시했다.
- [0176] 도 1에, 액상 조성물(pH 4.5)로부터 알칼리성 점성 조성물(pH 11.2)이 얻어질 때 까지의 사이, 및 해당 알칼리성 점성 조성물(pH 11.2)로부터 점성 조성물(pH 5.0)이 얻어질 때 까지의 사이에, 점도의 측정을 실시한 결과를 나타낸다. 이 결과로부터, 액상 조성물(pH 4.5)의 pH가 높아짐과 동시에 점도가 상승하고, 그 후, 구연산을 이용하여 pH를 저하시켜도, 알칼리성 점성 조성물(pH 11.2)과 동등의 점도가 유지되는 것이 확인되었다.
- [0177] [실시예 15]
- [0178] 200mL 용량의 폴리비커에, 중류수 100g을 넣고, 제조예 1에 의해 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체 1.0g을 첨가하고, 교반기(플라이믹스 주식회사제, 형번 : T. K. 로보믹스, 날개 직경 30mm의 디스파 날개)를 이용하여 5,000rpm으로 30분간 교반하고 균일하게 분산시켰다. 다음으로, 아스코르브산 인산 마그네슘 2.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜, 액상 조성물을 얻었다. 이 때의 액상 조성물의 pH를 측정한 결과, 4.5 였다.
- [0179] 얻어진 액상 조성물을 교반기에서 2,000rpm으로 교반하면서, 18 질량% 수산화나트륨 수용액을 pH 10.8에 도달할 때까지 서서히 적하하고, 알칼리성 점성 조성물을 얻었다. pH 10.8에 도달할 때까지의 사이, 점도의 측정도 실시했다.
- [0180] 다음으로, 얻어진 알칼리성 점성 조성물(pH 10.8)을 교반기에서 2,000rpm으로 교반하면서, 50 질량% 젖산 수용액을 pH 5.1에 도달할 때까지 서서히 적하하고, 점성 조성물을 얻었다. pH 5.1에 도달할 때까지의 사이, 점도의 측정도 실시했다.
- [0181] 도 2에, 액상 조성물(pH 4.2)로부터 알칼리성 점성 조성물(pH 10.8)이 얻어질 때 까지의 사이, 및 해당 알칼리성 점성 조성물(pH 10.8)로부터 점성 조성물(pH 5.1)이 얻어질 때 까지의 사이에, 점도의 측정을 실시한 결과를 나타낸다. 이 결과도, 실시예 14의 경우와 마찬가지로, 액상 조성물(pH 4.2)의 pH가 높아짐과 동시에 점도가 상승하고, 그 후, 젖산을 이용하여 pH를 저하시켜도, 고점도를 유지할 수 있다는 것을 알았다.
- [0182] [실시예 16]
- [0183] 200mL 용량의 폴리비커에, 중류수 100g을 넣고, 제조예 1에 의해 얻어진 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체 1.0g을 첨가하고, 교반기(플라이믹스 주식회사제, 형번 : T. K. 로보믹스, 날개 직경 30mm의 디스파 날개)를 이용하여 5,000rpm으로 30분간 교반하고 균일하게 분산시켰다. 다음으로, 염화마그네슘 2.0g을 첨가하고, 교반기를 이용하여 2,000rpm으로 5분간 교반하고 균일하게 분산시켜, 액상 조성물을 얻었다. 이 때의 액상 조성물의 pH를 측정한 결과, 2.5 였다.
- [0184] 얻어진 액상 조성물을 교반기에서 2,000rpm으로 교반하면서, 18 질량% 수산화나트륨 수용액을 pH 11.0에 도달할 때까지 서서히 적하하고, 알칼리성 점성 조성물을 얻었다. pH 11.0에 도달할 때까지의 사이, 점도의 측정도 실시했다.
- [0185] 다음으로, 얻어진 알칼리성 점성 조성물(pH 11.0)을 교반기에서 2,000rpm으로 교반하면서, 50 질량% 구연산 수용액을 pH 5.3에 도달할 때까지 서서히 적하하고, 점성 조성물을 얻었다. pH 5.3에 도달할 때 까지의 사이, 점도의 측정도 실시했다.
- [0186] 도 3에, 액상 조성물(pH 2.5)로부터 알칼리성 점성 조성물(pH 11.0)이 얻어질 때 까지의 사이, 및 해당 알칼리성 점성 조성물(pH 11.0)로부터 점성 조성물(pH 5.3)이 얻어질 때까지의 사이에, 점도의 측정을 실시한 결과를 나타낸다. 이 결과, 다가 금속염으로써 염화마그네슘을 사용한 경우에 있어서도, 액상 조성물(pH 2.5)의 pH가 높아짐과 동시에 점도가 상승하고, 그 후, 구연산을 이용하여 pH를 저하시켜도, 고점도를 유지할 수 있다는 것을 알았다.
- [0187] 2. 제제예

[0188] [제제예 1] 미백 화장수

표 2에 나타낸 성분 1 ~ 9를 균일하게 혼합 분산시킨 후에, 성분 10을 첨가하여 혼합하고, 다음으로, 성분 11 및 12를 더하여 균일하게 교반함으로써, 미백 화장수를 제조했다.

표 2

(성분)	질량%
1. 제조예 1의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체	1.0
2. 정제수	50.0
3. 펜틸렌글리콜	1.2
4. 페녹시에탄올	0.6
5. 글리세린	4.0
6. 인산 아스코르브산 Mg	2.5
7. 치자추출물	0.3
8. 고삼추출물	0.3
9. 라피노스	0.5
10. 18% 수산화나트륨 수용액	3.0
11. 구연산	적량
12. 정제수	잔량
합계	100
pH	5.80

[0190]

[제제예 2] 스킨 케어 로션

표 3에 나타낸 성분 1 ~ 3을 혼합하고, 제 1 혼합물을 조제했다. 또, 별도, 성분 4 ~ 7을 혼합하고, 제 2 혼합물을 조제했다. 80°C로 가열한 상태에서, 제 1 혼합물을 제 2 혼합물에 적하 · 교반하고, 유화시켰다. 다음으로, 성분 8을 적하하고 교반을 실시한 후, 성분 9를 적하하고 교반을 실시했다. 더욱이, 성분 10을 첨가하여 교반을 실시하고, 냉각함으로써 스킨 케어 로션을 조제했다.

표 3

(성분)	질량%
1. 제조예 1의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체	0.2
2. 디카프릴산 트리글리세리드	6.3
3. 스테아린산 2 에틸 헥실	7.1
4. 정제수	70.0
5. 글리세린	2.9
6. 인산 아스코르브산 Mg	2.0
7. 폴리소르베이트 60	1.9
8. 6% 수산화나트륨 수용액	1.1
9. 젖산	적량
10. 정제수	잔량
합계	100
pH	6.0

[0193]

[제제예 3] 미백 성분 배합 보습 크림

표 4에 나타낸 성분 1 ~ 4를 혼합하고, 제 1 혼합물을 조제했다. 또, 별도, 성분 5 ~ 8을 혼합하고, 제 2 혼합물을 조제했다. 75°C로 가열한 상태에서, 제 1 혼합물을 제 2 혼합물에 적하 · 교반하고, 유화시켰다. 다음으로, 성분 9를 적하하고 교반을 실시한 후, 성분 10을 적하하고 교반을 실시했다. 더욱이, 성분 11을 첨가하여 교반을 실시하고, 냉각시켰다. 실온까지 저하한 시점에서, 더욱이 성분 12를 적하하고 교반함으로써, 미백 성분 배합 보습 크림을 조제했다.

표 4

(성분)	질량%
1. 제조예 1의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체	0.2
2. 정제수	60.0
3. 글리세린	5.0
4. 폴리소르베이트 60	1.0
5. 인산 아스코르브산 Mg	4.0
6. 세틸 알코올	1.0
7. 디카프릴산 트리글리세리드	10.3
8. 미리스릴산 이소프로필	4.0
9. 6% NaOH 수용액	1.1
10. 구연산	적량
11. 정제수	잔량
12. 에탄올	3.0
pH	5.5

[0196]

[제제예 4] 클렌징 젤

[0198]

표 5에 나타낸 성분 1 ~ 3을 혼합해, 제 1 혼합물을 조제했다. 또, 별도, 성분 4 ~ 6을 혼합해, 제 2 혼합물을 조제했다. 다음으로, 제 1 혼합물과 제 2 혼합물을 교반 혼합하고, 이것에 성분 7과 성분 8의 혼합물을 첨가하여 혼합했다. 그 후, 성분 9를 적하하여 교반을 실시했다. 다음으로, 성분 10과 성분 11의 혼합물을 적하하여 교반을 실시함으로써, 클렌징 젤을 조제했다.

표 5

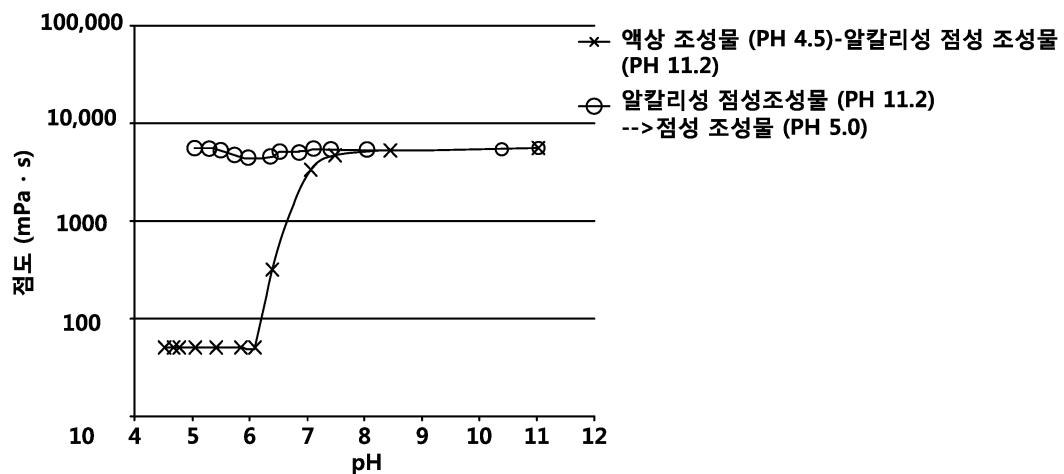
(성분)	질량%
1. 라우레스 황산 나트륨	4.3
2. 글리세린	0.5
3. 코카미드 프로필 베타인	3.2
4. 정제수	70.0
5. 제조예 1의 알킬 변성 카복실기 함유 수용성 공중합체	1.1
6. 키산탄 검	0.1
7. 염화 칼슘	10.3
8. 정제수	4.0
9. 18% NaOH 수용액	3.0
10. 구연산	적량
11. 정제수	잔량
pH	5.6

[0199]

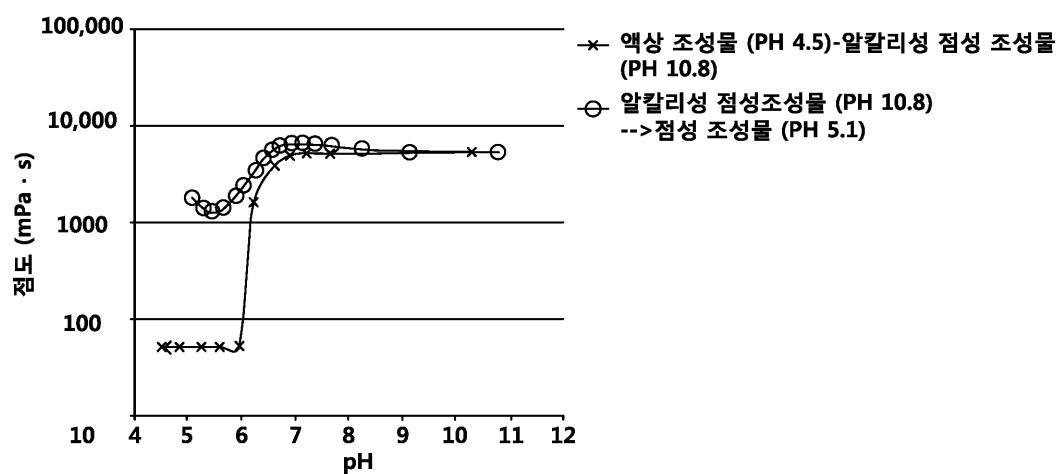
제제예 1 ~ 4에서 얻어진 화장료는, 모두, 고점도로, 끈적거림이 없이, 윤기나고 양호한 사용감을 가지고 있었다.

도면

도면1



도면2



도면3

