

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2015年12月17日(17.12.2015)



(10) 国際公開番号
WO 2015/190306 A1

- (51) 国際特許分類:
A61K 8/46 (2006.01) A61K 8/55 (2006.01)
A61K 8/06 (2006.01) A61Q 17/04 (2006.01)
A61K 8/34 (2006.01) A61Q 19/00 (2006.01)
A61K 8/44 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/065435
- (22) 国際出願日: 2015年5月28日(28.05.2015)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2014-122250 2014年6月13日(13.06.2014) JP
- (71) 出願人: 株式会社 資生堂(SHISEIDO COMPANY, LTD.) [JP/JP]; 〒1040061 東京都中央区銀座7丁目5番5号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 宮原 令二(MIYAHARA, Reiji); 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早瀬2丁目2番1号 株式会社資生堂 リサーチセンター (新横浜) 内 Kanagawa (JP). 米澤 徹朗(YONEZAWA, Tetsuro); 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早瀬2丁目2番1号 株式会社資生堂 リサーチセンター

(新横浜) 内 Kanagawa (JP). 黒川 賢志(KUR-OKAWA, Kenji); 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早瀬2丁目2番1号 株式会社資生堂 リサーチセンター (新横浜) 内 Kanagawa (JP).

- (74) 代理人: 岩橋 祐司(IWAHASHI, Yuji); 〒2210045 神奈川県横浜市神奈川区神奈川2-18-16 Kanagawa (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー

[続葉有]

(54) Title: α -GEL-INTERMEDIATE COMPOSITION, AND PRODUCTION METHOD FOR α -GEL-CONTAINING O/W EMULSION COSMETIC USING SAID COMPOSITION

(54) 発明の名称: α ゲル中間体組成物、及び該組成物を用いた α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造方法

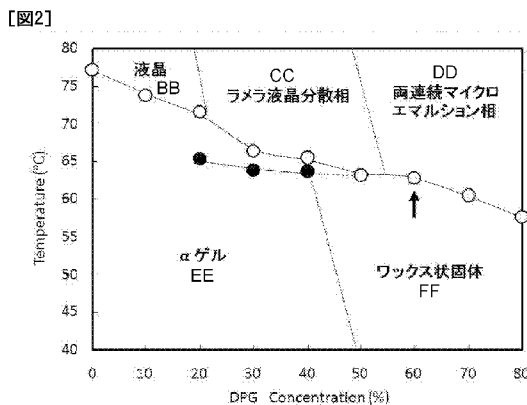


図2. ベヘニルアルコール+N-ステアロイルタウリンNa-DPG-水の相平衡図 HH

- BB... LIQUID CRYSTAL
- CC... LAMELLAR LIQUID CRYSTAL DISPERSION PHASE
- DD... BICONTINUOUS MICROEMULSION PHASE
- EE... α GEL
- FF... WAXY SOLID
- HH... PHASE EQUILIBRIUM DIAGRAM OF BEHENYL ALCOHOL+N-STEAROYL TAURINE Na-DPG-WATER

(57) Abstract: Provided are: an intermediate composition for easily and stably preparing, without having to use a cooling device having a significant impact on cost and the environment, an α -gel-containing O/W emulsion cosmetic exhibiting very little change in viscosity over time and excellent emulsion stability; and a production method for said intermediate composition. This α -gel-intermediate composition is characterized by comprising: 20-80 mass% of a mixture (A) obtained by mixing, in a molar ratio in the range of 3:2 to 5:1, at least one higher alcohol having a carbon number of at least 16, and an anionic surface active agent; and 20-80 mass% of a mixture (B) obtained by mixing, in a mass ratio in the range of 5:5 to 8:2, at least one water-soluble solvent having an IOB value of 1.5-3.5, and water. The α -gel-intermediate composition is further characterized in that: at temperatures in the range of 65-85°C, the α -gel-intermediate composition is a liquid comprising either a bicontinuous microemulsion phase or a bicontinuous microemulsion phase having lamellar liquid crystal dispersed therein; and, at room temperature, the α -gel-intermediate composition is a solid.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2015/190306 A1



ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

粘度の経時変化が非常に少なく、乳化安定性に優れる α ゲル含有 O/W 乳化化粧料を、コスト面と環境面での負担が大きい冷却装置を用いることなく、簡便且つ安定に作製するための中間体組成物、及びその製造方法を提供する。(A) 炭素数 16 以上の高級アルコール 1 種または 2 種以上と、アニオン性界面活性剤が、3 : 2 ~ 5 : 1 のモル比で混合された混合物、20 ~ 80 質量%、及び、(B) 10 B 値が 1.5 ~ 3.5 である水溶性溶媒 1 種または 2 種以上と、水が、5 : 5 ~ 8 : 2 の質量比で混合された混合物、20 ~ 80 質量%、からなり、65 ~ 85 °C では、両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶が分散した両連続マイクロエマルション相からなる液体であり、室温では固体であること、を特徴とする α ゲル中間体組成物。

明 細 書

発明の名称：

α ゲル中間体組成物、及び該組成物を用いた α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造方法

関連出願

[0001] 本出願は、2014年6月13日付け出願の日本国特許出願2014-122250号の優先権を主張しており、ここに折り込まれるものである。

技術分野

[0002] 本発明は、 α ゲル含有O/W乳化化粧料を作製するための中間体組成物、及び該中間体組成物を用いた α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造方法に関する。

背景技術

[0003] 乳化化粧料の作製において、エマルションの安定化は非常に重要な課題であり、安定性を向上させるためのさまざまな技術が開発されている（例として、非特許文献1及び2）。

例えば、O/W（＝水中油型）エマルションの場合、乳化粒子の周囲に液晶や α ゲルの層を形成させると乳化粒子の凝集・合一が物理的に抑制されるため、安定性が著しく向上することが知られている（非特許文献1及び2）。

。

[0004] α ゲルとは、炭素数16以上の直鎖状高級アルコール又は未中和の脂肪酸と、親水性界面活性剤が、水との共存下で形成するラメラ状の2分子膜からなる会合体のことである（非特許文献3）。前記高級アルコールと界面活性剤は、当該2分子膜内で3：1の分子比で規則正しく配置（具体的には、高級アルコールの親水基が六角形の角に、界面活性剤の親水基が六角形の中心に位置するように配置）し、六方晶系を形成している（非特許文献3、第81～82頁）。ラメラ液晶と構造的に似ているが、ラメラ液晶よりもアルキル鎖のパッキングが高いために閉塞性が高く、保水性にも優れるため、 α ゲ

ルを用いた前記安定化技術はO/W乳化化粧品において広く用いられている（例として、特許文献1）。

[0005] しかしながら、 α ゲルを外相に含むO/W乳化化粧品（本願では、 α ゲル含有O/W乳化化粧品と呼ぶ）は粘度の経時安定性が低く、時間が経つにつれて粘度が上昇する（すなわち、製品が次第に硬くなる）ことが知られている。

また、その製造工程では乳化物の冷却工程が容易でなく、冷却速度が非常に遅いと外相中に α ゲルが多量に形成されて硬すぎる化粧品となり、冷却速度が早すぎると高級アルコールの結晶が析出して凝集塊を生じることがあった。そのため、当該工程は通常冷却機（オンレーター等）を用いて冷却速度を調節しながら行われるが、多大なエネルギーを要するうえに冷却機の洗浄工程で多量の廃水を生じるため、コスト面と環境面において大きな負担となっている。

さらに、これまで製造方法では、乳化粒子径の小さいエマルジョン（具体的には、粒子径1 μ m以下）の作製が難しいことも知られていた。

[0006] α ゲル含有O/W乳化化粧品が抱える前記問題点のうち、乳化粒子径については、本発明者により、最初にW/Oエマルジョンを作製し、その後O/Wエマルジョンに転相させることで、1 μ m以下の乳化粒子径を有する α ゲル含有O/W乳化化粧品が作製できることが示されている（特許文献2）。

そして、前記コスト面と環境面での負担については、高濃度の中間体組成物を作製することで軽減する試みが行われている。特許文献3では、本発明者により、 α ゲルを形成し得る炭素数16以上の高級アルコール、非イオン界面活性剤、油分とを含む油相と、水相の一部のみを70℃以上で乳化して高濃度乳化パーツを作製し、当該高濃度乳化パーツを室温付近の残部の水相で希釈することで、冷却機を用いなくても α ゲル含有O/W乳化化粧品が作製できることを報告している。また、特許文献4では、高濃度の水溶性溶媒と非イオン性界面活性剤を70℃付近で加熱溶解した水相に、加熱した油相を攪拌しながら添加して微細なオイルゲル（オイルゲル乳化パーツ）を作製

し、該オイルゲルを水相中に分散させることでO/W乳化化粧品を作製する方法が示されている（特に、特許文献4の実施例3参照）。

[0007] しかしながら、 α ゲル含有O/W乳化化粧品の最大の問題点である粘度の経時変化については、それを抑制し得る有効な手段は報告されていない。また、前記中間体組成物（高濃度乳化パーツ及びオイルゲル乳化パーツ）は熱力学的に非平衡な状態の組成物であるため、安定で保存可能な中間体組成物を望む声もあった。

先行技術文献

特許文献

- [0008] 特許文献1：特許第3829048号公報
特許文献2：特許第5047369号公報
特許文献3：特許第4709320号公報
特許文献4：特公平2-51665号公報

非特許文献

- [0009] 非特許文献1：薬学雑誌、第104巻、第9号、第986～989頁、1894年
非特許文献2：鈴木敏幸、粧技誌、第44巻、第2号、第103～117頁、2010年
非特許文献3：福島正二著、「セチルアルコールの物理化学」、フレグランスジャーナル社出版、第79～83頁、1992年
非特許文献4：阿部正彦、鈴木敏幸、福井寛著、「最新・化粧品の機能創製・素材開発・応用技術」、技術教育出版社出版、2007年
非特許文献5：藤田穆、赤塚政美著、「系統的有機訂正分析（混合物編）」、共立出版株式会社出版、1974年

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0010] 本発明は前記従来技術が抱える問題を鑑みてなされたものであり、粘度の

経時変化が非常に少なく、乳化安定性に優れる α ゲル含有O/W乳化化粧料を、冷却装置を使用せずに簡便且つ安定に作製する方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0011] 前記目的を達成するために本発明者は、これまでの α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造方法に着目した。前述したように、これまでの方法では、親水性界面活性剤とその他の水性成分を水に溶解して70℃付近に加温した水相に、油分と高級アルコールを70℃付近で加熱溶解した油相を攪拌しながら添加して乳化を行い、得られた乳化物を冷却機内で攪拌しながら35℃付近にまで冷却することで α ゲル含有O/W乳化化粧料を作製している（例えば、特許文献1-3）。すなわち、 α ゲルの構成成分（親水性界面活性剤、炭素数16以上の直鎖状高級アルコール、及び水）のうち、親水性の界面活性剤は水相に、親油性の高級アルコールは油相にそれぞれ溶解しておき、両相を混合して乳化を行った後に、当該乳化粒子の内部から高級アルコールが水相に浸出することによって、乳化粒子の周囲に効率よく α ゲルを形成させる方法である。
- [0012] 親水性の高い成分を水相に、親油性の高い成分を油相に溶解することは極めて常識的な手法であり、特許文献1-4はすべてこの常識に従っている。また、 α ゲルで覆われた乳化粒子を得るには、ゲルの構成成分が乳化粒子の界面膜上で揃うようにデザインされた上記製造方法は、非常に効率的且つ合目的といえる。
- [0013] そこで、本発明者は、これらの常識に敢えて反することで、前記課題の解決手段を模索することにした。具体的には、 α ゲルの構成成分がすべて溶解しているにも関わらず α ゲルを生じない液相であって、且つ、特定の操作によって α ゲル形成が容易に誘発される液相を作り出せないか検討した。なお、本願では、“液相（すなわち、液体の状態の相）”と“液体”を同義で用いている。
- [0014] 試行錯誤の末、IOB値が1.5~3.5の水溶性溶媒と水を5:5~8

: 2の質量比で混合した混合液を用いれば、炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤を α ゲルを形成し易い混合比(3:2~5:1)で溶解させても、65-85℃の範囲において α ゲルを含まない低粘度の液相が得られることを見出した。当該低粘度の液相は、両連続マイクロエマルション相、又はラメラ液晶が分散した両連続マイクロエマルション相からなり、該液相に室温程度の水を添加して混合すると容易に α ゲルを生じた。そして、当該低粘度の液相に、85℃以下の油分と室温程度の水を順次添加して混合すると、粘度の経時安定性が非常に高く乳化安定性に優れる α ゲル含有O/W乳化物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

さらに、前記低粘度の液相は室温ではワックス状の固体となり、その状態で長期間安定に保存できることも見出された。

[0015] すなわち、本発明によって、

(A) 炭素数16以上の高級アルコール1種または2種以上と、アニオン性界面活性剤が、3:2~5:1のモル比で混合された混合物を20~80質量%、及び、

(B) IOB値が1.5~3.5である水溶性溶媒1種または2種以上と、水が、5:5~8:2の質量比で混合された混合物を20~80質量%、からなり、

65-85℃では、両連続マイクロエマルション相、又はラメラ液晶が分散した両連続マイクロエマルション相からなる液体であり、

室温では固体であること、

を特徴とする α ゲル中間体組成物が提供される。

[0016] 前記(A)のアニオン性界面活性剤としては、N-アシルメチルタウリン塩、N-アシルグルタミン酸塩、及びモノアルキルリン酸塩から選択される1種又は2種以上を好適に用いることができる。

また、前記(B)のIOB値が1.5~3.5である水溶性溶媒としては、ジプロピレングリコール、イソプレングリコール、1,3-ブタンジオール、ポリエチレングリコール、及びプロピレングリコールから選択される1

種または2種以上が好適である。

[0017] さらに、本発明により、下記工程 (i) ~ (iii) ;

(i) 下記成分 (A) と (B) を 65 – 85 °C で攪拌混合して、両連続マイクロエマルション相、又はラメラ液晶が分散した両連続マイクロエマルション相からなる α ゲル中間体組成物を得る工程、

(A) 炭素数 16 以上の高級アルコール 1 種または 2 種以上と、アニオン性界面活性剤が、3 : 2 ~ 5 : 1 のモル比で混合された混合物を 20 ~ 80 質量%、及び、

(B) I O B 値が 1.5 ~ 3.5 である水溶性溶媒 1 種または 2 種以上と、水が、5 : 5 ~ 8 : 2 の質量比で混合された混合物を 20 ~ 80 質量%、

(ii) 工程 (i) で得た α ゲル中間体組成物に、当該組成物を 65 – 85 °C で攪拌しながら、85 °C 以下の油分を添加する工程、

(iii) 工程 (ii) で得た α ゲル中間体組成物と油分の混合物に、当該混合物を攪拌しながら、当該混合物の 3 ~ 50 質量倍の 30 °C 以下の水を添加する工程、

を備えることを特徴とする、 α ゲル含有 O/W 乳化化粧料の製造方法が提供される。

また、前記工程 (i) で得られた α ゲル中間体組成物は、室温で保存した後に、前記工程 (ii) を行うことが可能である。

発明の効果

[0018] 本発明により、粘度の経時安定性が極めて高く、乳化安定性に優れる α ゲル含有 O/W 乳化化粧料を、コスト面と環境面での負担が大きい冷却装置を用いることなく簡便且つ安定に作製するための中間体組成物、及び該中間体組成物を用いた α ゲル含有 O/W 乳化化粧料の製造方法が提供される。本発明に係る α ゲル中間体組成物は、65 – 85 °C に加熱して低粘度の液相とした後に水を添加すると、容易に α ゲルを生じるものである。それゆえ、該低粘度の液相に加熱した油分を添加し、続いて室温程度の水（又は水性成分を溶解させた水）を添加して混合することにより、簡便且つ安定に α ゲル含有

O/W乳化物を得ることができる。さらに、本発明に係る α ゲル中間体組成物は、室温で長期間安定に保存することが可能である。

図面の簡単な説明

[0019] [図1]ベヘニルアルコール：N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム＝3：1（モル比）の混合物に水を添加し、80℃で攪拌混合した組成物のX線回折の結果である。

[図2]ベヘニルアルコール：N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム＝3：1（モル比）の混合物を30質量%、ジプロピレングリコール/水の混合物（質量比は縦軸に記載）を70質量%含む組成物が、種々の温度で取り得る相状態を示した図である。

[図3]ベヘニルアルコール：N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム＝3：1（モル比）の混合物、ジプロピレングリコール、及び水からなる組成物が、80℃で取り得る相状態を示した図である。

[図4]本願試験例31の α ゲル中間体組成物を室温で数週間保存した後、80℃に加熱し、該中間体組成物の8質量倍の室温の水を添加して攪拌混合した後、X線回折を行った結果である。

[図5]処方と同じだが、2種類の異なる製造方法で作製した α ゲル含有O/W乳化化粧料の光学顕微鏡写真である（本発明の製造方法：本願試験例53、従来の製造方法：本願試験例54）。

発明を実施するための形態

[0020] 以下、本発明の好適な実施形態について説明する。まず、本発明に係る α ゲル中間体組成物、及びその構成成分について詳しく説明する。

なお、以下の記載におけるPEG、POE、POPはポリエチレングリコール、ポリオキシエチレン、ポリオキシプロピレンの略であり、当該略記のハイフンの後の数字はそれぞれの平均付加モル数を表す。また、DPGはジプロピレングリコールの略である。

[0021] ・ α ゲル中間体組成物

本発明に係る α ゲル中間体組成物は、

(A) 炭素数16以上の高級アルコール1種または2種以上と、アニオン性界面活性剤が、3:2~5:1のモル比で混合された混合物と、

(B) I O B値が1.5~3.5である水溶性溶媒1種または2種以上と、水が、5:5~8:2の質量比で混合された混合物が、

(A) : (B) = 20 : 80 ~ 80 : 20の質量比で混合された組成物であり、65-85℃では両連続マイクロエマルジョン相、又はラメラ液晶が分散した両連続マイクロエマルジョン相（以降、本願ではラメラ液晶分散相と呼ぶ）からなる低粘度の液体であり、室温ではワックス状の固体となるものである。そして、前記固体の状態では、室温での長期保存が可能である。

なお、ここでいうI O B値 (Inorganic Organic Balance) とは、藤田穆の有機概念図によって算出される無機性及び有機性の値の比のことであり、有機化合物の極性の指標となる値である（非特許文献5）。有機化合物のI O B値が高いほど、該化合物の極性が高いことを表している。

本発明に係る α ゲル中間体組成物は、65-85℃に加熱した状態で、85℃以下の油分と30℃以下の水を順次添加して混合することにより、油相（すなわち、乳化粒子）の周囲が α ゲルで覆われたO/W乳化化粧品を容易に生じるため、 α ゲル含有O/W乳化化粧品の中間体組成物として用いることができるものである。

[0022] 本発明における“ α ゲル”とは、炭素数16以上の直鎖状高級アルコールとアニオン性界面活性剤が3:1の分子比で形成する六方晶系を基本単位とするラメラ状の2分子膜会合体（非特許文献3、第81-82頁参照）を意味する。X線回折を行うと、 α ゲルは、回折角約 10° 以下の小角領域に、数10~数100Åオーダーの長面間隔に対応する鋭いピークを示し、回折角約 10° 以上の広角領域に、当該六方晶系の六角形（すなわち、短面間隔）に対応する鋭い単一ピーク（4.15Å付近）を示す。ラメラ液晶と比較すると、小角領域のパターンで両者を区別することは難しいが、広角領域のパターンが明らかに異なるため（ラメラ液晶では、4.5Å付近にhalo

、すなわち、ブロードな単一ピークが得られる)、両者を容易に区別できる(非特許文献4、第238-241頁参照)。

よって、本願では、X線回折において、小角領域に長面間隔に対応する複数のピークが得られ、且つ、広角領域に鋭い単一ピークが得られた場合に、 α ゲル含有組成物、と判定することにした。

[0023] 本発明に係る α ゲル中間体組成物が65-85℃で取り得る“両連続マイクロエマルション相”とは、炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤が互いの親水基どうし(又は親油基どうし)が近接するように配向して形成される2分子膜状の無限会合体からなる、熱力学的に平衡な1相状態の液相である。前述の α ゲルとは異なり、前記無限会合体の膜平面方向における高級アルコールとアニオン性界面活性剤の配置に規則性はなく、系全体としては光学的に等方性を示す。80℃付近では無色透明となるので、親水性色素・疎水性色素を添加すると両色素とも系全体に拡散するのが観察され、これにより両連続相であることが容易に確認できる。

そして、本発明に係る α ゲル中間体組成物が65-85℃で取り得る“ラメラ液晶分散相”とは、前記無限会合体の一部が局所的に液晶化することにより、前記“両連続マイクロエマルション相”にラメラ液晶が分散した状態の液相である。前記“両連続マイクロエマルション相”と同様に、80℃付近では無色透明となり親水性及び疎水性色素の系全体への拡散が観察されるが、ラメラ液晶を含むので光学的には異方性を示す。よって、当該ラメラ液晶分散相からなる組成物は、低速で遠心(例として、日立工機株式会社製himac CF7D2型遠心分離機を用いた2000rpm程度の低速遠心)すると、光学等方性の上層(両連続マイクロエマルション相)と光学異方性の下層(ラメラ液晶が濃縮された相)に分離するので、前記両連続マイクロエマルション相とは容易に区別できる。なお、本願では、前記下層の割合が組成物全体に対して約5体積%以下のものを“ラメラ液晶分散相”と定義する。

本願では前記両連続マイクロエマルション相、及びラメラ液晶分散相から

なる液相（液体）を“低粘度の液相（液体）”と呼ぶことがあるが、該“低粘度”とは、 α ゲル及びラメラ液晶相が非常な高粘度（ほぼ固体に近い）であることと対比して用いた用語である。

[0024] ・炭素数 16 以上の高級アルコール

本発明の（A）成分として用いることができる炭素数 16 以上の高級アルコールは、アニオン性界面活性剤とともに水中で α ゲルを形成し得るものであり、化粧品、医薬品、医薬部外品の分野で使用されるものであれば特に限定されない。具体例としては、セチルアルコール、セトステアリルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、バチルアルコール等が挙げられる。好ましくは、炭素数 16～24 の直鎖状高級アルコールで、さらに好ましくは、炭素数 16～24 の直鎖状飽和高級アルコールである。なお、本願における高級アルコールには、グリセリンモノ脂肪酸エーテルも含まれる。

本発明においては、（A）成分として、炭素数 16 以上の高級アルコールを 1 種以上用いることができる。

[0025] ・アニオン性界面活性剤

本発明の（A）成分として用いることができるアニオン性界面活性剤としては、N-アシルメチルタウリン塩、N-アシルグルタミン酸塩、及びモノアルキルリン酸塩から選ばれる 1 種又は 2 種以上であることが好ましい。N-アシルメチルタウリン塩の例としては、ヤシ油脂肪酸メチルタウリン塩、N-カプロイルメチルタウリン塩、N-ラウロイルメチルタウリン塩、N-ミリストイルメチルタウリン塩、N-パルミトイルメチルタウリン塩、N-ステアロイルメチルタウリン塩等、N-オレオイルメチルタウリン塩等が挙げられ、好ましい対イオンとしては、ナトリウム、カリウム、トリエタノールアミン、アンモニア等が挙げられる。このうち、本発明においては、N-ステアロイルメチルタウリン塩が好ましく、最も好ましくはN-ステアロイルメチルタウリンナトリウムである。

N-アシルグルタミン酸塩の例としては、N-ココイルグルタミン酸塩、

N-ラウロイルグルタミン酸塩、N-ミリスチルイルグルタミン酸塩、N-パルミトイルグルタミン酸塩、N-ステアロイルグルタミン酸塩、N-オレイルグルタミン酸塩等が挙げられ、好ましい対イオンとしては、ナトリウム、カリウム、トリエタノールアミン等が挙げられる。このうち、本発明においては、N-ステアロイルグルタミン酸塩が好ましく、最も好ましくはN-ステアロイルグルタミン酸ナトリウムである。

モノアルキルリン酸塩の例としては、ラウリルリン酸塩、ミリスチルリン酸塩、パルミチルリン酸塩、ステアリルリン酸塩等が挙げられ、好ましい対イオンとしては、ナトリウム、カリウム等が挙げられる。このうち、本発明においては、ステアリルリン酸塩が好ましく、最も好ましくはステアリルリン酸ナトリウムである。

[0026] 本発明の(A)成分として配合される炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤のモル比は、3:2~5:1が好適であり、最も好適には3:1である。前記高級アルコールとアニオン性界面活性剤のモル比が3:2~5:1の範囲内であれば、 α ゲルが効率良く形成されることが知られているからである。

なお、前記モル比よりもアニオン性界面活性剤の比率が高い場合には、O/W乳化化粧料の油滴の周囲に α ゲルが十分には形成されない場合があり、高級アルコールの比率が高い場合には、高級アルコールの結晶が乳化化粧料中に生じることがある。

[0027] ・IOB値1.5~3.5の水溶性溶媒

本発明の(B)成分として用いることができるIOB値1.5~3.5の水溶性溶媒としては、化粧料に一般的に用いられるものであれば特に限定されないが、ジプロピレングリコール(IOB=1.80)、イソプレングリコール(IOB=2.20)、1,3-ブタンジオール(IOB=2.50)、1,4-ブタンジオール(IOB=2.50)、平均分子量300以下のポリエチレングリコール(例として、IOB=2.92のPEG-200)、プロピレングリコール(IOB=3.33)等から選択される1種また

は2種以上が好適である。このうち、さらに好ましくは、ジプロピレングリコール、イソプレングリコール、1、3-ブタンジオール、PEG-200、プロピレングリコールであり、最も好ましくは、ジプロピレングリコール、1、3-ブタンジオール、プロピレングリコールである。

本発明においては、(B)成分として、I O B値1.5~3.5の水溶性溶媒を1種以上用いることができる。

[0028] 本発明の α ゲル中間体組成物における前記(A)及び(B)成分の配合比率は、質量比で(A) : (B) = 20 : 80~80 : 20が好適である。(A)が20質量%よりも少ないとO/W乳化化粧料の使用感が悪くなる傾向があり、80質量%より多いと両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶分散相にならない場合があるからである。

[0029] 次に、本発明に係る α ゲル含有O/W乳化化粧料に配合することができる油分及び水について説明する。これらは、前記 α ゲル中間体組成物に添加することで、本発明に係る α ゲル含有O/W乳化化粧料の内相及び外相となる成分である。

・油分

本発明において、 α ゲル含有O/W乳化化粧料に内相として配合することができる油分は、特に限定されるものではなく、例えば、液体油脂、固体油脂、ロウ類、炭化水素油、高級脂肪酸、合成エステル油、シリコーン油、及び一部の高級アルコール(本願(A)成分として使用できるものを含む)等が挙げられる。当該油分の配合量は特に限定されないが、 α ゲル含有O/W乳化化粧料に対して1~50質量%が好ましい。当該範囲外では使用感が悪くなる場合がある。

[0030] 液体油脂としては、例えば、アボガド油、ツバキ油、タートル油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、ミンク油、オリーブ油、ナタネ油、卵黄油、ゴマ油、パーシク油、小麦胚芽油、サザンカ油、ヒマシ油、アマニ油、サフラワー油、綿実油、エノ油、大豆油、落花生油、茶実油、カヤ油、コメヌカ油、シナギリ油、日本キリ油、ホホバ油、胚芽油、トリグリセリン等が

挙げられる。

固体油脂としては、例えば、カカオ脂、ヤシ油、馬脂、硬化ヤシ油、パーム油、牛脂、羊脂、硬化牛脂、パーム核油、豚脂、牛骨脂、モクロウ核油、硬化油、牛脚脂、モクロウ、硬化ヒマシ油等が挙げられる。

ロウ類としては、例えば、ミツロウ、カンデリラロウ、綿ロウ、カルナウバロウ、ベイベリーロウ、イボタロウ、鯨ロウ、モンタンロウ、ヌカロウ、ラノリン、カポックロウ、酢酸ラノリン、液状ラノリン、サトウキビロウ、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、還元ラノリン、ジョジョバロウ、硬質ラノリン、セラックロウ、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、POEコレステロールエーテル、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル、パルミチン酸セチル等が挙げられる。

炭化水素油としては、例えば、流動パラフィン、オゾケライト、スクワラン、プリスタン、パラフィン、セレシン、スクワレン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス等が挙げられる。

[0031] 高級脂肪酸としては、例えば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸、ウンデシレン酸、トール酸、イソステアリン酸、リノール酸、リノレイン酸、エイコサペンタエン酸（EPA）、ドコサヘキサエン酸（DHA）等が挙げられる。

合成エステル油としては、例えば、オクタン酸セチル、ミリスチン酸ミリスチル、トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル、テトラ2-エチルヘキサン酸ペンタエリトリット、コハク酸ジオクチル、ジネオペンタン酸トリプロピレングリコール等が挙げられる。

シリコーン油としては、例えば、鎖状ポリシロキサン（例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジフェニルポリシロキサン等）；環状ポリシロキサン（例えば、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン等）、3次元網目構造を形成しているシリコーン樹脂、シリコーンゴム

、各種変性ポリシロキサン（アミノ変性ポリシロキサン、ポリエーテル変性ポリシロキサン、アルキル変性ポリシロキサン、フッ素変性ポリシロキサン等）、アクリルシリコーン類等が挙げられる。

[0032] ・水

本発明において、 α ゲル含有O/W乳化化粧品の外相として α ゲル中間体組成物に添加することができる水は、室温付近のものが好ましく、上限温度は30℃程度、下限温度は15℃程度である。なお、本発明において“室温”とは、摂氏15－30℃を意味する。

また、当該水には、本発明の効果を損なわない範囲において、以下に例示する任意成分のうち、水溶性の成分を適宜配合することができる。

[0033] ・任意成分

本発明に係る α ゲル含有O/W乳化化粧品には、上記必須成分の他に、通常、化粧品、医薬品等に用いられる成分を安定性に影響が出ない範囲で配合することができる。かかる任意成分としては、例えば、粉末成分、両性界面活性剤、非イオン界面活性剤、保湿剤、増粘剤、皮膜剤、紫外線吸収剤、金属イオン封鎖剤、pH調整剤、皮膚栄養剤、ビタミン、酸化防止剤、酸化防止助剤、香料等が挙げられる。これらの任意成分は、油溶性のものは前記85℃以下に加熱した油分に、水溶性のものは前記30℃以下の水にそれぞれ溶解させることで、適宜配合することができる。なお、当該任意成分として、前記(B)成分と同一化合物を用いることもできる。

[0034] 粉末成分としては、例えば、無機粉末（例えば、タルク、カオリン、雲母、絹雲母（セリサイト）、白雲母、金雲母、合成雲母、紅雲母、黒雲母、バーミキュライト、ベントナイト、ヘクトライト、ラポナイト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、マグネシウム、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、焼成硫酸カルシウム（焼セッコウ）、リン酸カルシウム、弗素アパタイト、ヒドロキシアパタイト、セラミックパウダー、金属石鹼（例えば、ミリスチン酸亜鉛、パルミ

チン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム)、窒化ホウ素等) ; 有機粉末 (例えば、ポリアミド樹脂粉末 (ナイロン粉末)、ポリエチレン粉末、ポリメタクリル酸メチル粉末、ポリスチレン粉末、スチレンとアクリル酸の共重合体樹脂粉末、ベンゾグアナミン樹脂粉末、ポリ四弗化エチレン粉末、セルロース粉末等) ; 無機白色顔料 (例えば、二酸化チタン、酸化亜鉛等) ; 無機赤色系顔料 (例えば、酸化鉄 (ベンガラ)、チタン酸鉄等) ; 無機褐色系顔料 (例えば、 γ -酸化鉄等) ; 無機黄色系顔料 (例えば、黄酸化鉄、黄土等) ; 無機黒色系顔料 (例えば、黒酸化鉄、低次酸化チタン等) ; 無機紫色系顔料 (例えば、マンゴバイオレット、コバルトバイオレット等) ; 無機緑色系顔料 (例えば、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等) ; 無機青色系顔料 (例えば、群青、紺青等) ; パール顔料 (例えば、酸化チタンコーテッドマイカ、酸化チタンコーテッドオキシ塩化ビスマス、酸化チタンコーテッドタルク、着色酸化チタンコーテッドマイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔等) ; 金属粉末顔料 (例えば、アルミニウムパウダー、銅パウダー等) ; ジルコニウム、バリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔料 (例えば、赤色 201 号、赤色 202 号、赤色 204 号、赤色 205 号、赤色 220 号、赤色 226 号、赤色 228 号、赤色 405 号、橙色 203 号、橙色 204 号、黄色 205 号、黄色 401 号、及び青色 404 号などの有機顔料、赤色 3 号、赤色 104 号、赤色 106 号、赤色 227 号、赤色 230 号、赤色 401 号、赤色 505 号、橙色 205 号、黄色 4 号、黄色 5 号、黄色 202 号、黄色 203 号、緑色 3 号及び青色 1 号等) ; 天然色素 (例えば、クロロフィル、 β -カロチン等) 等が挙げられる。

両性界面活性剤としては、例えば、イミダゾリン系両性界面活性剤 (例えば、2-ウンデシル-N,N,N-(ヒドロキシエチルカルボキシメチル)-2-イミダゾリンナトリウム、2-ココイル-2-イミダゾリニウムヒドロキサイド-1-カルボキシエチロキシ 2 ナトリウム塩等) ; ベタイン系界面活性剤 (例えば、2-ヘプタデシル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイ

ン、アルキルベタイン、アミドベタイン、スルホベタイン等)等が挙げられる。

[0035] 親油性非イオン界面活性剤としては、例えば、ソルビタン脂肪酸エステル類(例えば、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンモノイソステアレート、ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンセスキオレエート、ソルビタントリオレエート、ペンター2-エチルヘキシル酸ジグリセロールソルビタン、テトラ-2-エチルヘキシル酸ジグリセロールソルビタン等)；グリセリンポリグリセリン脂肪酸類(例えば、モノ綿実油脂肪酸グリセリン、モノエルカ酸グリセリン、セスキオレイン酸グリセリン、モノステアリン酸グリセリン、 α 、 α' -オレイン酸ピログルタミン酸グリセリン、モノステアリン酸グリセリンリンゴ酸等)；プロピレングリコール脂肪酸エステル類(例えば、モノステアリン酸プロピレングリコール等)；硬化ヒマシ油誘導体；グリセリンアルキルエーテル等が挙げられる。

[0036] 親水性非イオン界面活性剤としては、例えば、POE-ソルビタン脂肪酸エステル類(例えば、POE-ソルビタンモノオレエート、POE-ソルビタンモノステアレート、POE-ソルビタンモノオレエート、POE-ソルビタンテトラオレエート等)；POEソルビット脂肪酸エステル類(例えば、POE-ソルビットモノラウレート、POE-ソルビットモノオレエート、POE-ソルビットペンタオレエート、POE-ソルビットモノステアレート等)；POE-グリセリン脂肪酸エステル類(例えば、POE-グリセリンモノステアレート、POE-グリセリンモノイソステアレート、POE-グリセリントリオステアレート等のPOE-モノオレエート等)；POE-脂肪酸エステル類(例えば、POE-ジステアレート、POE-モノジオレエート、ジステアリン酸エチレングリコール等)；POE-アルキルエーテル類(例えば、POE-ラウリルエーテル、POE-オレイルエーテル、POE-ステアリルエーテル、POE-ベヘニルエーテル、POE-2-オクチルドデシルエーテル、POE-コレスタノールエーテル等)；プル口

ニック型類（例えば、プルロニック等）；POE・POP-アルキルエーテル類（例えば、POE・POP-セチルエーテル、POE・POP-2-デシルテトラデシルエーテル、POE・POP-モノブチルエーテル、POE・POP-水添ラノリン、POE・POP-グリセリンエーテル等）；テトラPOE・テトラPOP-エチレンジアミン縮合物類（例えば、テトロニック等）；POE-ヒマシ油硬化ヒマシ油誘導体（例えば、POE-ヒマシ油、POE-硬化ヒマシ油、POE-硬化ヒマシ油モノイソステアレート、POE-硬化ヒマシ油トリイソステアレート、POE-硬化ヒマシ油モノピログルタミン酸モノイソステアリン酸ジエステル、POE-硬化ヒマシ油マレイン酸等）；POE-ミツロウ・ラノリン誘導体（例えば、POE-ソルビットミツロウ等）；アルカノールアミド（例えば、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、ラウリン酸モノエタノールアミド、脂肪酸イソプロパノールアミド等）；POE-プロピレングリコール脂肪酸エステル；POE-アルキルアミン；POE-脂肪酸アミド；ショ糖脂肪酸エステル；アルキルエトキシジメチルアミンオキシド；トリオレイルリン酸等が挙げられる。

[0037] また、増粘剤として、天然・半合成・合成高分子化合物を配合することができる。

天然の水溶性高分子としては、例えば、植物系高分子（例えば、アラビアガム、トラガカントガム、ガラクトン、グアガム、キャロブガム、カラヤガム、ローカストビーンガム、タマリンドガム、カラギーナン、ペクチン、カンテン、クインスシード（マルメロ）、アルゲコロイド（カッソウエキス）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、グリチルリチン酸）；微生物系高分子（例えば、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、ブルラン等）；動物系高分子（例えば、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等）等が挙げられる。

[0038] 半合成の水溶性高分子としては、例えば、デンプン系高分子（例えば、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等）；セルロース系高分子（メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピル

ロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、ジアルキルジメチルアンモニウム硫酸セルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末及びこれら高分子の疎水変性化合物<例：一部をステアロキシ変性>及びこれら高分子のカチオン変性化合物等)；アルギン酸系高分子(例えば、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等)；ペクチン酸ナトリウム等が挙げられる。

[0039] 合成の水溶性高分子としては、例えば、ビニル系高分子(例えば、ポリビニルアルコール、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルピロリドン、カルボキシビニルポリマー等)；ポリオキシエチレン系高分子(例えば、ポリエチレングリコール20、000、40、000、60、000のポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体等)；ポリ(ジメチルジアリルアンモニウムハライド)型カチオン性高分子(例えば、マーコート100(Merquat 100)米国メルク社製)；ジメチルジアリルアンモニウムハライドとアクリルアミドの共重合体型カチオン性ポリマー(例えば、マーコート550(Merquat 550)米国メルク社製)；アクリル系高分子(例えば、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等)；ポリエチレンイミン；カチオンポリマー；ケイ酸AlMg(ビーガム)、等が挙げられる。

[0040] 紫外線吸収剤としては、例えば、安息香酸系紫外線吸収剤(例えば、パラアミノ安息香酸(以下、PABAと略す)、PABAモノグリセリンエステル、N、N-ジプロポキシPABAエチルエステル、N、N-ジエトキシPABAエチルエステル、N、N-ジメチルPABAエチルエステル、N、N-ジメチルPABAブチルエステル、N、N-ジメチルPABAエチルエステル等)；アントラニル酸系紫外線吸収剤(例えば、ホモメンチル-N-アセチルアントラニレート等)；サリチル酸系紫外線吸収剤(例えば、アミルサリシレート、メンチルサリシレート、ホモメンチルサリシレート、オクチルサリシレート、フェニルサリシレート、ベンジルサリシレート、p-イソ

プロパノールフェニルサリシレート等) ; 桂皮酸系紫外線吸収剤 (例えば、オクチルシンナメート、エチル-4-イソプロピルシンナメート、メチル-2、5-ジイソプロピルシンナメート、エチル-2、4-ジイソプロピルシンナメート、メチル-2、4-ジイソプロピルシンナメート、プロピル-p-メトキシシンナメート、イソプロピル-p-メトキシシンナメート、イソアミル-p-メトキシシンナメート、オクチル-p-メトキシシンナメート (2-エチルヘキシル-p-メトキシシンナメート)、2-エトキシエチル-p-メトキシシンナメート、シクロヘキシル-p-メトキシシンナメート、エチル- α -シアノ- β -フェニルシンナメート、2-エチルヘキシル- α -シアノ- β -フェニルシンナメート、グリセリルモノ-2-エチルヘキサノイル-ジパラメトキシシンナメート等) ; ベンゾフェノン系紫外線吸収剤 (例えば、2、4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2、2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2、2'-ジヒドロキシ-4、4'-ジメトキシベンゾフェノン、2、2'、4、4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-4'-メチルベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸塩、4-フェニルベンゾフェノン、2-エチルヘキシル-4'-フェニル-ベンゾフェノン-2-カルボキシレート、2-ヒドロキシ-4-N-オクトキシベンゾフェノン、4-ヒドロキシ-3-カルボキシベンゾフェノン等) ; 3-(4'-メチルベンジリデン)-d、l-カンファー、3-ベンジリデン-d、l-カンファー ; 2-フェニル-5-メチルベンゾキサゾール ; 2、2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニルベンゾトリアゾール ; 2-(2'-ヒドロキシ-5'-t-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール ; 2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール ; ジアニソイルメタン ; 4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン ; 5-(3、3-ジメチル-2-ノルボルニリデン)-3-ペンタン-2-オン等) ; トリアジン系紫外線吸収剤 (例えば、2-4 [(2-ヒドロキシ-3-ドデシルオキシプロピル)オキシ]-2-ヒ

ドロキシフェニル) - 4、6 - ビス (2、4 - ジメチルフェニル) - 1、3、5 - トリアジン、2 - 4 [(2 - ヒドロキシ - 3 - トリデシルオキシプロピル) オキシ] - 2 - ヒドロキシフェニル) - 4、6 - ビス (2、4 - ジメチルフェニル) - 1、3、5 - トリアジン等) が挙げられる。

[0041] 金属イオン封鎖剤としては、例えば、1 - ヒドロキシエタン - 1、1 - ジフォスホン酸、1 - ヒドロキシエタン - 1、1 - ジフォスホン酸四ナトリウム塩、エデト酸二ナトリウム、エデト酸三ナトリウム、エデト酸四ナトリウム、クエン酸ナトリウム、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、グルコン酸、リン酸、クエン酸、アスコルビン酸、コハク酸、エデト酸、エチレンジアミンヒドロキシエチル三酢酸 3 ナトリウム等が挙げられる。

[0042] pH調整剤としては、例えば、乳酸 - 乳酸ナトリウム、クエン酸 - クエン酸ナトリウム、コハク酸 - コハク酸ナトリウム等の緩衝剤等が挙げられる。

ビタミン類としては、例えば、ビタミン A、B 1、B 2、B 6、C、E 及びその誘導体、パントテン酸及びその誘導体、ビオチン等が挙げられる。

酸化防止剤としては、例えば、トコフェロール類、ジブチルヒドロキシルエン、ブチルヒドロキシアニソール、没食子酸エステル類等が挙げられる。

[0043] 酸化防止助剤としては、例えば、リン酸、クエン酸、アスコルビン酸、マレイン酸、マロン酸、コハク酸、フマル酸、ケファリン、ヘキサメタフォスフェイト、フィチン酸、エチレンジアミン四酢酸等が挙げられる。

[0044] その他の配合可能成分としては、例えば、防腐剤 (エチルパラベン、ブチルパラベン、1、2 - アルカンジオール、フェノキシエタノール、メチルクロロイソチオゾリンオン等) ; 消炎剤 (例えば、グリチルリチン酸誘導体、グリチルレチン酸誘導体、サリチル酸誘導体、ヒノキチオール、酸化亜鉛、アラントイン等) ; 美白剤 (例えば、ユキノシタ抽出物、アルブチン等) ; 各種抽出物 (例えば、オウバク、オウレン、シコン、シャクヤク、センブリ、バーチ、セージ、ビワ、ニンジン、アロエ、ゼニアオイ、アイリス、ブドウ、ヨクイニン、ヘチマ、ユリ、サフラン、センキュウ、ショウキュウ、オ

トギリソウ、オノニス、ニンニク、トウガラシ、チンピ、トウキ、海藻等)、賦活剤(例えば、ローヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体等); 血行促進剤(例えば、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸 β -ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、タンニン酸、 α -ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、 γ -オリザノール等); 抗脂漏剤(例えば、硫黄、チアントール等); 抗炎症剤(例えば、トラネキサム酸、チオタウリン、ヒポタウリン等); 芳香族アルコール(ベンジルアルコール、ベンジルオキシエタノール等)等が挙げられる。

[0045] また、その他、香料、スクラブ剤なども、安定性を損なわない範囲で適宜配合することができる。

[0046] 本発明に係る α ゲル含有O/W乳化化粧品は、例えば、皮膚、頭髮など身体に適用し得る、皮膚化粧品、頭髮洗浄料、皮膚洗浄料、整髪料等に用いることができる。

[0047] 次に、本発明に係る α ゲル中間体組成物を用いて、 α ゲル含有O/W乳化化粧品を製造する方法について説明する。

・ α ゲル含有O/W乳化化粧品を製造する方法

前記 α ゲル中間体組成物を65-85℃に加熱して、両連続マイクロエマルジョン相又はラメラ液晶分散相からなる低粘度の液相とする。当該液相を攪拌しながら85℃以下に加熱した油分を添加し、続いて30℃以下の水を室温下で徐々に添加して乳化を行い、室温になるまで攪拌し続けることで α ゲル含有O/W乳化化粧品を得ることができる。

当該製造工程に特別な装置は必要なく、前記攪拌にはO/W乳化化粧品の作製に通常用いられる攪拌装置を用いることができる。また、30℃以下の水を添加することで当該組成物の温度が適切に下がるので、冷却装置を用いて冷却する必要はない。また、当該30℃以下の水の添加量は、当該 α ゲル

中間体組成物に対し、3～50質量倍程度が適切であり、好ましくは5～25質量倍程度である。

実施例

[0048] 以下に、実施例を用いて本発明をさらに詳細に説明するが、これらの実施例により本発明の範囲が限定されるものではない。また、本実施例における配合量は、特に断りが無い限り質量%である。

[0049] [実施例1： α ゲルの構成成分が α ゲルを形成せずに溶解した液相の作製]
ベヘニルアルコール ($\text{C}_21\text{H}_44\text{O}$ 、平均分子量306.96) とN-ステアロイルメチルタウリンナトリウム (分子量427.97) をモル比3：1で混合した混合物は、水の存在下で容易に α ゲルを形成することが知られている。図1は、当該混合物に水を添加して80℃で攪拌混合した後、室温(25℃)でX線回折を行った結果を示す。小角領域に長面間隔に対応する複数のピーク、広角領域に約0.42nmの短面間隔に対応する鋭い単一ピークが検出され、 α ゲルが形成されていることがわかる。

そこで、前記混合物を溶解させる水に様々な物質を添加して α ゲル形成に及ぼす影響を調べたところ、ジプロピレングリコールを添加した場合に、 α ゲル形成が効率よく抑制されて α ゲルを含まない低粘度の液相が得られることがわかった。以下に詳しく説明する。

[0050] 下記に示す処方の試験組成物1を下記製法に従って作製し、示差走査熱量測定を行って相転移/融解が起こる温度を解析した。結果を図2の白丸として示す。なお、当該測定において観察されたショルダーピークを黒丸で表す。また、下記基準に従い、各条件下での相状態の判定も行った。

[0051] <試験組成物1の処方・製法>

下記(A)を30質量%、(B)を70質量%となるように混合し、80℃に加熱して攪拌混合した。

(A) ベヘニルアルコール：N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム＝3：1 (モル比) の混合物

(B) ジプロピレングリコール：水＝1：0～0：1 (質量比) の混合物

[0052] <相状態の判定>

固体については、目視でワックス状固体（表中ではW状固体と略記）と判定されたもの以外に対しては偏光顕微鏡観察及び／又はX線回折を行い、液晶又は α ゲルの有無を判定した。

液相については、目視で相分離の有無を判定し、相分離していないと認められた組成物について次の判定を行った。

・両連続マイクロエマルション相

親水性色素及び疎水性色素を添加すると両色素とも組成物全体に拡散し、且つ、直交ニコル下の偏光顕微鏡観察において光学異方性を示さなかったものを、“両連続マイクロエマルション相”と判定した。

・ラメラ液晶分散相、ラメラ液晶相、及び α ゲルを含む液相

親水性色素及び疎水性色素を添加すると両色素とも組成物全体に拡散し、且つ、直交ニコル下の偏光顕微鏡観察において光学異方性を示したものについて、更に低速での遠心分離（日立工機株式会社製himac CF7D2型遠心分離機を用いた2000rpm程度の低速遠心）を行い、光学異方性を示さない上層と光学異方性を示す下層に分離させた。当該下層に対してX線回折を行い、液晶及び／又は α ゲルの有無を判定した。当該下層が主にラメラ液晶からなり、且つ、該下層の組成物全体に占める割合が約5体積%以下のものを“ラメラ液晶分散相”、該下層の割合が約5体積%より多いものを“ラメラ液晶相”と判定した。そして、当該下層が主に α ゲルからなるものを、“ α ゲルを含む液相”と判定した。

[0053] 図2より、ベヘニルアルコールとN-ステアロイルメチルタウリンナトリウムをモル比3：1で混合した混合物は、水に溶解させた場合には約40～72℃の広い温度条件下で α ゲルを形成し、約72℃よりも高温ではラメラ液晶相となることがわかる（図2でDPG濃度=0%である縦軸）。これに対し、当該混合物を溶解させる水にジプロピレングリコールを添加していくと、72℃より低温でもラメラ液晶相を形成するようになり、やがてラメラ液晶相ではなくラメラ液晶分散相を形成するようになった（ジプロピレング

リコール濃度が約20-50%の領域)。当該ラメラ液晶分散相中のラメラ液晶の割合はジプロピレングリコール濃度が上昇するにつれて減少し、ジプロピレングリコール濃度が約50%より多くなると、約64℃以上でラメラ液晶を含まない両連続マイクロエマルション相になることがわかった。

なお、図2中の黒丸は、X線回折の結果、ベヘニルアルコールの結晶化に由来する熱変化であることがわかっている。

よって、ベヘニルアルコールとN-ステアロイルメチルタウリンナトリウムは、ジプロピレングリコールを50-80質量%含む水溶液中では、約64℃以上で、 α ゲルを形成せずに、ラメラ液晶分散相又は両連続マイクロエマルション相からなる低粘度の液相になり得ることが明らかとなった。

[0054] さらに、前記(A)と(B)の混合比を変えて解析した結果(80℃)を図3に示す。図3において斜線で示した領域は、両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶分散相となった領域である。この結果より、ベヘニルアルコールとN-ステアロイルメチルタウリンナトリウム(モル比3:1)の含有量を80質量%にまで上げて、 α ゲルを含まない低粘度の液相が得られることが確認された。

[0055] [実施例2:両連続マイクロエマルション相からの α ゲル形成の誘発]

次に、実施例1で得られた α ゲルを含まない低粘度の液相に対し、 α ゲル形成を誘発する条件を検討した。

図2において矢印で示した組成物(すなわち、(B)ジプロピレングリコール:水=6:4(質量比)を用いて作製した試験組成物1)は、室温ではワックス状の固体となる。当該組成物を室温で数週間保存した後、80℃に加熱して液相に戻した。当該液相は両連続マイクロエマルション相から形成されており、 α ゲルの存在は確認されなかった。この液相に対し、8質量倍分の室温のイオン交換水を添加して攪拌混合した後、X線回折を行った結果を図3に示す。図3より、小角領域に長面間隔に対応する複数のピーク、広角領域に約0.42nmの短面間隔に対応する鋭い単一ピークが検出され、当該組成物中に α ゲルが形成されていることが示された。

よって、ベヘニルアルコールとN-ステアロイルメチルタウリンナトリウムがジプロピレングリコール水溶液中で形成する両連続マイクロエマルション相を室温の水で希釈すると、 α ゲル形成が容易に誘発されることが示された。

[0056] 以上より、前記両連続マイクロエマルション相からなる低粘度の液相は、室温程度の水で希釈することで α ゲルを生じる“ α ゲル中間体組成物”であること、さらに、当該 α ゲル中間体組成物は、室温では固体として安定に保存できることが示された。なお、本願では、前記ラメラ液晶分散相からなる低粘度の液相についても“ α ゲル中間体組成物”であることを確認している（例として、本願試験例5、7）。

[0057] [実施例3：水溶性溶媒の種類の見討]

続いて、前記水に添加する物質の種類の見討を行った。ジプロピレングリコールと構造上類縁性があり、且つ、化粧品に配合することができる水溶性溶媒8種類を用いて下記試験組成物2を作製し、前記基準に従って80℃と室温での相状態を判定した。結果を表1に示す。なお、以下の表（表1-9）では、80℃での相状態を下記記号で表した。

◎：両連続マイクロエマルション相

○：ラメラ液晶分散相

×：両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶分散相以外の相

[0058] <試験組成物2の処方・製法>

下記（A）を30質量%、（B）を70質量%となるように混合し、80℃に加熱して攪拌混合した。

（A）ベヘニルアルコール：N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム＝3：1（モル比）の混合物

（B）試験例1-8の水溶性溶媒：水＝7：3（質量比）の混合物

[0059]

[表1]

試験例	1	2	3	4	5	6	7	8
水溶性溶媒	プロピレン グリコールモノ プロピルエーテル	3-メトキシ-1- ブタノール	ジプロピレン グリコール	イソブレン グリコール	1,3-ブタン ジオール	PEG-200	プロピレン グリコール	グリセリン
IOB	1.00	1.20	1.80	2.20	2.50	2.92	3.33	5.00
粘度* (mPa·s)	1.9	2.9	75.0	250.0	95.0	50.0	56.0	14.1
試験組成物2の(相)状態								
80℃	⊙	⊙	⊙	⊙	○	⊙	○	×
室温	1相透明液体	1相透明液体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	分離

*: イソブレングリコールとプロピレングリコールについては20℃での値、他は25℃での値を示す

[0060] 表1に示されるように、前記水溶性溶媒としてプロピレングリコールモノプロピルエーテル、3-メトキシ-1-ブタノール、ジプロピレングリコール、イソブレングリコール、1,3-ブタンジオール、PEG-200、又はプロピレングリコールを用いた場合には、80℃において両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶分散相からなる液相が得られたが（試験例1-7）、グリセリンを用いた場合には、固体と液体に分離する結果となった（試験例8）。試験例1-7の水溶性溶媒と試験例8の水溶性溶媒の違いを検討したところ、多くの性質（例えば、粘度等）では区別し難いが、極性に注目すると当該2群に区別できることがわかった。すなわち、IOB値が1.00~3.33である水溶性溶媒（試験例1-7）を用いた場合には両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶分散相が形成され、IOBが5.00であるグリセリンを用いた場合には固体と液体に分離したことになる（試験例8）。

よって、上記結果より、炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤による α ゲル形成を阻害して両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶分散相を形成させるには、溶媒の極性をある範囲内に保つことが有効であることが示唆された。

[0061] さらに、前記試験組成物2を室温にまで冷却して状態を調べたところ、IOB値が1.80~3.33である水溶性溶媒を用いて作製した組成物は白色のワックス状固体となったが（試験例3-7）、IOB値が前記範囲よりも低いプロピレングリコールモノプロピルエーテル（IOB値=1.00）又は3-メトキシ-1-ブタノール（IOB値=1.20）を用いて作製し

た組成物は1相透明液体のままであった（試験例1、2）。

[0062] 従って、室温で長期間保存可能な α ゲル中間体組成物を作製するには、 α ゲル形成に適したモル比（具体的には、3：2～5：1）の炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤を、IOB値が1.5～3.5である水溶性溶媒（例えば、ジプロピレングリコール、イソプレングリコール、1,3-ブタンジオール、PEG-200、プロピレングリコール等）の水溶液に溶解させればよいことが明らかとなった。

[0063] [実施例4： α ゲル含有乳化化粧料の乳化安定性の検討]

さらに、実施例3で作製した試験組成物2を用いてO/W乳化化粧料を作製し、該化粧料の乳化安定性を評価した。

[0064] <乳化化粧料の製造方法>

実施例3で作製した試験組成物2（10g）を80℃に加熱し、ホモゲナイザーで攪拌しながら、80℃で加熱溶解した流動パラフィン（10g）を添加した。その後、当該混合物をホモゲナイザーで攪拌しながら、室温のイオン交換水（80g）を徐々に添加して乳化を行い、O/W乳化化粧料を得た。

<乳化安定性>

前記乳化化粧料を25℃の恒温槽中で1週間保存した後、下記について目で判定した。

○：クリーミング、凝集、相分離のいずれも確認されなかった。

×：クリーミング、凝集、相分離のいずれかが確認された。

[0065] [表2]

試験例	1	2	3	4	5	6	7	8
水溶性溶媒	プロピレングリコールモノプロピルエーテル	3-メトキシ-1-ブタノール	ジプロピレングリコール	イソプレングリコール	1,3-ブタンジオール	PEG-200	プロピレングリコール	グリセリン
IOB	1.00	1.20	1.80	2.20	2.50	2.92	3.33	5.00
乳化化粧料の評価								
相状態	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	分離
乳化安定性	×	×	○	○	○	○	○	×

[0066] 表2に示されるように、ジプロピレングリコール、イソプレングリコール、1,3-ブタンジオール、PEG-200、又はプロピレングリコール水

溶液を用いて作製した試験組成物 2 に、加熱した油分と室温の水を順次添加して攪拌混合を行うと、乳化安定性に優れる O/W 乳化化粧品が得られた（試験例 3-7）。これに対し、プロピレングリコールモノプロピルエーテル又は 3-メトキシ-1-ブタノール水溶液を用いて作製した試験組成物 2 からは、O/W 乳化化粧品は得られたが、当該乳化安定性は十分ではなかった（試験例 1、2）。また、2 相分離していた試験例 8 の試験組成物 2 からは、乳化物を得ることができなかった。なお、試験例 3-7 の乳化化粧品に対し X 線回折を行った結果、 α ゲルの存在が確認された。

[0067] 従って、 α ゲル形成に適したモル比（具体的には 3 : 2 ~ 5 : 1）の炭素数 16 以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤、及び I O B 値が 1.5 ~ 3.5 である水溶性溶媒（例えば、ジプロピレングリコール、イソプレングリコール、1, 3-ブタンジオール、PEG-200、プロピレングリコール等）の水溶液から構成され、高温下（例えば 65 - 80 °C）では両連続マイクロエマルジョン相又はラメラ液晶分散相からなる液体となり、室温では固体となる組成物（すなわち、本発明に係る α ゲル中間体組成物）は、乳化安定性に優れる α ゲル含有 O/W 乳化化粧品を作製するための中間体組成物として使用できることが示された。

[0068] [実施例 5 : アニオン性界面活性剤の種類検討]

次に、アニオン性界面活性剤の種類を変えて検討することにした。前述の試験組成物 2 において、N-ステアロイルメチルタウリンナトリウムの代わりに N-ステアロイルグルタミン酸ナトリウム（表 3）、又は、モノステアリルリン酸ナトリウム（表 4）を用いて試験組成物を作製し、同様の解析を行った。

[0069]

[表3]

アニオン性界面活性剤: N-ステアロイルグルタミン酸ナトリウム								
試験例	9	10	11	12	13	14	15	16
水溶性溶媒	プロピレン グリコールモノ プロピルエーテル	3-メトキシ-1- ブタノール	ジプロピレン グリコール	イソブレン グリコール	1,3-ブタン ジオール	PEG-200	プロピレン グリコール	グリセリン
IOB	1.00	1.20	1.80	2.20	2.50	2.92	3.33	5.00
中間体組成物の(相)状態								
80°C	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	×
室温	1相透明液体	1相透明液体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	分離
乳化化粧料の評価								
相状態	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	分離
乳化安定性	×	×	○	○	○	○	○	×

[0070] [表4]

アニオン性界面活性剤: モノステアリルリン酸ナトリウム								
試験例	17	18	19	20	21	22	23	24
水溶性溶媒	プロピレン グリコールモノ プロピルエーテル	3-メトキシ-1- ブタノール	ジプロピレン グリコール	イソブレン グリコール	1,3-ブタン ジオール	PEG-200	プロピレン グリコール	グリセリン
IOB	1.00	1.20	1.80	2.20	2.50	2.92	3.33	5.00
中間体組成物の(相)状態								
80°C	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	×
室温	1相透明液体	1相透明液体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	分離
乳化化粧料の評価								
相状態	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	分離
乳化安定性	×	×	○	○	○	○	○	×

[0071] 表3、表4より、アニオン性界面活性剤としてN-ステアロイルグルタミン酸ナトリウム(表3)、又はモノステアリルリン酸ナトリウム(表4)を用いた場合にも、IOB値が1.5~3.5である水溶性溶媒の70質量%水溶液を溶媒とすることで、高温下では両連続マイクロエマルジョン相又はラメラ液晶分散相からなる液体となり、室温では固体となる α ゲル中間体組成物が得られることが示された(試験例11-15、試験例19-23)。そして、当該中間体組成物に、加熱した油分と室温の水を順次添加して攪拌混合することで、乳化安定性に優れる α ゲル含有O/W型乳化組成物が得られることが確認された(試験例11-15、試験例19-23)。

[0072] [実施例6: 水溶性溶媒の濃度の検討]

上記実施例2-5では水溶性溶媒の濃度を70質量%に固定していたので、それ以外の濃度(具体的には、50-80質量%)での検討を行った。結果を表5-9に示す。

[0073]

[表5]

水溶性溶媒:イソブレングリコール (IOB=2.20)								
アニオン性界面活性剤	N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム				モノステアリルリン酸ナトリウム			
試験例	25	26	4	27	28	29	20	30
水溶性溶媒の濃度	50%	60%	70%	80%	50%	60%	70%	80%
中間体組成物	80℃	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	室温	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体
乳化化粧料	相状態	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	乳化安定性	○	○	○	○	○	○	○

[0074] [表6]

水溶性溶媒:ジプロピレングリコール (IOB=1.80)								
アニオン性界面活性剤	N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム		N-ステアロイルグルタミン酸ナトリウム		モノステアリルリン酸ナトリウム			
試験例	31	32	33	34	35	36	37	
水溶性溶媒の濃度	60%	80%	60%	80%	50%	60%	80%	
中間体組成物	80℃	◎	◎	◎	◎	○	◎	◎
	室温	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体
乳化化粧料	相状態	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	乳化安定性	○	○	○	○	○	○	○

[0075] [表7]

水溶性溶媒:1,3-ブタンジオール (IOB=2.50)						
アニオン性界面活性剤	N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム		N-ステアロイルグルタミン酸ナトリウム		モノステアリルリン酸ナトリウム	
試験例	38	39	40	41	42	43
水溶性溶媒の濃度	50%	60%	50%	60%	50%	60%
中間体組成物	80℃	○	○	○	○	◎
	室温	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体
乳化化粧料	相状態	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	乳化安定性	○	○	○	○	○

[0076] [表8]

水溶性溶媒:PEG-200 (IOB=2.92)						
アニオン性界面活性剤	N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム		N-ステアロイルグルタミン酸ナトリウム		モノステアリルリン酸ナトリウム	
試験例	44	45	46	47	48	49
水溶性溶媒の濃度	60%	80%	60%	80%	60%	80%
中間体組成物	80℃	○	◎	○	◎	○
	室温	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体
乳化化粧料	相状態	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	乳化安定性	○	○	○	○	○

[0077]

[表9]

水溶性溶媒: プロピレングリコール (IOB-333)							
アニオン性界面活性剤		N-ステアロイル メチルタウリンナトリウム		N-ステアロイル グルタミン酸ナトリウム		モノステアリル リン酸ナトリウム	
試験例		7	50	15	51	23	52
水溶性溶媒の濃度		70%	80%	70%	80%	70%	80%
中間体組成物	80°C	○	◎	○	◎	◎	◎
	室温	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体	W状固体
乳化化粧品	相状態	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
	乳化安定性	○	○	○	○	○	○

[0078] 表5-9 (試験例25-52) に示されるように、イソプレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、PEG-200、又はプロピレングリコールは、50-80質量%水溶液の範囲において、炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤を溶解して両連続マイクロエマルション相又は液晶分散相からなる低粘度の液相となり得ること、及び、該低粘度の液相は室温では長期保存可能な固体となることが示された。そして、当該低粘度の液相に、加熱した油分と室温の水相を順次添加して攪拌混合することで、乳化安定性に優れる α ゲル含有O/Wエマルションが得られることが確認された。

[0079] なお、これまでの試験組成物2では、(A)炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤を3:1のモル比で含む混合物と、(B)IOB値が1.80~3.33の水溶性溶媒と水を7:3の質量比で含む混合物の混合比を、(A):(B)=30:70(質量比)に固定していたが、(A):(B)=20:80~80:20の幅広い混合比においても同様の結果が得られている。

[0080] 以上より、IOB値が1.5~3.5である水溶性溶媒と水が5:5~8:2の質量比で混合された混合液を溶媒とすれば、炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤が(α ゲルを形成しやすいモル比で混合されているにも関わらず) α ゲルでなく両連続マイクロエマルション相又は液晶分散相を形成して低粘度の液体と成り得ることが明らかとなった。そして、当該液相に85°C以下の油分を添加し、続いて室温の水で希釈することにより、油相の周囲が α ゲルで覆われて乳化安定性に優れる α ゲル含有O/W

乳化化粧品が安定して得られることが示された。

このように、本発明に係る α ゲル中間体組成物は、加熱した油分を添加し、室温の水で希釈することで、乳化安定性に優れる α ゲル含有O/W乳化化粧料を容易に生じ得る中間体組成物である。

[0081] [実施例7：粘度安定性の検討]

前述した通り、これまでの α ゲル含有O/W乳化化粧品は、経時において粘度が徐々に上昇することが大きな問題であった。そこで、本発明に係る方法で作製した α ゲル含有O/W乳化化粧料の粘度安定性について、同一処方だが従来法で作製した α ゲル含有O/W乳化化粧品と比較することにした。

[0082] <処方>

成分	配合量 (質量%)
ベヘニルアルコール	3.3
ステアリルアルコール	0.9
流動パラフィン	6.0
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル	4.0
N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム	1.2
ジプロピレングリコール	6.5
グリセリン	9.0
1,3-ブチレングリコール	5.0
フェノキシエタノール	0.5
クエン酸	0.02
クエン酸ナトリウム	0.08
イオン交換水	63.5

[0083] <試験例53：本発明の製造方法>

下記(1) α ゲル中間体組成物の全成分を80℃で溶解し、無色透明な両連続マイクロエマルション相からなる液相を得た。当該液相をホモゲナイザーで攪拌しながら、80℃で加熱溶解した下記(2)油分及び油性成分(すなわち、油相)を添加し、続いて室温で混合しておいた下記(3)水及び水

性成分（すなわち、主水相）を少しずつ添加した。添加終了後に脱気を行い、O/W乳化クリームを得た。

(1) α ゲル中間体組成物

成分	配合量（質量％）
ベヘニルアルコール	3.3
ステアリルアルコール	0.9
N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム	1.2
ジプロピレングリコール	6.5
イオン交換水	1.5
(2) 油分及び油性成分（油相）	
流動パラフィン	6.0
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル	4.0
(3) 水及び水性成分（主水相）	
グリセリン	9.0
1,3-ブチレングリコール	5.0
フェノキシエタノール	0.5
クエン酸	0.02
クエン酸ナトリウム	0.08
イオン交換水	62.0

[0084] <試験例54：従来の製造方法（比較例）>

70℃で加熱溶解した下記(2)水及び水性成分（すなわち、水相）に、当該水相をホモゲナイザーで攪拌しながら、70℃で溶解した下記(1)油分及び油性成分（すなわち、油相）を添加して乳化した。乳化後、直ちに氷浴で攪拌しながら25℃になるまで冷却した。その後、脱気を行い、O/W乳化クリームを得た。

(1) 油分及び油性成分（油相）

成分	配合量（質量％）
ベヘニルアルコール	3.3

ステアリルアルコール	0.9
流動パラフィン	6.0
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル	4.0
(2) 水及び水性成分 (水相)	
N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム	1.2
ジプロピレングリコール	6.5
グリセリン	9.0
1,3-ブチレングリコール	5.0
フェノキシエタノール	0.5
クエン酸	0.02
クエン酸ナトリウム	0.08
イオン交換水	63.5

[0085] <粘度安定性試験>

前記方法で作製した2種類の α ゲル含有O/W乳化化粧料を、0℃、25℃、37℃、又は50℃で2ヶ月間保存した。製造直後、1ヶ月後、2ヶ月後に各化粧料の一部を採取し、30℃で30分間保温した後、B型回転粘度計（ビスメトロン粘度計、芝浦システム株式会社製）を用いて粘度を測定した（ローターNO. 3、0.3又は0.6 rpm、5分）。結果を表10に示す。

[0086] [表10]

製造方法	経時	各保存温度での粘度 (mPa·s)			
		0℃	25℃	37℃	50℃
本発明 (試験例53)	製造直後	253200 (100.0%)	253200 (100.0%)	253200 (100.0%)	253200 (100.0%)
	1ヶ月後	244800 (96.7%)	259200 (102.4%)	248000 (97.2%)	238200 (94.1%)
	2ヵ月後	255800 (101.0%)	261400 (103.2%)	254200 (100.4%)	243200 (96.1%)
従来法 (試験例54)	製造直後	74500 (100.0%)	74500 (100.0%)	74500 (100.0%)	74500 (100.0%)
	1ヶ月後	175800 (236.0%)	200800 (269.5%)	154300 (207.1%)	148000 (196.0%)
	2ヵ月後	253800 (340.7%)	302500 (406.0%)	188500 (253.3%)	176300 (236.6%)

[0087] 表10に示されるように、従来法で作製したクリームは、0~50℃のいずれの温度で保存した場合にも、1ヵ月後には約2.0~2.7倍、2ヶ月後には約2.4~4.1倍と粘度が大幅に上昇していた。これに対し、本発明に係る方法で作製したクリームは、0~50℃のいずれの温度下でも粘度

の上昇がほとんど認められず、最も高い場合で3.2%増(25℃で2ヶ月保存)であった。これは、 α ゲル含有O/W型乳化化粧料に対する従来の常識からは考えられないほどの高い粘度安定性である。

[0088] そこで、その理由について考察してみた。製造直後の粘度を比較すると、本発明に係る方法で作製したクリームは、同一処方であるにも関わらず、従来法で作製したクリームの約3.4倍の粘度を有していた。よって、本発明に係る方法で作製すると、乳化物製造時に α ゲル形成反応がほぼ完了しており、その後新たに α ゲル形成反応が起こらない(ゆえに粘度が上がらない)可能性が考えられる。

[0089] さらに、本発明に係る方法で作製すると、乳化粒子径が非常に小さいエマルションになることも明らかとなった。本発明に係る製造方法(試験例53)又は従来の製造方法(試験例54)で作製した上記 α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造直後の顕微鏡写真を図5に示す(左列の上下2枚)。本発明の製造方法で得られた化粧料の平均乳化粒子径は約500nmであるのに対し、従来の製造方法で作製したものでは約3 μ mであった。

なお、従来法の右列に示した写真は、(同一処方だが)従来法において乳化後の冷却速度が速すぎたために、凝集塊を生じてしまった例である。このように、従来の α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造方法では、製品の品質を十分にコントロールすることは難しかった。

[0090] 以上より、(A)炭素数16以上の高級アルコールとアニオン性界面活性剤の混合物(モル比で3:2~5:1)と、(B)I O B値が1.5~3.5である水溶性溶媒と水の混合物(質量比で5:5~8:2)を、65~85℃で加熱混合することで得られる両連続マイクロエマルション相又は液晶分散相からなる低粘度の液体(すなわち、本発明に係る α ゲル中間体組成物)は、乳化安定性と粘度安定性に非常に優れる α ゲル含有O/W乳化化粧料を簡便且つ安定に作製するための中間体組成物であることが示された。その使用方法は、当該中間体組成物を65~85℃に加熱して攪拌しながら85℃以下に加熱した油分を添加し、続いて30℃以下の水を徐添して3~50

質量倍程度に希釈する、という極めて簡便な方法である。従来法とは比較にならないほど簡便な方法であるにも関わらず、本法で作製した α ゲル含有O/W乳化化粧料は乳化安定性が非常に高く、さらには、経時に伴う粘度上昇がほとんど見られないというこれまでにない利点を有したものである。

産業上の利用可能性

[0091] 本発明に係る α ゲル中間体組成物は、加熱した該組成物に加熱した油分を添加し、その後室温の水で希釈するだけで、乳化安定性と粘度安定性に非常に優れる α ゲル含有O/W乳化化粧料の作製を可能にするものである。しかも、当該中間体組成物は、室温ではワックス状の固体として長期間安定に保存できるため、大量調整によるコストダウンや中間体組成物としての製品化等、産業上の利用価値が非常に高いものである。

[0092] 以下に、実施例をさらに挙げて本発明について更に説明を行うが、本発明はこれらに限定されるものではない。

実施例8：乳液

成分	配合量（質量％）
(1) N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム	0.4
(2) ベヘニルアルコール	1.1
(3) ステアリルアルコール	0.3
(4) ジプロピレングリコール	5.0
(5) イオン交換水	3.0
(6) 香料	0.1
(7) テトラ2-エチルヘキサン酸ペンタエリトリット	2.0
(8) α オレフィンオリゴマー	3.0
(9) ジメチルポリシロキサン (KF-96A-6cs、信越化学株式会社製)	2.0
(10) 精製ワセリン	1.0
(11) 1,3-ブチレングリコール	2.0
(12) フェノキシエタノール	0.5

(13) グリセリン	4.0
(14) カルボキシビニルポリマー	0.03
(15) 水酸化カリウム	0.01
(16) トラネキサム酸	0.1
(17) クエン酸	0.02
(18) クエン酸ナトリウム	0.08
(19) イオン交換水	残余

(製法)

成分(1)～(5)を80℃で攪拌混合して両連続マイクロエマルジョンを得たのち、予め80℃で溶解しておいた(6)～(10)の油分及び油性成分をホモゲナイザーで攪拌しながら徐添した。当該混合液に、室温で混合しておいた(11)～(19)の水及び水性成分を攪拌しながらゆっくり注ぎ、乳液を得た。得られた乳液は、従来法(70℃で加熱溶解した水及び水性成分(=(1)、(4)、(5)と(11)～(19)))に、70℃で加熱溶解した油分及び油性成分(=(2)、(3)、(6)～(10))を添加して乳化した後、オンレーターを用いて25℃に冷却)で作製した乳液に比べて、粘度安定性が極めて良好であった。

[0093] 実施例9：乳液

成分	配合量(質量%)
(1) N-ステアロイルグルタミン酸ナトリウム	0.6
(2) ベヘニルアルコール	1.3
(3) 1,3-ブチレングリコール	6.0
(4) イオン交換水	2.0
(5) 香料	0.05
(6) ジメチルポリシロキサン (KF-96A-6cs、信越化学株式会社製)	7.4
(7) スクワラン	4.0
(8) イソステアリン酸セチル	0.6

(9) グリセリン	5.0
(10) カルボキシビニルポリマー	1.0
(11) 水酸化カリウム	0.3
(12) カミツレ抽出液	0.1
(13) イオン交換水	残余

(製法)

成分(1)～(4)を85℃で攪拌混合してラメラ液晶分散液を得たのち、予め80℃で加熱溶解した(5)～(8)の油分及び油性成分をホモゲナイザーで攪拌しながら徐添した。当該混合液に、室温で混合しておいた(9)～(13)の水及び水性成分を攪拌しながらゆっくり注ぎ、乳液を得た。得られた乳液は、従来法(70℃で加熱溶解した水及び水性成分(=(1)、(3)、(4)と(9)～(13)))に、70℃で加熱溶解した油分及び油性成分(=(2)、(5)～(8))を添加して乳化した後、オンレーターを用いて25℃に冷却)で作製した乳液に比べて、粘度安定性が極めて良好であった。

[0094] 実施例10：乳液

成分	配合量 (質量%)
(1) モノステアリルリン酸ナトリウム	0.8
(2) ステアリルアルコール	1.5
(3) イソプレングリコール	4.5
(4) 1、4-ブタンジオール	1.5
(5) イオン交換水	1.5
(6) 香料	0.09
(7) トリステアリン酸グリセリル	2.5
(8) スクワラン	4.5
(9) ジメチルポリシロキサン (KF-96A-6cs、信越化学株式会社製)	1.0
(10) ジプロピレングリコール	7.0

(11) エリスリトール	1.3
(12) グリセリン	6.0
(13) フェノキシエタノール	0.3
(14) キサンタンガム	0.5
(15) ヘキサメタリン酸ソーダ	0.03
(16) イオン交換水	残余

(製法)

成分(1)～(5)を80℃で攪拌混合して両連続マイクロエマルションを得たのち、予め50℃で混合した(6)～(9)の油分及び油性成分をホモゲナイザーで攪拌しながら徐添した。当該混合液に、室温で混合しておいた(10)～(16)の水及び水性成分を攪拌しながらゆっくり注ぎ、乳液を得た。得られた乳液は、従来法(70℃で加熱溶解した水及び水性成分(= (1)、(3)～(5)と(10)～(16))に、70℃で加熱溶解した油分及び油性成分(= (2)、(6)～(9))を添加して乳化した後、オンレーターを用いて25℃に冷却)で作製した乳液に比べて、粘度安定性が極めて良好であった。

[0095] 実施例11：日焼け止めクリーム

成分	配合量 (質量%)
(1) N-ステアロイルメチルタウリンナトリウム	1.2
(2) ベヘニルアルコール	3.3
(3) ステアリルアリコール	0.9
(4) ジプロピレングリコール	6.0
(5) イオン交換水	2.0
(6) 香料	0.08
(7) トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル	2.0
(8) コハク酸ジ2-エチルヘキシル	3.0
(9) p-メトキシケイヒ酸2-エチルヘキシル	5.0
(10) アボベンゾン	3.0

(11) ビスエチルヘキシルオキシフェノールメトキシフェニルトリアジン	1.0
(12) 1、3-ブチレングリコール	5.0
(13) フェノキシエタノール	0.5
(14) グリセリン	9.0
(15) EDTA-3ナトリウム塩	0.1
(16) エリスリトール	0.1
(17) クエン酸	0.02
(18) クエン酸ナトリウム	0.08
(19) イオン交換水	残余

(製法)

成分(1)～(5)を80℃で攪拌混合して両連続マイクロエマルジョンを得たのち、予め70℃で混合した(6)～(11)の油分及び油性成分をホモゲナイザーで攪拌しながら徐添した。当該混合液に、室温で混合しておいた(12)～(19)の水及び水性成分を攪拌しながらゆっくり注ぎ、日焼け止めクリームを得た。得られた日焼け止めクリームは油、従来法(70℃で加熱溶解した水及び水性成分(= (1)、(4)、(5)と(12)～(19))に、70℃で加熱溶解した油分及び油性成分(= (2)、(3)、(6)～(11))を添加して乳化した後、オンレーターを用いて25℃に冷却)で作製した日焼け止めクリームに比べて、粘度安定性が極めて良好であった。

[0096] 実施例12：クリーム

成分	配合量 (質量%)
(1) N-アシルグルタミン酸ナトリウム	1.3
(2) ベヘニルアルコール	2.0
(3) 1、3-ブチレングリコール	6.5
(4) イオン交換水	1.5
(5) 香料	0.05

(6) ジメチルポリシロキサン	7.4
(KF-96A-6cs、信越化学株式会社製)	
(7) スクワラン	4.0
(8) ベヘニルアルコール	0.6
(9) 精製ワセリン	1.0
(10) ジプロピレングリコール	5.0
(11) フェノキシエタノール	0.5
(12) グリセリン	7.0
(13) EDTA-3ナトリウム塩	0.1
(14) カミツレエキス	0.1
(15) クエン酸	0.02
(16) クエン酸ナトリウム	0.08
(17) イオン交換水	残余

(製法)

成分(1)～(4)を80℃で攪拌混合してラメラ液晶分散液を得たのち、予め80℃で混合した(5)～(9)の油分及び油性成分をホモゲナイザーで攪拌しながら徐添した。当該混合液に、室温で混合しておいた(10)～(17)の水及び水性成分を攪拌しながらゆっくり注ぎ、クリームを得た。得られたクリームは、従来法(70℃で加熱溶解した水及び水性成分(=(1)、(3)、(4)と(10)～(17))に、70℃で加熱溶解した油分及び油性成分(=(2)、(5)～(9))を添加して乳化した後、オンレーターを用いて25℃に冷却)で作製したクリームに比べて、粘度安定性が極めて良好であった。

請求の範囲

- [請求項1] (A) 炭素数16以上の高級アルコール1種または2種以上と、アニオン性界面活性剤が、3：2～5：1のモル比で混合された混合物、20～80質量%、及び、
- (B) IOB値が1.5～3.5である水溶性溶媒1種または2種以上と、水が、5：5～8：2の質量比で混合された混合物、20～80質量%、
- からなり、
- 65～85℃では、両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶が分散した両連続マイクロエマルション相からなる液体であり、室温では固体であること、
- を特徴とする α ゲル中間体組成物。
- [請求項2] 前記(A)のアニオン性界面活性剤が、N-アシルメチルタウリン塩、N-アシルグルタミン酸塩、及びモノアルキルリン酸塩から選択される1種又は2種以上である、
- 請求項1に記載の α ゲル中間体組成物。
- [請求項3] 前記(B)のIOB値が1.5～3.5である水溶性溶媒が、ジプロピレングリコール、イソプレングリコール、1、3-ブタンジオール、ポリエチレングリコール、及びプロピレングリコールから選択される1種または2種以上である、
- 請求項1又は2に記載の α ゲル中間体組成物。
- [請求項4] α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造方法であって、下記工程(i)～(iii)；
- (i) 下記成分(A)と(B)を65～85℃で攪拌混合して、両連続マイクロエマルション相又はラメラ液晶が分散した両連続マイクロエマルション相からなる α ゲル中間体組成物を得る工程、
- (A) 炭素数16以上の高級アルコール1種または2種以上と、アニオン性界面活性剤が、3：2～5：1のモル比で混合された混合物、

20～80質量%、及び、

(B) I O B値が1.5～3.5である水溶性溶媒1種または2種以上と、水が、5：5～8：2の質量比で混合された混合物、20～80質量%、

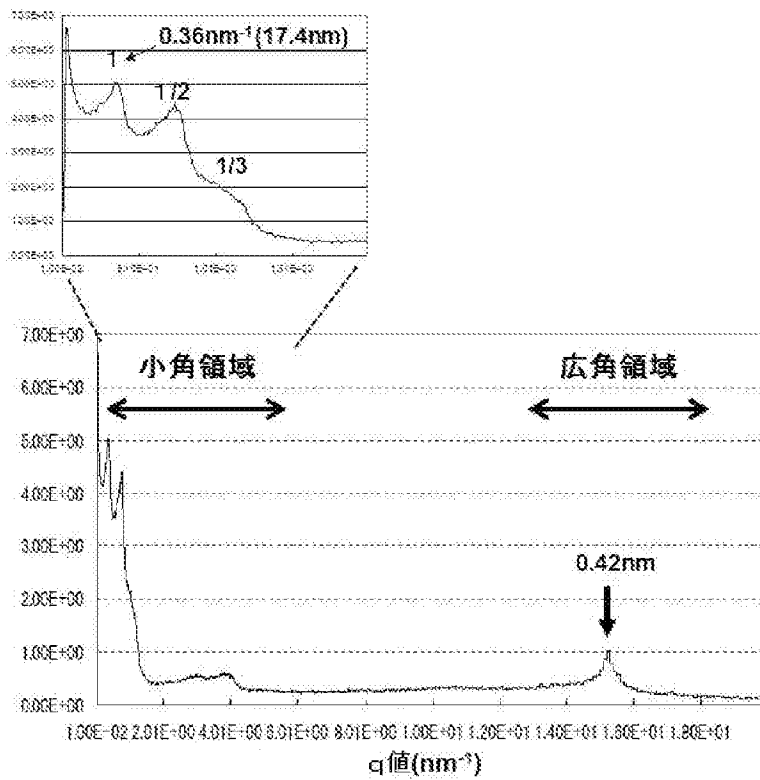
(ii) 工程(i)で得た α ゲル中間体組成物に、当該組成物を65～85℃で攪拌しながら、85℃以下の油分を添加する工程、

(iii) 工程(ii)で得た α ゲル中間体組成物と油分の混合物に、当該混合物を攪拌しながら、前記 α ゲル中間体組成物の3～50質量倍の30℃以下の水を徐々に添加する工程、

を備えることを特徴とする、 α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造方法。

[請求項5] 前記工程(i)で得た α ゲル中間体組成物を、室温で保存した後に、前記工程(ii)を行う、請求項4に記載された α ゲル含有O/W乳化化粧料の製造方法。

[図1]

図1. ベヘニルアルコール:N-ステアロイルタウリンNa=3:1の混合物が水中で形成する α ゲル

[図2]

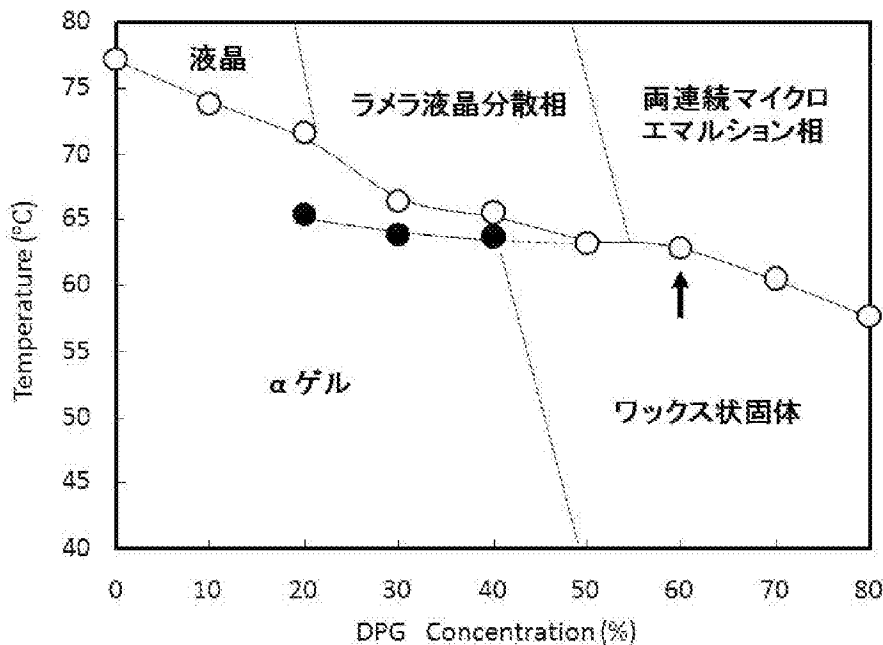


図2. ベヘニルアルコール+N-ステアロイルタウリンNa-DPG-水の相平衡図

[図3]

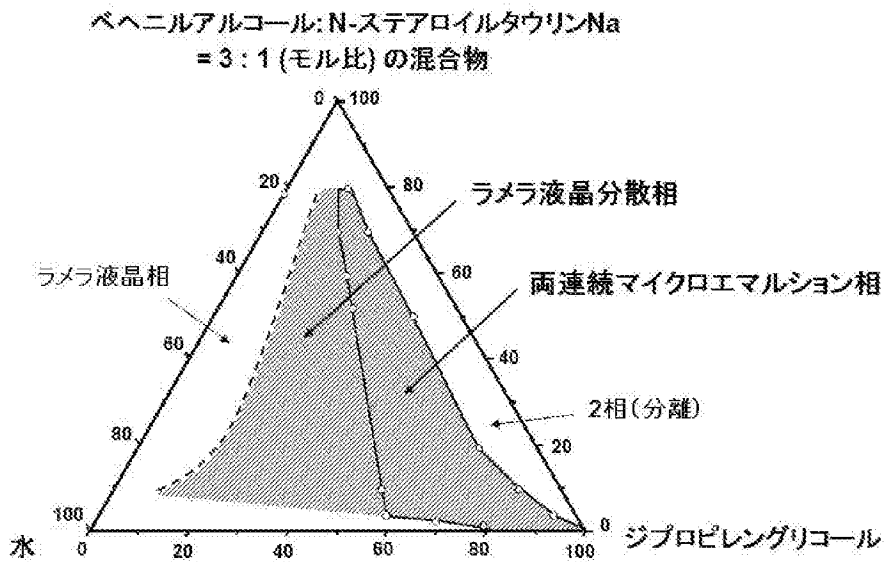


図3. ベヘニルアルコール+N-ステアロイルタウリンNa-DPG-水の相平衡図(80°C)

[図4]

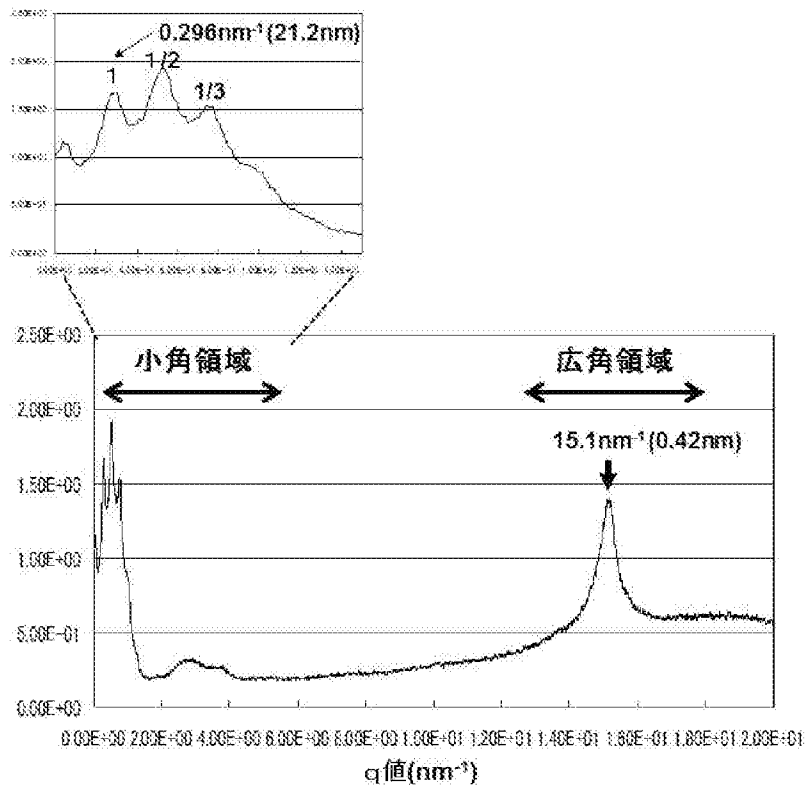


図4. 本願のαゲル中間体組成物に水を添加することで形成されるαゲル

[図5]

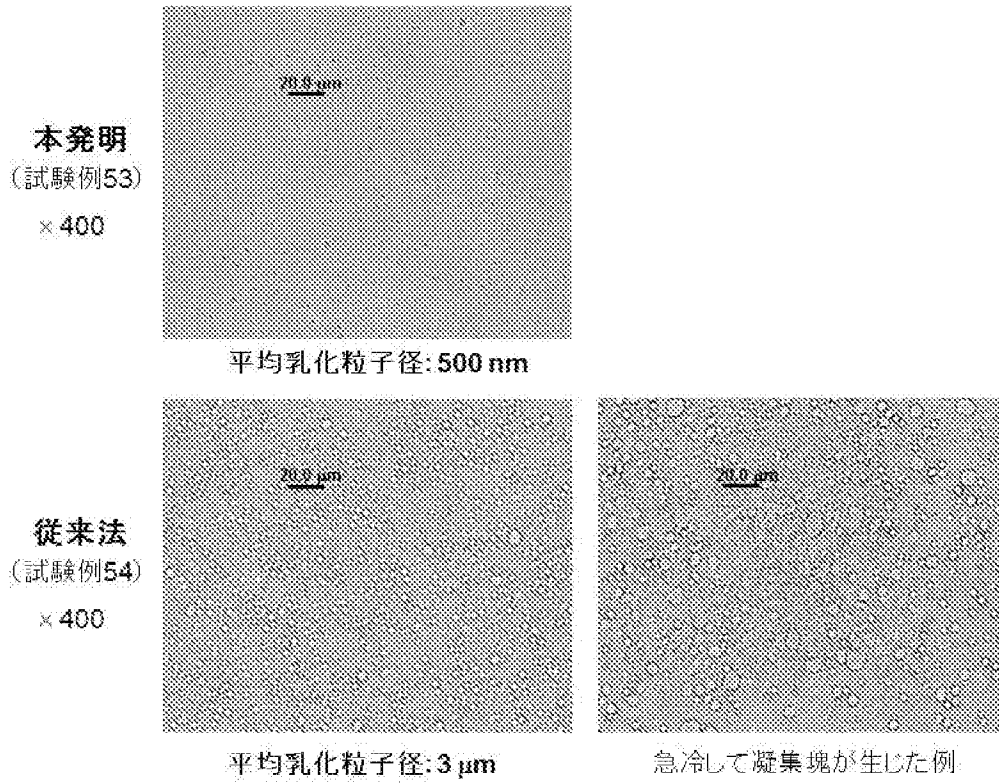


図5. 異なる製造方法で作製したαゲル含有O/W乳化化粧料の乳化粒子径

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/065435

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER A61K8/46(2006.01)i, A61K8/06(2006.01)i, A61K8/34(2006.01)i, A61K8/44(2006.01)i, A61K8/55(2006.01)i, A61Q17/04(2006.01)i, A61Q19/00(2006.01)i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) A61K8/46, A61K8/06, A61K8/34, A61K8/44, A61K8/55, A61Q17/04, A61Q19/00 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2015 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2015 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2015 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Toru OKAMOTO, "Keshohin no Kiban Gijutsu kara Manabu Seizai Gijutsu Dai 6 Kai α -Gel to O/W Cream", PHARM TECH JAPAN, 01 December 2006 (01.12.2006), vol.22, no.13, pages 85 to 89	1-5
A	Yoshikazu KONNO, "Denkaishitsu Kyozon-kei deno O/W Emulsion Seizai no Kaihatsu", Fragrance Journal, 26 April 2005 (26.04.2005), special extra issue, no.19, pages 90 to 95	1-5
A	JP 2013-116884 A (Shiseido Co., Ltd.), 13 June 2013 (13.06.2013), entire text & WO 2013/061712 A1	1-5
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 17 August 2015 (17.08.15)		Date of mailing of the international search report 01 September 2015 (01.09.15)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. A61K8/46(2006.01)i, A61K8/06(2006.01)i, A61K8/34(2006.01)i, A61K8/44(2006.01)i, A61K8/55(2006.01)i, A61Q17/04(2006.01)i, A61Q19/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野
 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. A61K8/46, A61K8/06, A61K8/34, A61K8/44, A61K8/55, A61Q17/04, A61Q19/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの
 日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2015年
 日本国実用新案登録公報 1996-2015年
 日本国登録実用新案公報 1994-2015年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)
 JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	岡本亨, 化粧品の基盤技術から学ぶ製造技術 第6回 α-ゲルとO/Wクリーム, PHARM TECH JAPAN, 2006.12.01, Vol.22, No.13, p.85-89	1-5
A	紺野義一, 電解質共存系でのO/Wエマルジョン製剤の開発, フレグランス ジャーナル, 2005.04.26, 臨時増刊 No.19, p.90-95	1-5
A	JP 2013-116884 A (株式会社 資生堂) 2013.06.13, 全文 & WO 2013/061712 A1	1-5

C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 17.08.2015	国際調査報告の発送日 01.09.2015
--------------------------	--------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 今村 明子 電話番号 03-3581-1101 内線 3421	4D	3847
---	--	----	------