

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号
特表2024-525914
(P2024-525914A)

(43)公表日 令和6年7月12日(2024.7.12)

(51)国際特許分類

F I

テーマコード (参考)

A 6 1 K 8/44 (2006.01) A 6 1 K 8/44 4 C 0 8 3

A 6 1 K 8/37 (2006.01) A 6 1 K 8/37

A 6 1 Q 19/10 (2006.01) A 6 1 Q 19/10

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全28頁)

(21)出願番号	特願2024-503707(P2024-503707)	(71)出願人	519414848
(86)(22)出願日	令和4年7月11日(2022.7.11)		エボニック オペレーションズ ゲーエム
(85)翻訳文提出日	令和6年2月19日(2024.2.19)		ベーハー
(86)国際出願番号	PCT/EP2022/069237		Evonik Operations G
(87)国際公開番号	WO2023/001609		mbH
(87)国際公開日	令和5年1月26日(2023.1.26)		ドイツ連邦共和国 4 5 1 2 8 エッセン
(31)優先権主張番号	21186918.5		レリングハウザー シュトラッセ 1 - 1 1
(32)優先日	令和3年7月21日(2021.7.21)		Rel l i n g h a u s e r S t r a
(33)優先権主張国・地域又は機関	欧州特許庁(EP)		s s e 1 - 1 1 , 4 5 1 2 8 E s s
(81)指定国・地域	AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA	(74)代理人	en , G e r m a n y
	,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(	100114890	
	AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,A	弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラ	
	T,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR	インハルト	
	,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,	(74)代理人	100098501
	最終頁に続く	弁理士 森田 拓	
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 グリセリン脂肪酸エステルならびに脂肪酸アミドアルキルベタインおよび／またはアルキルベタインを含む組成物

(57)【要約】

本発明は、グリセリン脂肪酸エステルならびに特定の脂肪酸アミドアルキルベタインおよび／または特定のアルキルベタインを含む組成物、ならびに化粧品配合物の増粘のための該組成物の使用を提供する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

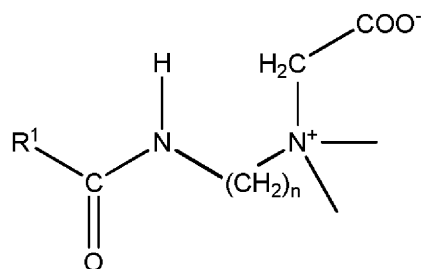
以下：

A) 少なくとも 1 つのグリセリン脂肪酸エステル、ならびに

B) 以下から選択される少なくとも 1 つのベタイン成分：

B 1) 一般式 I)

【化 1】



一般式I)

10

[式中、

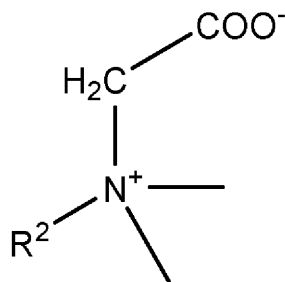
 $n = 1 \sim 10$ 、好ましくは $2 \sim 5$ 、特に 3 であり、

$R^1CO = 6 \sim 30$ 個の炭素原子を有するアシル基の混合物であり、前記アシル基の混合物が、前記混合物のすべてのアシル基に対して 5 重量% $\sim$ 50 重量%、好ましくは 12 重量% $\sim$ 25 重量%、特に好ましくは 13 重量% $\sim$ 20 重量%のオレイン酸アシル基およびリノール酸アシル基の合計含量を有することを特徴とする]の脂肪酸アミドアルキルベタイン、および

20

B 2) 一般式 II)

【化 2】



一般式II)

30

[式中、

$R^2 = 6 \sim 22$ 個の炭素原子を有する飽和もしくは不飽和の、任意にヒドロキシ置換されたアルキル基、またはそれらの混合物である]のアルキルベタインを含む組成物において、前記組成物中に存在するすべてのグリセリン脂肪酸エステルと、前記組成物中に存在するすべての脂肪酸アミドアルキルベタインおよびアルキルベタインとの重量比が、 $1.0 : 1.5 \sim 1.0 : 8.0$ であることを特徴とする、組成物。

40

【請求項 2】

前記組成物が、 3.0 重量% $\sim$ 20 重量%、好ましくは 5.5 重量% $\sim$ 15 重量%、特に好ましくは 6.5 重量% $\sim$ 10 重量%のグリセリン脂肪酸エステルを含み、ここで、前記重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである、請求項 1 記載の組成物。

【請求項 3】

前記組成物が、合計で 10 重量% $\sim$ 35 重量%、好ましくは 12 重量% $\sim$ 31 重量%、特に好ましくは 14 重量% $\sim$ 27 重量%の脂肪酸アミドアルキルベタインおよびアルキルベタインを含み、ここで、前記重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである、請求項 1 または 2 記載の組成物。

【請求項 4】

50

前記グリセリン脂肪酸エステルが、8～18個の炭素原子を有するアシル基を、前記グリセリン脂肪酸エステル中に存在するすべてのアシル基に対して少なくとも90重量%含む、請求項1から3までのいずれか1項記載の組成物。

【請求項5】

前記一般式Ⅰ)の前記脂肪酸アミドアルキルベタイン中のアシル基の混合物において、8～18個の炭素原子を有するアシル基の含量が少なくとも90重量%であり、ここで、前記重量パーセンテージは、前記混合物中のすべてのアシル基に対するものである、請求項1から4までのいずれか1項記載の組成物。

【請求項6】

前記一般式ⅠⅠ)のアルキルベタイン中の R^2 が、合計で少なくとも50重量%のラウリル、ミリスチルおよびセチル基、好ましくは少なくとも50重量%のラウリル基を含み、ここで、前記重量パーセンテージは、前記組成物中に存在するアルキルベタイン中のすべてのアルキル基に対するものである、請求項1から5までのいずれか1項記載の組成物。

【請求項7】

前記組成物が、33重量%～83重量%、特に好ましくは48重量%～78重量%の水を含み、ここで、前記重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである、請求項1から6までのいずれか1項記載の組成物。

【請求項8】

前記組成物が、合計で0.1重量%～10重量%の塩化ナトリウムおよび/または塩化カリウムを含み、ここで、前記重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである、請求項1から7までのいずれか1項記載の組成物。

【請求項9】

前記組成物が、0.1重量%～25重量%のグリセリンを含み、ここで、前記重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである、請求項1から8までのいずれか1項記載の組成物。

【請求項10】

前記組成物が、8～18個の炭素原子を有する脂肪酸から選択される脂肪酸を合計で0.1重量%～3重量%含み、ここで、前記重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである、請求項1から9までのいずれか1項記載の組成物。

【請求項11】

前記組成物が10～40の降伏点を有しない、請求項1から10までのいずれか1項記載の組成物。

【請求項12】

請求項1から11までのいずれか1項記載の少なくとも1つの組成物を含む、化粧品配合物、医薬配合物または皮膚科学的配合物。

【請求項13】

配合物、特に水性配合物の増粘のための、請求項1から11までのいずれか1項記載の少なくとも1つの組成物の使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、グリセリン脂肪酸エステルならびに特定の脂肪酸アミドアルキルベタインおよび/または特定のアルキルベタインを含む組成物、ならびに化粧品配合物の増粘のための該組成物の使用を提供する。

【0002】

先行技術

市場で提供されている多数の化粧品用界面活性剤配合物は、例えばグリセリン脂肪酸エステルであってよい増粘剤と組み合わせ、ヤシ油由来のアルキル鎖分布を有する脂肪酸アミドプロピルベタイン(INCI:コカミドプロピルベタイン)を発泡成分として含む

10

20

30

40

50

。

【 0 0 0 3 】

コカミドプロピルベタインとモノラウリン酸グリセリルとの組み合わせは、非常に効果的な組み合わせとして市場で確立されており、それに応じて、水性プレミックスが A N T I L H S 6 0 および T E G O B e t a i n H S K B 5 の商品名で Evonik 社から長年販売されている。モノラウリン酸グリセリルは固体であるため、液体プレミックスの利点は、最終配合物への加工が容易なことにある。しかし、現在の先行技術を代表する両製品にはそれぞれ欠点がある。

【 0 0 0 4 】

約 2 0 重量 % のモノラウリン酸グリセリル、2 8 重量 % のコカミドプロピルベタイン、5 重量 % の塩化ナトリウムおよび 2 重量 % のグリセリンを含む高濃度水性混合物 A N T I L H S 6 0 は、確かに良好な増粘剤であるが、濁った混合物は、1 0 ~ 4 0 の温度で降伏点を有する。その結果、調製して容器に充填した後に気泡が安定化され、トリグリセリドの精製により混入した極微量 (p p b) の活性炭が凝集および浮遊することがあり、この活性炭は、その後、生成物表面あるいはまた最終配合物中で黒色粒子として視認可能である。

10

【 0 0 0 5 】

T E G O B e t a i n H S K B 5 は、約 5 重量 % のモノラウリン酸グリセリル、2 4 重量 % のコカミドプロピルベタイン、4 . 5 重量 % の塩化ナトリウム、2 重量 % のグリセリンおよび 0 . 5 重量 % の安息香酸ナトリウムから構成される低濃度水溶液であり、1 0 ~ 4 0 の温度では降伏点を有しないため、この場合には浮遊および粒子形成は起こらない。しかし、A N T I L H S 6 0 と比較すると、この生成物の増粘性能ははるかに低く、市販の界面活性剤配合物としては不十分である。

20

【 0 0 0 6 】

米国特許出願公開第 2 0 0 8 0 2 6 1 8 4 2 号明細書には、エアゾール容器で使用するためのゲルの形態のクレンジング組成物が開示されており、この組成物は、以下を含む：

(a) 少なくとも、組成物全体の 7 重量 % 以上の量の界面活性剤と、少なくとも 1 つのグリセリルエステルおよびグリセリルエステル誘導体とベタインおよびガムの少なくとも 1 つとのブレンドである増粘剤とからなる基材であって、該基材は、9 5 0 0 c p s を超える粘度を有する、基材；および

30

(b) 該組成物の 9 重量 % を超える発泡性材料であって、該発泡性材料の少なくとも一部は、該組成物がエアゾールから吐出された後まで該組成物中で懸濁状態で維持され、該発泡性材料は、4 ~ 5 個の炭素を有する飽和脂肪族炭化水素であり、該組成物は、該発泡性材料を含む前はゲルの形態である、発泡性材料。

【 0 0 0 7 】

本発明の目的は、ベタインおよびグリセリン脂肪酸エステルを含み、1 0 ~ 4 0 の降伏点を有しておらず、それと同時に化粧品用界面活性剤系の良好な増粘剤として機能する組成物を提供することであった。

【 0 0 0 8 】

驚くべきことに、生成物濃度に関して A N T I L H S 6 0 に匹敵する増粘性能を有する生成物が、1 0 ~ 4 0 の降伏点を有しない澄明な溶液として得られるというように、先行技術からの上述の 2 つの欠点を克服し得ることが見出された。

40

【 0 0 0 9 】

本発明の目的の達成にとって重要であるのは、特にベタイン成分の組成であり、これは特にヤシ油やパーム核油のような熱帯植物油をベースとしている。ヤシ油は、その脂肪酸鎖分布、特にオレイン酸含量がパーム核油と異なっており、この含量は、トリグリセリド中に存在するすべての脂肪酸に対して、ネイティブなヤシ油では総じて 5 重量 % ~ 1 0 重量 % であり、パーム核油では総じて 1 0 重量 % ~ 2 0 重量 % である。さらに、表 A および表 B からわかるように、パーム核油中のカプリル酸含量およびカプリン酸含量は、ヤシ油中のそれよりも低い。総じて、市販のベタインの調製には水添ヤシ脂肪が使用され、その

50

結果、１８個の炭素原子を有するアシル基の大部分がステアリン酸の形で存在する。したがって、ベタインの調製に使用され、上記の生成物中に存在する水添ヤシ油のオレイン酸アシル基含量は、５重量％未満である。

【００１０】

【表１】

表A: 国際連合食糧農業機関の食品規格(CODEX STAN 210-1999)に準拠したガスクロマトグラフィー分析に基づくヤシ脂肪およびパーム核脂肪(いずれも水添なし)の脂肪酸鎖分布(数値は重量％)

脂肪酸基	C8:0	C10:0	C12:0	C14:0	C16:0	C18:0	C18:1	C18:2
ヤシ油	4.6～ 10.0	5.0～8.0	45.1～ 53.2	16.8～ 21.0	7.5～ 10.2	2.0～4.0	5.0～10.0	1.0～2.5
パーム核油	2.4～6.4	2.6～5.0	45.0～ 55.0	14.0～ 18.0	6.5～ 10.0	1.0～3.0	12.0～ 19.0	1.0～3.5

10

【００１１】

【表２】

表B: Thieme RÖMPP Online, Georg Thieme Verlag, 2014に準拠したガスクロマトグラフィー分析に基づくヤシ脂肪およびパーム核脂肪(いずれも水添なし)の脂肪酸鎖分布(数値は重量％)

脂肪酸基	C8:0	C10:0	C12:0	C14:0	C16:0	C18:0	C18:1	C18:2
ヤシ油	5～10	5～8	45～53	17～21	7～10	2～4	5～10	< 2
パーム核油	3	5	47～52	16	6～9	2～3	10～18	1～3

20

【００１２】

発明の詳細な説明

驚くべきことに、本明細書において以下に記載される組成物は、本発明の目的を達成することができ、先行技術の欠点の少なくとも１つを克服することができることを見出された。

30

【００１３】

したがって、本発明は、請求項１記載のグリセリン脂肪酸エステルおよび特定の脂肪酸アミドアルキルベタインおよび／または特定のアルキルベタインを含む組成物を提供する。

【００１４】

本発明はさらに、化粧品配合物の増粘のための本発明による組成物の使用を提供する。

【００１５】

本発明の利点の１つは、効果的な増粘性能を、特に界面活性剤配合物において示すことである。本発明の利点の１つは、非常に良好な加工性を、特に化粧品用界面活性剤配合物において示すことである。さらなる利点の１つは、１０～４０の降伏点を有しないことである。さらなる利点の１つは、固体粒子が形成されないことである。さらなる利点の１つは、混合物の澄清性および均質性であり、その結果、分離効果を回避することができる。さらなる利点の１つは、予備混合物中のベタインとグリセリンエステルとの比率であり、これはすでに市販の界面活性剤配合物に適しているため、最終配合物の製造が容易になる。さらなる利点の１つは、界面活性剤混合物のマイルドさであり、その結果、主要な界面活性剤を含む最終配合物のマイルドさを、相乗効果により改善することができる。さらなる利点の１つは、最終配合物の皮膚感触および泡特性への好影響を、例えば発泡した配合物中の平均気泡径の減少による泡のクリーミーさの改善の結果として与えることである

40

50

。

【 0 0 1 6 】

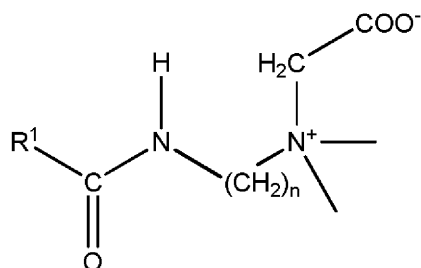
本発明は、以下：

A) 少なくとも 1 つのグリセリン脂肪酸エステル、ならびに

B) 以下から選択される少なくとも 1 つのベタイン成分：

B 1) 一般式 I)

【 化 1 】



一般式I)

10

[式中、

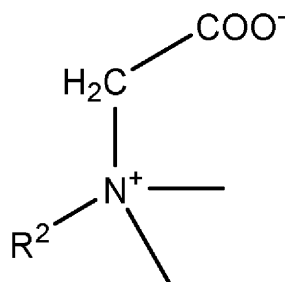
$n = 1 \sim 10$ 、好ましくは $2 \sim 5$ 、特に 3 であり、

$R^1CO = 6 \sim 30$ 個、特に $8 \sim 22$ 個の炭素原子を有するアシル基の混合物であり、
該アシル基の混合物が、該混合物のすべてのアシル基に対して 5 重量% $\sim$ 50 重量%、好ましくは 12 重量% $\sim$ 25 重量%、特に好ましくは 13 重量% $\sim$ 20 重量%のオレイン酸アシル基およびリノール酸アシル基の合計含量を有することを特徴とする] の脂肪酸アミドアルキルベタイン、および

20

B 2) 一般式 II)

【 化 2 】



一般式II)

30

[式中、

$R^2 = 6 \sim 22$ 個の炭素原子を有する飽和もしくは不飽和の、任意にヒドロキシ置換されたアルキル基、またはそれらの混合物である] のアルキルベタイン
を含む組成物において、該組成物中に存在するすべてのグリセリン脂肪酸エステルと、該組成物中に存在するすべての脂肪酸アミドアルキルベタインおよびアルキルベタインとの重量比が、 $1.0 : 1.5 \sim 1.0 : 8.0$ であり、成分 B) が、特に B 1) から選択されることを特徴とする、組成物を提供する。

40

【 0 0 1 7 】

グリセリン脂肪酸エステルおよびグリセリンの含量は、N - メチル - N - (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミドでの誘導体化後に、本明細書において以下に記載される GC - FID 法により決定することができる。特に断りのない限り、記載されたパーセンテージ (%) は、すべて質量 % である。グリセリンおよびグリセリン部分エステルの質量割合は、本発明の文脈において GC 法によって決定することができ、この方法は、本発明による組成物を可能な限り誘導体化し、次いで GC / FID によって同時に決定することを含む。

【 0 0 1 8 】

50

この目的のために、本発明による生成物 0.10 g を、内部標準としてのそれぞれプロパンジオール 3 mg および 1 - ペンタデカノール 20 mg とともに、ピリジン：クロロホルム（4：1）5 ml に溶解させる。この溶液 0.25 ml を MSTFA [N - メチル - N - (トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド] 0.5 ml と混和する。アルコールを、80（30分）の反応によって定量的にそのトリメチルシリルエーテルに転化させ、GC/FIDにより分析する。これを、スプリット/スプリットレスインジェクター、キャピラリーカラムおよび炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフを用い、以下の条件で行う：

インジェクター：290、スプリット 40 ml

注入量：1 μ l

カラム：30 m $\times$ 0.32 mm DB5 - HT 0.1 μ m

キャリアガス：水素、一定流量、2 ml/min

温度プログラム：65 から 10 /min で 365 まで、その後 365 で 15 分間コンディショニング

検出器：365 で FID

水素 35 ml/min

空気 240 ml/min

メイクアップガス 12 ml/min。

【0019】

グリセリン、グリセリンエステル、ならびに内部標準としてのプロパン - 1, 3 - ジオールおよび 1 - ペンタデカノールを分離する。グリセリンのピーク面積を、内部標準として添加したプロパン - 1, 3 - ジオールのピーク面積と比較して評価し、グリセリン部分エステルのピーク面積を、内部標準として添加した 1 - ペンタデカノールのピーク面積と比較して評価することにより、グリセリンとグリセリン部分エステルとの質量比を求めることができる。このため、調査対象のグリセリンまたはグリセリン部分エステルと、組成が既知の内部標準との混合物を分析することによって、GCシステムを校正する。

【0020】

ベタイン含量は、Application Bulletin. - Metrohm AG, No. 264/1 d に掲載された "Titrimetric methods for the determination of betaines" と題された論文にしたがって決定することができる。

【0021】

本発明によれば、B1)において、 R^1CO が天然油脂に由来する 6 ~ 30 個の炭素原子を有するアシル基の混合物であることが好ましく、したがって、基 R^1CO は、特に天然脂肪酸のアシル基である。脂肪酸は、例えば植物油または動物油のような天然油をベースとして製造することができ、好ましくは 6 ~ 30 個の炭素原子、特に 8 ~ 22 個の炭素原子を有することができる。脂肪酸は、総じて分岐しておらず、通常は偶数個の炭素原子を有する。二重結合は、シス配置を有する。例としては、カプロン酸、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、パルミトレイン酸、イソステアリン酸、ステアリン酸、12 - ヒドロキシステアリン酸、ジヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、ペトロセリン酸、エライジン酸、アラキン酸、ベヘン酸、エルカ酸、ガドレイン酸、リノレン酸、エイコサペンタエン酸、ドコサヘキサエン酸、アラキドン酸が挙げられる。本事例では、成分 B1) は、脂肪酸アミドアルキルベタインの混合物である。

【0022】

成分 B1) のそれぞれのアシル基含量は、例えば 2 つの液体クロマトグラフィー法の組み合わせによって実験的に決定することができる。この場合、アシル基中に様々な数の炭素原子を含む混合物の個々のベタインを、まず、R. Gerhards らにより記載された方法にしたがって HPLC/R I により分離する (Modern methods for the analysis of cocamidopropyl betaines; Gerhards, R et. al.; Tenside, Surfactants, Detergents; 1996 33(1):1-12)。この方法では、アシル基に 16 ~ 18 個の炭素原

10

20

30

40

50

子 (C 1 6、C 1 8 : 0、C 1 8 : 1 および C 1 8 : 2) を有するベタインのピーク分離が不十分であるため、オレイルアミドプロピルベタイン成分が存在する場合は、この成分を第 2 のグラジエント H P L C 法で分離する。これを、R P カラム (逆相カラム、H y p e r s i l G o l d 1 0 0 m m × 3 m m ; 5 μ、Thermofisher) で、5 0 で、0 . 0 5 % ギ酸アンモニウム水溶液 (p H をギ酸で 4 . 2 に調整) およびアセトニトリルのグラジエントで行い (グラジエントプログラム : 1 0 % アセトニトリルで開始、1 分間保持、次に 1 0 % アセトニトリルから 9 5 % アセトニトリルまで 1 5 分間の線形グラジエント、次に 9 5 % アセトニトリルで 1 0 分間保持)、個々のベタインフラクションを、C A D (C A D = 荷電化粒子検出器、D i o n e x C o r o n a U l t r a R S、The r m o S c i e n t i f i c) で検出する。アシル基が 8 ~ 1 4 個の炭素原子を含む個々のベタインのアシル基含量、またアシル基が 1 6 ~ 1 8 個 (C 1 6、C 1 8 : 0、C 1 8 : 1 および C 1 8 : 2) の炭素原子を含むベタインのアシル基含量の合計を、結果として、H P L C / R I 測定のピーク面積パーセンテージから決定することができる。その後、H P L C / C A D 測定によるそのピーク面積パーセンテージから、H P L C / R I 測定によるこれら 4 種のベタインのピーク面積パーセンテージの合計への標準化後に、アシル基が 1 6 ~ 1 8 個 (C 1 6、C 1 8 : 0、C 1 8 : 1 および C 1 8 : 2) の炭素原子を含む個々のベタインのアシル基含量が得られる。このために、H P L C / C A D 測定で得られたそれぞれのベタインのピーク面積パーセンテージの値に、H P L C / R I 測定で得られたこれら 4 種のベタインのピーク面積パーセンテージの合計を乗じ、次いでこれを H P L C / C A D 測定で得られたこれら 4 種のベタインのピーク面積パーセンテージの合計で除す。

10

20

【 0 0 2 3 】

成分 B 2) のアルキル基含量は、類似の方法で決定することができる。

【 0 0 2 4 】

「ヤシ脂肪」および「ヤシ油」という用語は、同義で用いられる。「パーム核脂肪」および「パーム核油」という用語は、同義で用いられる。特に断りのない限り、記載されたパーセンテージ (%) は、すべて質量 % である。

【 0 0 2 5 】

本発明による好ましい組成物は、3 . 0 重量 % ~ 2 0 重量 %、好ましくは 5 . 5 重量 % ~ 1 5 重量 %、特に好ましくは 6 . 5 重量 % ~ 1 0 重量 % のグリセリン脂肪酸エステルを含むことを特徴とし、ここで、重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである。

30

【 0 0 2 6 】

本発明によれば、本発明の組成物が、合計で 1 0 重量 % ~ 3 5 重量 %、好ましくは 1 2 重量 % ~ 3 1 重量 %、特に好ましくは 1 4 重量 % ~ 2 7 重量 % の脂肪酸アミドアルキルベタインおよびアルキルベタインを含むことが好ましく、ここで、重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである。この文脈において、本発明の組成物が、合計で 1 0 重量 % ~ 3 5 重量 %、好ましくは 1 2 重量 % ~ 3 1 重量 %、特に好ましくは 1 4 重量 % ~ 2 7 重量 % の一般式 I) の脂肪酸アミドアルキルベタインおよび一般式 II) のアルキルベタインを含むことが特に好ましく、ここで、重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである。

【 0 0 2 7 】

本発明による好ましい組成物は、グリセリン脂肪酸エステルが、8 ~ 1 8 個の炭素原子を有するアシル基を、グリセリン脂肪酸エステル中に存在するすべてのアシル基に対して少なくとも 9 0 重量 % 含むことを特徴とする。本発明によれば、グリセリン脂肪酸エステル中に存在する 8 ~ 1 8 個の炭素原子を有するすべてのアシル基に対して、それらの少なくとも 5 0 重量 % がラウロイル基であることが特に好ましい。

40

【 0 0 2 8 】

本発明による特に好ましい組成物は、グリセリン脂肪酸エステルが、すべてのグリセリン脂肪酸エステルに対して少なくとも 7 0 重量 % のグリセリン脂肪酸モノエステルを含むことを特徴とする。

【 0 0 2 9 】

50

本発明によれば、一般式Ⅰ)の脂肪酸アミドアルキルベタイン中のアシル基の混合物において、8～18個の炭素原子を有するアシル基の含量が少なくとも90重量%であることが好ましく、ここで、重量パーセンテージは、混合物中のすべてのアシル基に対するものである。

【0030】

本発明によれば、一般式Ⅰ)の脂肪酸アミドアルキルベタイン中のアシル基の混合物が、重量パーセンテージで示される、以下に列挙されるそれぞれのアシル基の量を含むことが好ましく、ここに列挙されないさらなるアシル基が存在してもよく、記載される重量パーセンテージは、混合物中に存在するすべてのアシル基に対するものである：

【表3】

C8:0	C10:0	C12:0	C14:0	C16:0	C18:0	C18:1	C18:2
0～10	0～10	30～99	0～30	0～20	0～10	10～30	0～20

10

【0031】

本発明によれば、一般式Ⅰ)の脂肪酸アミドアルキルベタイン中のアシル基の混合物が、混合物のすべてのアシル基に対して10重量%～30重量%、好ましくは12重量%～21重量%、特に好ましくは13重量%～17重量%のオレイン酸アシル基含量を有することが好ましい。

20

【0032】

本発明によれば、一般式Ⅰ)の脂肪酸アミドアルキルベタイン中のアシル基の混合物が、混合物のすべてのアシル基に対して0.5重量%～5.0重量%、好ましくは1.0重量%～4.0重量%のリノール酸アシル基(C18:2)含量を有することが好ましい。

【0033】

本発明による特に好ましい成分B1)は、存在する脂肪酸アミドアルキルベタイン中のアシル基の混合物が、混合物のすべてのアシル基に対して12重量%～21重量%のオレイン酸アシル基含量、および混合物のすべてのアシル基に対して1.5重量%～4.0重量%のリノール酸アシル基含量を有することを特徴とする。

【0034】

本発明によれば、一般式Ⅰ)の脂肪酸アミドアルキルベタイン中のアシル基の混合物が、表Aおよび表Bからわかるように、パーム核油のアシル基分布に対応することが非常に特に好ましく、ここで、両表からのアシル基1つあたりのそれぞれの最低および最高重量パーセンテージ限界値が適用される。

30

【0035】

本発明による特に好ましい組成物は、一般式ⅠⅠ)のアルキルベタイン中のR²が、合計で少なくとも50重量%のラウリル、ミリスチルおよびセチル基、好ましくは少なくとも50重量%のラウリル基を含むことを特徴とし、ここで、重量パーセンテージは、組成物中に存在するアルキルベタイン、特に一般式ⅠⅠ)のアルキルベタイン中のすべてのアルキル基に対するものである。

40

【0036】

本発明によれば、本発明の組成物が33重量%～83重量%、特に好ましくは48重量%～78重量%の水を含むことが好ましく、ここで、重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである。

【0037】

含水量は、DIN 51777およびDGF C-III 13aに準拠して、当業者に周知のカルフィッシャー滴定により決定される。

【0038】

本発明による好ましい組成物は、合計で0.1重量%～10重量%の塩化ナトリウムおよび/または塩化カリウムを含むことを特徴とし、ここで、重量パーセンテージは、組成

50

物全体に対するものである。塩含量は、D G F H - I I I 9 に準拠して決定することができる。

【0039】

本発明によれば、本発明の組成物が0.1重量%～25重量%のグリセリンを含むことが好ましく、ここで、重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである。

【0040】

本発明による好ましい組成物は、8～18個の炭素原子を有する脂肪酸から選択される脂肪酸を合計で0.1重量%～3重量%含むことを特徴とし、ここで、重量パーセンテージは、組成物全体に対するものである。脂肪酸含量は、例えば、M. J. Cooper, M. W. Anders. Anal. Chem., 1974, 46 (12), pp 1849-1852にしたがってHPLC分析により決定することができる。 10

【0041】

本発明によれば、本発明の組成物が10～40の降伏点を有しないことが好ましい。降伏点の存在は、実施例において後述するように決定される。

【0042】

本発明の組成物は、本発明によれば、好ましくは、3.1～12.9、好ましくは3.6～7.9、特に好ましくは4.1～6.9の範囲のpHを有する。本発明に関連する「pH」とは、ISO 4319 (1977) に準拠して校正されたpH電極を用いて5分間攪拌した後に25で測定される値として定義される。

【0043】

加えて、当業者に公知のテクニカルグレードのベタイン品質の不純物および副産物、ならびに防腐剤も、本発明の組成物中に、いずれの場合も1重量%まで存在することができ、ここで、重量パーセンテージは、組成物全体に対するものであり、これは例えば、未転化アミン基、グリコール酸または安息香酸ナトリウムである。 20

【0044】

本発明はさらに、配合物、特に化粧品の、好ましくは水性の、非常に特に好ましくは界面活性剤含有の水性の配合物の増粘のための、本発明の少なくとも1つの組成物の使用を提供する。

【0045】

本発明はさらに、配合物、特に化粧品配合物、医薬配合物または皮膚科学的配合物の形態の配合物を提供する。 30

【0046】

本発明の配合物は、以下の群から選択される少なくとも1つの追加成分をさらに含むことができる：

エモリエント剤

乳化剤

界面活性剤

増粘剤 / 粘度調整剤 / 安定剤

紫外線保護フィルター

酸化防止剤

ヒドロトロープ（またはポリオール）、

固形分およびフィラー

皮膜形成剤

真珠光沢添加剤

消臭および制汗活性物質

昆虫忌避剤

セルフトanning剤

防腐剤

コンディショニング剤

香料

40

50

着色料
臭気吸収剤
化粧品活性物質
ケア添加剤
過脂肪剤、および
溶媒、

特に少なくとも1つの界面活性剤、好ましくは少なくとも1つの界面活性剤および水。個々の群の例示的な代表物として使用できる物質は、当業者に公知であり、例えば、ドイツ特許出願DE 1 0 2 0 0 8 0 0 1 7 8 8 . 4 から得ることができる。この特許出願は、参照により本明細書に組み込まれ、したがって本開示の一部を形成するとみなされる。さらなる任意成分およびこれらの成分の使用量に関しては、当業者に公知の関連ハンドブック、例えばK. Schrader, "Grundlagen und Rezepturen der Kosmetika" [Fundamentals and Formulations of Cosmetics], 2nd edition, pages 329 to 341, Huethig Buch Verlag, Heidelbergが明示的に参照される。各添加剤の量は、使用目的によって異なる。関連する用途のための典型的な出発配合物は、先行技術として知られており、例えば、関連する基剤および活性物質の製造業者のパフレットに記載されている。これらの既存の配合物を、総じてそのまま採用することができる。しかし、必要であれば、調整および最適化のために、簡単な試験により直接的に所望の変更を行うことができる。

10

20

【0047】

以下に示す実施例は、本発明を例示的に説明するものであり、本発明を実施例で特定された実施形態に限定する意図はなく、本発明の適用範囲は、本明細書および特許請求の範囲の全体から明らかである。

【0048】

実施例：

以下の例にしたがって調製した組成物の増粘性能をよりよく比較できるようにするために、試験配合物において同等の活性含量を使用した。活性含量は、本明細書において、当業者によって決定され得る「乾燥残分」という用語と同様に用いられる。これは、100%から、D I N 5 1 7 7 7、D G F E - I I I 1 0 およびD G F C - I I I 1 3 a に準拠してカールフッシャー滴定によって決定されたそれぞれの試料の含水量を差し引いたものである。あるいは、乾燥残分は、D G F B - I I 3 / C - I I I 1 2 に準拠して決定することもできる。グリセリンをさらなる溶媒として使用した例2では、活性含量を測定するために、含水量に加えて添加したグリセリン含量を100%から差し引いた。

30

【0049】

本発明による例1：

精製パーム核油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン（ベタインのすべてのアシル基に対して15.8%のオレイン酸アシル基および2.2%のリノール酸アシル基を含み、さらに水55.3%、I N C I 名ココミドプロピルベタインのパーム核脂肪酸アミドプロピルベタイン33.6%、塩化ナトリウム7.1%、グリセリン2.5%およびパーム核油由来脂肪酸1.5%から構成されるもの）114.8 gと水68.8 gとの溶液を80 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル（ここおよびさらなる例では、少なくとも90%のモノラウリン酸グリセリルを含むテクニカルグレードの品質）16.4 gを30分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を80 でさらに30分間攪拌した。その後、この混合物を22 まで放冷した。生成物は、3500 m P a · s の粘度を有する、淡黄色がかった澄明な均質の液体であった。活性含量は33.9%であり、成分A：Bの比は1：2.35であった。

40

【0050】

本発明による例2：

C 1 2 / C 1 4 アルキルベタイン（水62.4%、ココベタイン（I N C I ）30.8

50

%および塩化ナトリウム 6.8%から構成されるもの) 70.8 g とグリセリン 16.7 g との溶液を 80 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 12.5 g を 30 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 80 でさらに 30 分間攪拌した。その後、この混合物を 22 まで放冷した。生成物は、950 mPa・s の粘度を有する、淡黄色がかった澄明な均質の液体であった。活性含量は 43.3% であり、成分 A : B の比は 1 : 1.74 であった。

【0051】

本発明による例 3 :

C12/C14 アルキルベタイン (水 62.4%、ココベタイン (INCI) 30.8% および塩化ナトリウム 6.8% から構成されるもの) 81.0 g と水 10.0 g との溶液を 80 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 9.0 g を 30 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 80 でさらに 30 分間攪拌した。その後、この混合物を 22 まで放冷した。生成物は、600 mPa・s の粘度を有する、淡黄色がかった澄明な均質の液体であった。活性含量は 39.5% であり、成分 A : B の比は 1 : 2.77 であった。

10

【0052】

本発明によらない例 4 :

水添ヤシ油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン (ベタインのすべてのアシル基に対して < 1% の不飽和脂肪酸アシル基を含み、さらに水 55.0%、コカミドプロピルベタイン (INCI) 34.0%、塩化ナトリウム 6.5%、グリセリン 2.5% およびヤシ油由来脂肪酸 2.0% から構成されるもの) 96.0 g を 80 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 22.0 g を 30 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 80 でさらに 30 分間攪拌した。その後、この混合物を 22 まで放冷した。生成物は、3400 mPa・s の粘度を有する、わずかに黄色がかった濁った液体であり、本発明による例とは対照的に、生成物中に存在する気泡を 24 時間超にわたって安定化させた。これは、活性炭の残留物による浮遊および粒子の形成を招きかねず、これは特に比較的大きなスケールで表面に見えるようになる。活性含量は 55.5% であり、成分 A : B の比は 1 : 1.48 であった。

20

【0053】

本発明によらない例 5 :

水添ヤシ油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン (ベタインのすべてのアシル基に対して < 1% の不飽和脂肪酸アシル基を含み、さらに水 67.0%、コカミドプロピルベタイン (INCI) 26.0%、塩化ナトリウム 4.8%、グリセリン 1.6% およびヤシ油由来脂肪酸 0.6% から構成されるもの) 95.0 g を 80 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 5.0 g を 30 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 80 でさらに 30 分間攪拌した。その後、この混合物を 22 まで放冷した。生成物は、80 mPa・s の粘度を有する、淡黄色がかった澄明な液体であった。活性含量は 36.4% であり、成分 A : B の比は 1 : 4.94 であった。

30

【0054】

本発明によらない例 6 :

精製パーム核油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン (ベタインのすべてのアシル基に対して 15.8% のオレイン酸アシル基および 2.2% のリノール酸アシル基を含み、さらに水 55.3%、INCI 名コカミドプロピルベタインのパーム核脂肪酸アミドプロピルベタイン 33.6%、塩化ナトリウム 7.1%、グリセリン 2.5% およびパーム核油由来脂肪酸 1.5% から構成されるもの) 96.0 g を 80 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 23.0 g を 30 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 80 でさらに 30 分間攪拌した。その後、この混合物を 22 まで放冷した。生成物は、6700 mPa・s の粘度を有する、わずかに黄色がかった濁った液体であり、本発明による例とは対照的に、生成物中に存在する気泡を 24 時間超にわたって安定化させた。さらに、この混合物は、22 で 4 日後に相分離を示した。活性含量は 55

40

50

． 4 % であり、成分 A : B の比は 1 : 1 . 4 0 であった。

【 0 0 5 5 】

本発明によらない例 7 :

精製パーム核油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン（ベタインのすべてのアシル基に対して 1 5 . 8 % のオレイン酸アシル基および 2 . 2 % のリノール酸アシル基を含み、さらに水 5 5 . 3 % 、 I N C I 名コカミドプロピルベタインのパーム核脂肪酸アミドプロピルベタイン 3 3 . 6 % 、塩化ナトリウム 7 . 1 % 、グリセリン 2 . 5 % およびパーム核油由来脂肪酸 1 . 5 % から構成されるもの） 9 6 . 0 g と水 7 2 . 0 g との溶液を 8 0 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 2 3 . 0 g を 3 0 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 8 0 でさらに 3 0 分間攪拌した。その後、この混合物を 2 2 まで放冷した。生成物は、2 2 0 0 m P a ・ s の粘度を有する、わずかに黄色がかった濁った液体であり、本発明による例とは対照的に、生成物中に存在する気泡を 2 4 時間超にわたって安定化させた。さらに、この混合物は、2 2 で 4 8 時間後に相分離を示した。活性含量は 3 4 . 5 % であり、成分 A : B の比は 1 : 1 . 4 0 であった。

10

【 0 0 5 6 】

本発明によらない例 8 :

精製パーム核油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン（ベタインのすべてのアシル基に対して 1 5 . 8 % のオレイン酸アシル基および 2 . 2 % のリノール酸アシル基を含み、さらに水 5 5 . 3 % 、 I N C I 名コカミドプロピルベタインのパーム核脂肪酸アミドプロピルベタイン 3 3 . 6 % 、塩化ナトリウム 7 . 1 % 、グリセリン 2 . 5 % およびパーム核油由来脂肪酸 1 . 5 % から構成されるもの） 9 6 . 5 g と水 3 0 . 0 g との溶液を 8 0 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 3 . 5 g を 3 0 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 8 0 でさらに 3 0 分間攪拌した。その後、この混合物を 2 2 まで放冷した。生成物は、9 0 m P a ・ s の粘度を有する、淡黄色がかった澄明な液体であった。活性含量は 3 5 . 9 % であり、成分 A : B の比は 1 : 9 . 2 6 であった。

20

【 0 0 5 7 】

本発明による例 9 :

精製ヤシ油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン（ベタインのすべてのアシル基に対して 6 . 1 % のオレイン酸アシル基および 1 . 5 % のリノール酸アシル基を含み、さらに水 5 4 . 2 % 、コカミドプロピルベタイン（ I N C I ） 3 4 . 3 % 、塩化ナトリウム 6 . 8 % 、グリセリン 2 . 6 % およびヤシ油由来脂肪酸 2 . 1 % から構成されるもの） 1 1 4 . 8 g と水 6 8 . 8 g との溶液を 8 0 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル（ここおよびさらなる例では、少なくとも 9 0 % のモノラウリン酸グリセリルを含むテクニカルグレードの品質） 1 6 . 4 g を 3 0 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 8 0 でさらに 3 0 分間攪拌した。その後、この混合物を 2 2 まで放冷した。生成物は、3 1 0 0 m P a ・ s の粘度を有する、淡黄色がかった澄明な均質の液体であった。活性含量は 3 4 . 5 % であり、成分 A : B の比は 1 : 2 . 4 0 であった。

30

【 0 0 5 8 】

本発明によらない例 1 0 :

精製ヤシ油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン（ベタインのすべてのアシル基に対して 6 . 1 % のオレイン酸アシル基および 1 . 5 % のリノール酸アシル基を含み、さらに水 5 4 . 2 % 、コカミドプロピルベタイン（ I N C I ） 3 4 . 3 % 、塩化ナトリウム 6 . 8 % 、グリセリン 2 . 6 % およびヤシ油由来脂肪酸 2 . 1 % から構成されるもの） 9 6 . 0 g と水 8 1 . 0 g との溶液を 8 0 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 2 3 . 0 g を 3 0 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 8 0 でさらに 3 0 分間攪拌した。その後、この混合物を 2 2 まで放冷した。生成物は、1 7 5 0 m P a ・ s の粘度を有する、わずかに黄色がかった濁った液体であり、本発明による例とは対照的に、生成物中に存在する気泡を 2 4 時間超にわたって安定化させた。さらに、この混合物は、2 2 で 5 日後に相分離を示した。活性含量は 3 3 . 5 % であり、成分 A : B

40

50

の比は 1 : 1 . 4 3 であった。

【 0 0 5 9 】

本発明によらない例 1 1 :

精製ヤシ油をベースとする脂肪酸アミドプロピルベタイン (ベタインのすべてのアシル基に対して 6 . 1 % のオレイン酸アシル基および 1 . 5 % のリノール酸アシル基を含み、さらに水 5 4 . 2 % 、コカミドプロピルベタイン (I N C I) 3 4 . 3 % 、塩化ナトリウム 6 . 8 % 、グリセリン 2 . 6 % およびヤシ油由来脂肪酸 2 . 1 % から構成されるもの) 9 6 . 5 g と水 3 0 . 0 g との溶液を 8 0 に加熱した。攪拌しながら、モノラウリン酸グリセリル 3 . 5 g を 3 0 分以内に分割して添加し、次いでこの混合物を 8 0 でさらに 3 0 分間攪拌した。その後、この混合物を 2 2 まで放冷した。生成物は、8 0 m P a ・ s の粘度を有する、淡黄色がかった澄明な液体であった。活性含量は 3 6 . 7 % であり、成分 A : B の比は 1 : 9 . 4 6 であった。

【 0 0 6 0 】

例 1 ~ 例 5 の降伏点の決定:

降伏点を、レオロジー試験のガイドライン (Thomas G. Mezger, "Das Rheologie Handbuch" [The Rheology Handbook], 2nd edition, Hannover, Vincentz Network, 2006, ISBN 3-87870-175-6) に基づいて決定した。試験を、Anton Paar 社 (オーストリア、グラーツ) 製 M C R 3 0 2 M o d u l a r C o m p a c t R h e o m e t e r で実施した。測定システムとして P P - 5 0 プレートを使用し、温度をペルチェ素子で制御した。試料の粘度が低いため、T E G O B e t a i n K B 5 の温度勾配を、円筒状の形状で測定した。温度勾配を、加熱速度 2 / 分、荷重 0 . 2 パスカル、周波数 1 H z で測定した。周波数依存性測定を、0 . 1 H z ~ 1 0 H z 、0 . 2 P a で様々な温度で行った。測定前に、試料を 1 0 分間熱処理した。

【 0 0 6 1 】

化粧品産業の原料は、標準的に 1 0 ~ 4 0 の温度で保管されるため、これにより、関連する温度範囲が規定される。試料の小さなたわみによる貯蔵弾性率 (G') が、試料の損失弾性率 (G'') より大きいとき、試料は降伏点を示す。この挙動は、所定の振動パラメーターの (角) 周波数に依存する可能性があり、そのため、様々な周波数で $G' > G''$ であるかを調べる必要がある。この試験は、恒温、0 . 2 パスカル (P a) の低荷重、0 . 1 H z ~ 1 0 H z の周波数範囲で行われる。この測定の主目的は、0 ~ 4 0 の温度範囲を基準 $G' > G''$ に関して試験するために、1 H z の一定周波数 (および 0 . 2 P a の荷重) での測定を行った。すでに 1 H z の周波数で $G' < G''$ であれば、降伏点は存在し得ないため、様々な周波数でのより複雑な測定を必要としない。比 G' / G'' は、損失角として知られているものを使用して表すこともできる。この角度の値は 0 ° ~ 9 0 ° の範囲であり、4 5 ° 以下では $G' > G''$ であり、4 5 ° 超では $G' < G''$ である。

【 0 0 6 2 】

温度依存性測定の結果を表 1 に示す:

【 表 4 - 1 】

	例 5	例 4	例 1	例 1 + 10% 水	例 3	例 2
モノラウリン 酸グリセリル [%]	5	18.6	8.2	7.5	9	12.5
ベタイン [%]	24.7	27.7	19.3	17.5	24.9	21.8
C18:1+C18: 2 アシル基 [%]*	< 2	< 2	18	18	-	-
水 [%]	63.7	44.7	66.1	68.9	60.5	44.2
温度	損失角	損失角	損失角	損失角	損失角	損失角
[°C]	[°]	[°]	[°]	[°]	[°]	[°]
0.546	90	30.9	33.1	42.2	70.7	52.3
1.67	90	23.6	34.8	39.2	70.7	41.5
2.78	90	22.9	28.5	30.8	71.2	39.4
3.86	90	29.7	20.7	23	71.5	47.5
4.92	90	30.1	15.5	14.7	73.6	58
5.93	90	31.4	8.52	7.46	73.7	66.7
6.93	90	24.8	6.16	5.48	74.7	72.9
7.93	90	32.7	7.49	7.21	75.6	77.1
8.92	90	34.9	9.82	9.97	76.3	80.3
9.9	90	38.8	12.9	15	76.9	82.5
10.9	90	42.1	17.9	23.3	76.4	84.1
11.8	90	41.7	24.8	35.5	75.1	85.3
12.8	90	30.3	35.4	48.7	75.2	86.2
13.8	90	24.3	47.1	61.7	76.2	86.9
14.8	90	20	58.7	70.6	77.1	87.4
15.8	90	19.3	67.6	76.5	76.2	87.9
16.7	90	17.4	74.1	80.4	72.7	88.2
17.7	90	17.4	78.4	82.9	67.6	88.4
18.7	90	13.3	82	84.6	61.7	88.7
19.7	90	16.9	83.5	85.8	54.8	88.9
20.6	90	16.9	84.9	86.6	48.7	89
21.6	90	17.3	85.9	87.2	43.9	89.2
22.6	90	17.4	86.7	87.6	40.2	89.3
23.6	90	17.4	87.3	87.9	37.5	89.4
24.5	90	17.2	87.6	88.2	35.5	89.4
25.5	90	17.2	88.1	88.4	33.8	89.5
26.5	90	17.2	88.3	88.6	32.9	89.6
27.5	90	16.7	88.6	88.7	33.2	89.6
28.4	90	16.6	88.8	88.8	33.5	89.7
29.4	90	16.4	88.9	88.9	34.1	89.8
30.4	90	16.6	89	88.9	35	89.8
31.4	90	16.7	89	88.8	36.3	89.9
32.3	90	13.2	89.2	88.8	36.1	89.9
33.3	90	16.4	89.1	88.5	37.7	89.9

【 0 0 6 3 】

10

20

30

40

50

【表 4 - 2】

34.3	90	16.4	89	87.7	38.3	90
35.2	90	16.2	88.6	86.9	39.4	90
36.2	90	15.8	88.4	86.2	40.8	90
37.2	90	16.3	88	85.6	42.6	90
38.2	90	16.2	87.7	85.3	41.6	90
39.1	90	16.9	87.3	85.1	41.4	90
40.1	90	15.4	86.9	85.1	41.7	90

* 成分B2)中のすべてのアシル基に対する

10

【 0 0 6 4 】

読みやすくするため、45°より大きい位相角（すなわち $G' < G''$ ）は通常のフォントで表示し、45°より小さい位相角（すなわち $G' > G''$ ）はイタリック体で表示している。例4の試料の位相角がすべて45°よりはるかに小さいのに対して、調査した温度範囲の他の物質は、45°より大きい位相角を主に有していることが顕著であり、このことは、これらの試料がこの温度範囲に降伏点を有し得ないことを意味する。

【 0 0 6 5 】

次に、例5の試料は全温度範囲にわたって位相角が90°であったため、これを除くすべての試料について、10において様々な周波数で位相角を測定した。結果を表2に示す：

20

【表 5】

周波数 / Hz	例 4、10°C	例 1、10°C	例 1 + 10% 水、10°C	例 2、10°C	例 3、10°C
0.1	34.4	77.3	80.5	89	65.9
0.125	38.8	69.7	77.7	88.7	63.1
0.156	38.9	65.2	74.7	88.6	59.6
0.195	38.6	60.1	71.4	88.5	57.8
0.244	38.6	54.2	67.1	88.3	56.1
0.305	38.6	48.9	62.2	88.1	55.6
0.381	39.2	42.9	56.8	87.8	55.7
0.476	39	37.8	51	87.4	55.6
0.595	39.1	32.4	45.7	87	56.1
0.743	39.2	28.7	39.6	86.4	56.2
0.928	39.5	24.3	34.7	85.7	56.3
1.16	39.3	21.7	29.5	84.8	55.8
1.45	39.7	18.7	25.7	83.7	54.9
1.81	39.3	16.6	22	82.3	53.8
2.26	39.4	15.3	19.7	80.6	52
2.83	38.8	14.3	17	78.5	50.2
3.53	38.9	13	15.3	75.9	48.7
4.42	39	12.1	14.4	72.7	47
5.52	38.8	11.8	12.9	69.2	45.8
6.9	39.4	11.5	12.6	65.2	44.6
8.62	38.9	11.5	11.8	61.2	43.4
10.8	39.2	11.7	11.9	56.9	42.5

30

40

【 0 0 6 6 】

1 Hz で実施した温度依存性測定では、例1の両試料は、10重量%の水の添加の有無にかかわらず、物質が降伏点を有する可能性があることを示したが、周波数依存性測定で

50

は、1 Hz 以下の周波数では、その基準はもはや存在しないことが示された。対照的に、HS 60 を含む試料は、すべての周波数にわたって $38^{\circ} \sim 39^{\circ}$ 、つまり 45° より小さい位相角を示した。

【0067】

同じ測定を 25 で行い、結果を表 3 に示す：

【表 6】

周波数 / Hz	例 4、25°C	例 1、25°C	例 1 + 10% 水、25°C	例 2、25°C	例 3、25°C
0.1	37.1	88.2	88.2	87.4	42.5
0.125	24	88.3	89.5	87.8	37
0.156	21.8	88.3	89.4	87.9	34.6
0.195	21.1	88.3	89.4	88.1	33.7
0.244	20.8	88.3	89.3	88.3	32.7
0.305	20.8	88.3	89.3	88.5	30.3
0.381	20.6	88.2	89.3	88.7	28
0.476	20.9	88.2	89.2	88.9	28.6
0.595	21.4	88.1	89.2	89.1	29.8
0.743	21.6	88	89.1	89.3	29.3
0.928	22.1	87.8	89.1	89.5	35.8
1.16	22.5	87.7	89	89.8	34.8
1.45	22.9	87.4	88.9	90	30.9
1.81	23.6	87.1	88.9	90	34.1
2.26	24.1	86.7	88.8	90	35
2.83	26.4	86.2	88.7	90	34.6
3.53	26	85.5	88.7	90	37
4.42	26.9	84.8	88.5	90	37.7
5.52	27.9	83.7	88.4	90	38.5
6.9	29	82.6	88.5	90	42.7
8.62	30.5	81.1	88.2	90	41.3
10.8	32.3	79.5	88.4	90	43.7

10

20

30

【0068】

例 4 および例 3 の試料は、いずれも位相角が 45° より小さいことを示しており、したがってこれらの試料はこの範囲に降伏点がある。しかし、例 3 の試料について表 1 から明らかのように、20 より低い温度では、降伏点は決定的に消失しており、なぜならば、この温度より低い試料は位相角が 45° を超え、したがって $G' < G''$ となるためである。

【0069】

最後に、例 4 の試料を 40 でのさらなる周波数依存性測定に供することにより、この温度で $G' > G''$ であるか、あるいは 45° 未満の位相角を有するか否かを確認した。表 4 からわかるように、例 4 の試料について調査した 3 つの温度すべてにおける位相角は 45° 未満であり、したがって、例 4 の試料は 10 ~ 40 の温度範囲に降伏点を有する。

40

【0070】

【表 7】

表4.

周波数 / Hz	例 4、10℃	例 4、25℃	例 4、40℃
0.1	34.4	37.1	28.5
0.125	38.8	24	26.4
0.156	38.9	21.8	25
0.195	38.6	21.1	24.3
0.244	38.6	20.8	24
0.305	38.6	20.8	23.7
0.381	39.2	20.6	23.7
0.476	39	20.9	24
0.595	39.1	21.4	24.1
0.743	39.2	21.6	24.4
0.928	39.5	22.1	24.6
1.16	39.3	22.5	25.5
1.45	39.7	22.9	26.3
1.81	39.3	23.6	27
2.26	39.4	24.1	27.9
2.83	38.8	26.4	28.7
3.53	38.9	26	29.7
4.42	39	26.9	30.8
5.52	38.8	27.9	32.1
6.9	39.4	29	33.8
8.62	38.9	30.5	35.6
10.8	39.2	32.3	37.9

10

20

【 0 0 7 1】

単純なクレンジング配合物における増粘性能：

30

22で攪拌しながら個々の成分を水と混合し、これにより最終配合物組成物に対して95重量%になるように必要な量の水を添加することによって、以下に規定する配合物を製造した。攪拌1時間後、それぞれ増粘剤として例1～例5、例8、例9および例11による組成物を添加し、クエン酸でpHを5.2に調整し、100重量%まで配合物に水を満たした。均質化し、22で少なくとも24時間静置した後、スピンドル62を用い、毎分30回転、温度22でブルックフィールド粘度計にて粘度を測定した。例6、例7および例10は、相分離の問題のため、試験から除外した。以下に示すパーセンテージは、すべて重量パーセンテージである。

【 0 0 7 2】

40

【表 8 - 1】

表5: 28%ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液(Texapon NSO-IS;SLES 28%)32%、38%コカミドプロピルベタイン水溶液(TEGO Betain F 50)8%および塩化ナトリウム0.7%を含むクレンジング配合物A、ならびに32%コアンホ酢酸ナトリウム水溶液(REWOTERIC AM C)17.5%、50%ラウリルグルコシド水溶液(Plantacare 1200 UP)8.8%、50%コグルコシド水溶液(Plantacare 818 UP)4.4%および25%グルタミン酸コイル水溶液(Perlastan SC 25 NKW)14.4%を含むクレンジング配合物Bにおける、例1～例5、例8、例9および例11の増粘性能

	例1	例2	例3	例4	例5
例の活性含量 / %	33.9	43.3	39.5	55.5	36.4
例の粘度 / mPa・s	3500	950	600	3400	80
例の外観	澄明、均質、 液状	澄明、均質、 液状	澄明、均質、 液状	濁り、液状	澄明、均質、 液状
ベース配合物A中の 例の使用量 / %	3.3	2.1	2.7	2.0	3.0
ベース配合物A中の 例の活性含量 / %	1.1	0.9	1.1	1.1	1.1
ベース配合物Aの粘 度 / mPa・s	3900	2735	6000	4100	1120
ベース配合物B中の 例の使用量 / %	3.4	-	-	2.0	3.0
ベース配合物B中の 例の活性含量 / %	1.1	-	-	1.1	1.1
ベース配合物Bの粘 度 / mPa・s	4000	-	-	1800	500

	例6	例7	例8	例9	例10	例11
例の活性含量 / %	55.4	34.5	35.9	34.5	33.5	36.7
例の粘度 / mPa・s	6700	2200	90	3100	1750	80
例の外観	濁った液 状、相分 離	濁った液 状、相分 離	澄明、均 質、液状	澄明、均 質、液状	濁った液 状、相分 離	澄明、均 質、液状
ベース配合物A中の 例の使用量 / %	-	-	3.1	3.2	-	3.0
ベース配合物A中の 例の活性含量 / %	-	-	1.1	1.1	-	1.1
ベース配合物Aの粘 度 / mPa・s	-	-	1340	2950	-	885

【 0 0 7 3 】

10

20

30

40

【表 8 - 2】

ベース配合物B中の 例の使用量 / %	-	-	3.1	3.2	-	3.0
ベース配合物B中の 例の活性含量 / %	-	-	1.1	1.1	-	1.1
ベース配合物Bの粘 度 / mPa・s	-	-	640	2635	-	380

10

【 0 0 7 4 】

表に示した例 1 ~ 例 5、例 8、例 9 および例 1 1 による組成物の量を、双方のクレンジング配合物に添加した。それぞれの水の添加量は、1 0 0 % とすべての供給原料の合計との差で与えられる。

【 0 0 7 5 】

比較的複雑なガイドライン配合物における増粘性能：

粘度測定を、ブルックフィールド粘度計 (B r o o k f i e l d R V D V - I P r i m e) を用いて以下の条件で行った：

温度：2 3

スピンドル：L V 2

回転数：3 0 R P M

20

30

40

50

【表 9】

ガイドライン配合物1:フケ防止シャンプー

		GF1A	GF1B	GF1C	GF1D	GF1E	GF1F	GF1G	GF1H
A	Tegin G 1100 pellets / %	3	3	3	3	3	3	3	3
	SLES 28% / %	40	40	40	40	40	40	40	40
B	香料pure sensation / %	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	ジंकピリチオンNF / %	2	2	2	2	2	2	2	2
	ABIL B 88183 / %	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
C	脱塩水 / %	37.5	38.8	38.4	40	37.9	37.9	37.6	38.0
	Tego Carbomer 141 / %	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	NaOH 25% / %	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
D	TEGO Betain F 50 / %	10	10	10	10	10	10	10	10
	例1 / %	6.2							
	例2 / %		4.9						
	例3 / %			5.3					
	例4 / %				3.7				
	例5 / %					5.8			
	例8 / %						5.8		
	例9 / %							6.1	
	例11 / %								5.7
	pH	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5
	粘度 /mPa・s (スピンドル2 / 30 rpm)	8779	9427	8917	6827	5527	5123	6331	3272
	外観	白色	白色	白色	白色	白色	白色	白色	白色
	バッチサイズ / g	150	150	150	150	150	150	150	150
	例の活性含量 / %	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1

【 0 0 7 6 】

調製：SLESおよびTEGIN G 1100を65 に加熱し、次いでゆっくりと冷却する。成分Bを相Aに順次添加した。TEGO Carbomerを攪拌しながら水中に取り込み、NaOHで中和する。次に相Cを相ABに加える。最後に、残りの原料を指示された順序で添加し、pHを調整する。

【 0 0 7 7 】

10

20

30

40

【 表 1 0 】

例に基づく配合物粘度の比較

	粘度 mPa・s (SP2 / 30 rpm)	
例1	8779	本発明による
例2	9427	本発明による
例3	8917	本発明による
例4	6827	本発明によらない
例5	5527	本発明によらない
例8	5123	本発明によらない
例9	6331	本発明による
例11	3272	本発明によらない

10

【 0 0 7 8 】

20

30

40

50

【表 1 1】

ガイドライン配合物2:真珠光沢液体石鹸

	GF2A	GF2B	GF2C	GF2D	GF2F	GF2G	GF2H	GF2I
SLES 28% / %	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0
TEGOSOFT LSE 65 K Soft / %	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
香料 / %	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
脱塩水 / %	41.15	43.5	44.45	43.15	43.05	42.85	43.15	42.75
TEGO Betain F 50 / %	6.4	6.4	6.4	6.4	6.4	6.4	6.4	6.4
Tego Pearl N 100 / %	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
防腐剤 / %	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45
例1 + 10% H ₂ O	5.8							
例1								4.2
例3 / %		3.5						
例4 / %			2.5					
例5 / %				3.8				
例8 / %					3.9			
例9 / %						4.1		
例11 / %							3.8	
pH	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5
粘度 / mPa・s (SP2 / 30 rpm)	7723	1429	3296	1003	1238	2761	773	3683
外観	真珠光 沢	真珠光 沢	真珠光 沢	真珠光 沢	真珠光 沢	真珠光 沢	真珠光 沢	真珠光 沢
バッチサイズ / g	150	150	150	150	150	150	150	150
例の活性含量 / %	1.8	1.4	1.45	1.4	1.4	1.	1.4	1.4

【0 0 7 9】

調製：配合物成分を撈拌しながら指示された順序で混合する。次いで、p Hをクエン酸で調整する。

【0 0 8 0】

粘度の比較：

10

20

30

40

【 表 1 2 】

	粘度 mPa・s (スピンドル2 / 30 rpm)	
例1 + 10% 水	7723 (1.8%)	本発明による
例1	3683 (1.4%)	本発明による
例3	1429 (1.4%)	本発明による
例4	3296 (1.4%)	本発明によらない
例5	1003 (1.4%)	本発明によらない
例8	1238 (1.4%)	本発明によらない
例9	2761 (1.4%)	本発明による
例11	773 (1.4%)	本発明によらない

10

20

30

40

50

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2022/069237

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. **A61K8/44 A61Q19/10 A61K8/37**
ADD.

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)

A61K A61Q

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 9 271 908 B2 (EVONIK INDUSTRIES AG [DE]) 1 March 2016 (2016-03-01) tables 22,36,39, 42, 45,50,55,58,73,75 zubereitung XIX; table 84	1-13
Y	US 2018/133133 A1 (KLEINEN JOCHEN [DE] ET AL) 17 May 2018 (2018-05-17) page 1, paragraph 17-21 page 3, paragraph 53 - page 3, paragraph 56 examples 103c, 103j	1-13

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ 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

28 October 2022

Date of mailing of the international search report

08/11/2022

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Ruckebusch, Virginie

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2022/069237

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 8 193 137 B2 (KUNIEDA HIRONOBU [JP]; KUNIEDA LEGAL REPRESENTATIVE AKEMI [JP] ET AL.) 5 June 2012 (2012-06-05) column 1, line 63 - column 2, line 14 column 3, line 63 - column 4, line 15 examples 11-20 -----	1-13
Y	US 2016/221935 A1 (JAWORSKA-MASLANKA MARIA [US] ET AL) 4 August 2016 (2016-08-04) page 1, paragraph 8 - page 2, paragraph 19 page 3, paragraph 30-31; examples 1,3-7 -----	10-13

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2022/069237

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 9271908	B2	01-03-2016	BR 112014016225 A2	13-06-2017
			CN 104125821 A	29-10-2014
			DE 102011090030 A1	04-07-2013
			EP 2797571 A2	05-11-2014
			JP 6155279 B2	28-06-2017
			JP 2015507626 A	12-03-2015
			US 2014349902 A1	27-11-2014
			WO 2013098066 A2	04-07-2013

US 2018133133	A1	17-05-2018	BR 102015008829 A2	10-04-2018
			CN 105030555 A	11-11-2015
			DE 102014207421 A1	22-10-2015
			EP 2932960 A1	21-10-2015
			JP 6725211 B2	15-07-2020
			JP 2015205875 A	19-11-2015
			US 2015297485 A1	22-10-2015
			US 2018133133 A1	17-05-2018

US 8193137	B2	05-06-2012	EP 1746141 A1	24-01-2007
			JP 3922299 B2	30-05-2007
			JP WO2005078039 A1	18-10-2007
			KR 20060111720 A	27-10-2006
			US 2007037728 A1	15-02-2007
			US 2010292115 A1	18-11-2010
			US 2011152148 A1	23-06-2011
			WO 2005078039 A1	25-08-2005

US 2016221935	A1	04-08-2016	BR 102016002245 A2	27-03-2018
			CN 105837463 A	10-08-2016
			EP 3050946 A1	03-08-2016
			JP 6761637 B2	30-09-2020
			JP 2016141684 A	08-08-2016
			US 2016221935 A1	04-08-2016

フロントページの続き

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,N
E,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,
CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,J
M,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,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,ST,SV,SY,T
H,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100116403
弁理士 前川 純一

(74)代理人 100134315
弁理士 永島 秀郎

(74)代理人 100162880
弁理士 上島 類

(72)発明者 ドミニク シューフ
ドイツ連邦共和国 デュッセルドルフ ハマー ドアフシュトラーセ 1 3 7

(72)発明者 マルレネ ヒュプナー
ドイツ連邦共和国 ミュールハイム アンデアルール オーバーハイトシュトラーセ 7 2

(72)発明者 ペーター シュヴァーブ
ドイツ連邦共和国 エッセン フランケンシュトラーセ 2 2 2

(72)発明者 ヨアヒム フェンツマー
ドイツ連邦共和国 エッセン ラインヴェーバーマルクト 4

(72)発明者 ヨヘン クライネン
ドイツ連邦共和国 ハインスベアク エーディット - シュタイン - シュトラーセ 3

F ターム (参考) 4C083 AB032 AB332 AC122 AC232 AC302 AC421 AC422 AC662 AC711 AC712
AC782 AC932 AD092 AD202 AD352 CC23 CC38 DD23 DD27 EE01 FF01