

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2007-533712**(P2007-533712A)**

(43) 公表日 平成19年11月22日(2007.11.22)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
A 6 1 K 8/37 (2006.01)	A 6 1 K 8/37	4 C O 8 3
A 6 1 K 8/34 (2006.01)	A 6 1 K 8/34	
A 6 1 Q 19/00 (2006.01)	A 6 1 Q 19/00	
A 6 1 Q 17/04 (2006.01)	A 6 1 Q 17/04	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 24 頁)

(21) 出願番号	特願2007-508956 (P2007-508956)	(71) 出願人	506352278 クローダ インターナショナル パブリック リミテッド カンパニー
(86) (22) 出願日	平成17年4月12日 (2005. 4. 12)		イギリス国, ディーエヌ14 9エーエー
(85) 翻訳文提出日	平成18年12月15日 (2006. 12. 15)		, ノース ハンバーサイド, ゴール, スナ イス, コーウィック ホール
(86) 国際出願番号	PCT/GB2005/001389	(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(87) 国際公開番号	W02005/102265	(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敬
(87) 国際公開日	平成17年11月3日 (2005. 11. 3)	(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次
(31) 優先権主張番号	0409066.8	(74) 代理人	100139022 弁理士 小野田 浩之
(32) 優先日	平成16年4月23日 (2004. 4. 23)		
(33) 優先権主張国	英国 (GB)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 界面活性剤組成物

(57) 【要約】

本発明は、少なくとも1種のソルビタンエステルと、少なくとも1種のソルビトールエステルとを含む界面活性剤組成物を提供する。上記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数は、上記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い。上記界面活性剤組成物は、エマルションの安定化、特に、パーソナルケア製品又は化粧品において、特に好適である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも 1 種のソルビタンエステル及び少なくとも 1 種のソルビトールエステルを含む界面活性剤組成物であって、

前記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数が、前記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い、

前記界面活性剤組成物。

【請求項 2】

前記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数が、前記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも、少なくとも炭素原子 1 個多い、請求項 1 に記載の組成物。

10

【請求項 3】

前記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数が、前記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも、炭素原子 3 ~ 7 個多い、請求項 1 又は 2 に記載の組成物。

【請求項 4】

前記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数が 15 ~ 19 であり、そして / 又は前記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数が 11 ~ 14 である、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 5】

前記ソルビタンエステル：前記ソルビトールエステルの質量比が、4 ~ 20 : 1 である、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の組成物。

20

【請求項 6】

前記ソルビタンエステルの濃度が 45 ~ 90 質量% であり、そして / 又は前記ソルビトールエステルの濃度が 3 ~ 15 質量% であり、そして / 又はイソソルビドエステルの濃度が 7 ~ 25 質量% である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 7】

ソルビタンパルミテート及び / 又はソルビタンステアレート及び / 又はソルビトールラウレートを含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 8】

前記ソルビトールラウレートの濃度が、2 ~ 15 質量% である、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の組成物。

30

【請求項 9】

前記ソルビトールラウレートが、存在する全ソルビトールエステルの少なくとも 70 質量% である、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 10】

ソルビトールエステルの総濃度に基づいて、ソルビトールモノエステルの濃度が少なくとも 60 質量% であり、そしてソルビトールジエステルの濃度が 40 % 質量未満である、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 11】

ポリオールを 2 ~ 15 質量% 含む、請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載の組成物。

40

【請求項 12】

前記ポリオールの 30 ~ 80 質量% がソルビトールである、請求項 11 に記載の組成物。

【請求項 13】

ソルビタンエステル成分及びソルビトールエステル成分を一緒に混合することを含む界面活性剤組成物の生成法であって、

前記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数が、前記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い、

上記生成法。

50

【請求項 14】

前記界面活性剤組成物が、請求項 1 ~ 12 のいずれか一項に規定される通りである、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

前記ソルビタンエステル成分が、65 ~ 85 質量%のソルビタンエステルを含む、請求項 13 又は 14 に記載の方法。

【請求項 16】

前記ソルビトールエステル成分が、50 ~ 85 質量%のソルビトールエステルを含む、請求項 13 ~ 15 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 17】

少なくとも 1 種のソルビタンエステル及び少なくとも 1 種のソルビトールエステルを含み、水中に液晶を生成させることができる界面活性剤組成物を含むエマルジョンであって、

前記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数が、前記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い、

前記エマルジョン。

【請求項 18】

界面活性剤組成物を 1 ~ 7 質量%含む、請求項 17 に記載のエマルジョン。

【請求項 19】

室温で 3 ヶ月超、及び / 又は 40 で 2 ヶ月超、及び / 又は 50 で 1 ヶ月超の期間安定であり、液晶を含む、請求項 17 又は 18 に記載のエマルジョン。

【請求項 20】

前記エマルジョンが、室温で 4 ヶ月超、及び / 又は 40 で 3 ヶ月超、及び / 又は 50 で 2 ヶ月超の期間安定である、請求項 17 ~ 19 のいずれか一項に記載のエマルジョン。

【請求項 21】

少なくとも 1 種のソルビタンエステル及び少なくとも 1 種のソルビトールエステルを含む界面活性剤組成物を含むパーソナルケア製品又は化粧品であって、

ここで、前記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数が、前記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い、

前記パーソナルケア製品又は化粧品。

【請求項 22】

少なくとも 1 種のソルビタンエステル及び少なくとも 1 種のソルビトールエステルを含む界面活性剤組成物の使用であって、

ここで、エマルジョンを安定化させるため、前記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数が、前記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い、

前記界面活性剤組成物の使用。

【請求項 23】

水中油滴型エマルジョンの水相に液晶を生成させ、前記エマルジョンを安定化させるために、少なくとも 1 種のソルビトールエステルを少なくとも 3 質量%含む、界面活性剤組成物の使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ソルビタンエステル及びソルビトールエステルを含む界面活性剤組成物、上記界面活性剤組成物を用いて生成したエマルジョン、そして特に、上記エマルジョンから形成したパーソナルケア製品又は化粧品に関する。

【背景技術】

【0002】

ソルビタンエステルは、パーソナルケア、クリーニング、一般産業、食品、及び他の多

10

20

30

40

50

くの業界等の広範囲の用途において、乳化、分散、保湿及び/又は可溶化特性を有する界面活性剤として、長年にわたり使用されている。特に、ソルビタンエステルは、パーソナルケア用途、例えば、スキンケア、日焼け止め剤、洗面用品、装飾用化粧品、香水及び芳香剤において、乳化剤として用いられている。

【0003】

ソルビタンエステルの市販の製品には、通常、ソルビトールを、脂肪酸又はその誘導体と反応させたものを含み、そしてソルビトールのモノ -、ジ -、トリ - 及びそれより多いエステル、ソルビタンのモノ -、ジ - 及びそれより多いエステル、イソソルビドのモノ -、及びジエステル、並びに非エステル化ソルビトール、ソルビタン及びイソソルビドを含む複雑な混合物の製品が生ずる。上記各成分の濃度は変わりうるが、ソルビタンエステルが、主要成分である。大量のイソソルビドエステルが存在しうるが、通常、ソルビトールエステルは、非常に低濃度で存在する。上記ソルビトール/ソルビタン/イソソルビドエステルの疎水性基 (hydrophobe) 内に存在する炭素原子数は、反応に用いられる特定の脂肪酸によって決まり、そしてそれらの平均炭素原子数は、全ての成分に関して、ほぼ同一であろう。

10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

現在、市販のソルビタンエステルは、多くの用途において有用な乳化剤であるが、それらの特性 (特に、パーソナルケア用途、例えば、使用の汎用性、耐水性の改良、滑らかさ及び皮膚感触の軽さ、並びに薄く広がる特性) に改良の必要性がまだある。ソルビタンエステルと共に用いられるべき追加の共乳化剤が必要となることが多く、そしてソルビトールベースの自己乳化系、すなわち、共乳化剤の必要なく、特に、水中で液晶 (特に、水中油滴型エマルジョン) を生成させることができるものが開発された場合、大きな優位性となるであろう。

20

【課題を解決するための手段】

【0005】

驚くべきことに、本発明者達は、今回、上記課題の少なくとも一つを克服するか、あるいは大きく減らす界面活性剤組成物を見出した。

従って、本発明は、少なくとも1種のソルビタンエステルと、少なくとも1種のソルビトールエステルとを含む界面活性剤組成物を提供し、ここで、上記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数は、上記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い。

30

【0006】

本発明はまた、ソルビタンエステル成分及びソルビトールエステル成分を共に混合することを含む界面活性剤組成物の生成法を提供し、ここで、上記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数は、上記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い。

本発明は、少なくとも1種のソルビタンエステル及び少なくとも1種のソルビトールエステルを含み、水中に液晶を生成させることができる界面活性剤を含むエマルジョンをさらに提供し、ここで、上記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数は、上記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い。

40

【0007】

本発明は、少なくとも1種のソルビタンエステル及び少なくとも1種のソルビトールエステルを含む界面活性剤組成物を含むパーソナルケア製品又は化粧品をさらに提供し、ここで、上記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数は、上記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数よりも多い。

本発明は、少なくとも1種のソルビタンエステル及び少なくとも1種のソルビトールエステルを含む界面活性剤組成物の使用をさらに提供し、ここで、エマルジョンを安定化させるために、上記ソルビタンエステルの疎水性基の平均炭素原子数は、上記ソルビトール

50

エステル疎水性基の平均炭素原子数よりも多い。

【0008】

本発明は、水中油滴型エマルションの水相中に液晶を生成させるため、エマルションを安定化させるため、少なくとも1種のソルビトールエステルを、少なくとも3質量%含む界面活性剤組成物の使用をさらに提供する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明で用いられるソルビタン及び/又はソルビトールエステルは、通常、ソルビトールを、脂肪酸又はその誘導体、例えば、脂肪酸メチル、エチル及び/若しくはイソプロピルエステル、又は脂肪酸トリグリセリドを反応させることで生成させる。脂肪酸は、好ましくは8~24、さらに好ましくは10~22、特に12~20、及び特に12~18の範囲の炭素原子を含む。直鎖の脂肪酸が好ましい。脂肪酸は、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、及び/又はベヘン酸を含むことが好ましい。

10

【0010】

好ましい実施態様では、80%超、さらに好ましくは85%超、特に90%超、そして特に95質量%超飽和脂肪酸が用いられる。用いられる不飽和脂肪酸の濃度は、好ましくは20%未満、さらに好ましくは15%未満、特に10%未満、及び特に5質量%未満である。オレイン酸が、特に好適な不飽和脂肪酸である。

【0011】

上記ソルビタンエステルの疎水性基(脂肪酸又はその誘導体由来)中に存在する平均炭素原子数(対モルベース)は、上記ソルビトールエステルの疎水性基中に存在する平均炭素原子数よりも、好適には少なくとも1、好ましくは少なくとも2、さらに好ましくは3~7、特に4.5~5大きい。上記ソルビタンエステル疎水性基の平均炭素原子数は、好適には12~24、好ましくは14~20、さらに好ましくは15~19、特に16~18、そして特に16.5~17.5の範囲である。上記ソルビトールエステルの疎水性基の平均炭素原子数は、好適には8~20、好ましくは10~16、さらに好ましくは11~14、特に11.5~13、そして特に12~12.5の範囲である。

20

【0012】

本発明に従う組成物中に存在するソルビタンエステル：ソルビトールエステルの質量比は、好適には1~50：1、好ましくは2~30：1、さらに好ましくは4~20：1、特に7~13：1、そして特に9~11：1の範囲である。

30

【0013】

ソルビタンエステルの濃度は、全組成物の、好適には25~95質量%、好ましくは45~90質量%、さらに好ましくは60~85質量%、特に65~80質量%、そして特に69~73質量%の範囲である。ソルビトールエステルの濃度は、全組成物の、好適には1~25質量%、好ましくは3~15質量%、さらに好ましくは5~12質量%、特に7~9質量%、特に7.5~8.5質量%の範囲である。イソソルビドエステルの濃度は、全組成物の、好適には3~35質量%、好ましくは7~25質量%、さらに好ましくは10~20質量%、特に14~18質量%、そして特に15~17質量%の範囲である。

40

【0014】

好適なソルビタンエステルには、ソルビタンココエート、ソルビタンカプレート、ソルビタンラウレート、ソルビタンミリスレート、ソルビタンパルミテート及び/又はソルビタンステアレートが含まれる。好ましいソルビタンエステルは、ソルビタンパルミテート及び/又はソルビタンステアレートである。

【0015】

特に好ましい実施形態では、ソルビタンパルミテート及び/又はソルビタンステアレートの濃度は、上記組成物中に存在するソルビタンエステルの総濃度に対し、少なくとも70%、さらに好ましくは少なくとも90%、特に少なくとも95%、そして特に少なくとも98質量%である。混合物として存在する場合には、ソルビタンパルミテート：ソルビ

50

タンステアレートは、好ましくは0.3~4:1、さらに好ましくは0.5~2:1、特に0.7~1.5:1、そして特に0.9~1.1:1の範囲である。

【0016】

好ましい少量のソルビタンエステル成分は、ソルビタンラウレートであり、ソルビタンエステルの総濃度に基づいて、好ましくは5質量%未満、さらに好ましくは3質量%未満、特に0.2~2質量%、そして特に0.5~1.5質量%の範囲の濃度で存在する。

【0017】

本発明で用いられるソルビタンエステルは、モノ-、ジ-、トリ-、及び随意選択的なテトラエステルを含むことが好ましい。モノエステルの濃度は、ソルビタンエステルの総濃度に基づいて、好適には少なくとも20質量%、好ましくは少なくとも25質量%、さらに好ましくは少なくとも30質量%、特に少なくとも35質量%、そして特に少なくとも40質量%である。モノエステル及びジエステルの組み合わせの濃度は、上記ソルビタンエステルの総濃度に基づいて、好適には少なくとも50質量%、好ましくは少なくとも65質量%、さらに好ましくは少なくとも75質量%、特に少なくとも80質量%、そして特に少なくとも85質量%である。それに対応して、トリ-及びテトラエステルの濃度は、上記ソルビタンエステルの総濃度に基づいて、好適には50質量%以下、好ましくは35質量%以下、さらに好ましくは25質量%以下、特に20質量%以下、そして特に15質量%以下である。

10

【0018】

好適なソルビトールエステルには、ソルビトールココエート、ソルビトールカプレート、ソルビトールラウレート、ソルビトールミリスレート、ソルビトールパルミテート及び/又はソルビトールステアレート、好ましくはソルビトールラウレート、ソルビトールパルミテート及び/又はソルビトールステアレート、そしてさらに好ましくはソルビトールラウレートが含まれる。

20

【0019】

好ましい実施態様では、ソルビトールラウレートの濃度は、全組成物の、好適には0.5~25質量%、好ましくは2~15質量%、さらに好ましくは4~10質量%、特に6~8質量%、そして特に6.5~7.5質量%の範囲である。さらに、ソルビトールラウレートの濃度は、上記組成物中に存在するソルビトールエステルの総濃度に基づいて、好適には少なくとも30質量%、好ましくは少なくとも50質量%、さらに好ましくは少なくとも70質量%、特に少なくとも80質量%、そして特に少なくとも90質量%である。さらに、ソルビトールラウレートの濃度は、上記組成物中に存在する他の個々のソルビトールエステルよりも、好ましくは少なくとも1倍、さらに好ましくは少なくとも5倍、特に少なくとも7倍、そして特に少なくとも10倍(質量)大きい。従って、ソルビトールラウレートは、上記組成物中に存在する主なソルビトールエステルであることが好ましい。

30

【0020】

好ましい少量のソルビトールエステルは、ソルビトールパルミテート及び/又はソルビトールステアレートであり、全組成物に対して、好適には7質量%未満、好ましくは5質量%未満、さらに好ましくは3質量%未満、特に1質量%未満、そして特に0.5質量%未満の組み合わせ濃度で存在する。

40

【0021】

本発明で用いられるソルビトールエステルは、モノ-及びジエステルの混合物を含むことが好ましい。モノエステルの濃度は、ソルビトールエステルの総濃度に基づいて、好適には少なくとも40%、好ましくは少なくとも60%、さらに好ましくは少なくとも70%、特に少なくとも80%、そして特に少なくとも85質量%である。ジエステルの濃度は、ソルビトールエステルの総濃度に基づいて、好適には60%未満、好ましくは40%未満、さらに好ましくは30%未満、特に20%未満、そして特に15質量%未満である。

【0022】

50

本発明に従う組成物中に存在する遊離のポリオール（好ましくはソルビトール、ソルビタン及び／又はイソソルビド）の濃度は、全組成物に対し、好適には0.5～20%、好ましくは2～15%、さらに好ましくは3～10%、特に4.5～6%、そして特に5～5.5質量%の範囲である。遊離のポリオールの、好適には20%超、好ましくは30～80%、さらに好ましくは35～70%、特に40～60%、そして特に45～55質量%の範囲が、ソルビトールである。

【0023】

本発明に従う界面活性剤組成物は；

(i) 主にソルビタンエステルを含む組成物

(本明細書の以下において、「ソルビタンエステル成分」と称する)；及び

(ii) 主にソルビトールエステルを含む組成物

(本明細書の以下において、「ソルビトールエステル成分」と称する)；

を共に混合させて生成させることが好ましい。

【0024】

上記ソルビタンエステル成分は、全組成物の、好適には25～98質量%、好ましくは45～90質量%、さらに好ましくは65～85質量%、特に74～82質量%、そして特に76～80質量%の範囲の濃度で、ソルビタンエステルを含む。

好適なソルビタンエステルには、ソルビタンココエート、ソルビタンカプレート、ソルビタンラウレート、ソルビタンミリスレート、ソルビタンパルミテート及び／又はソルビタンステアレートが含まれる。好ましいソルビタンエステルは、ソルビタンパルミテート及び／又はソルビタンステアレートである。

【0025】

ソルビタンパルミテート及び／又はソルビタンステアレートの濃度は、上記ソルビタンエステル成分中に存在するソルビタンエステルの総濃度に基づいて、好ましくは少なくとも75質量%、さらに好ましくは少なくとも92質量%、特に少なくとも97質量%、そして特に少なくとも99質量%である。混合物として存在する場合には、上記ソルビタンエステル成分中のソルビタンパルミテート：ソルビタンステアレートの好ましいモル比は、本発明に従う界面活性剤組成物に関して上記に与えられるモル比と同一である。

【0026】

上記ソルビタンエステル成分中のソルビタンモノエステル、ジエステル、及びより高いエステルの好ましい濃度範囲は、本発明に従う界面活性剤組成物に関して上記に与えられる濃度範囲と同一である。

【0027】

上記ソルビタンエステル成分中のソルビトールエステルの濃度は、全組成物の、好適には10質量%未満、好ましくは6質量%未満、さらに好ましくは3質量%未満、特に1質量%未満、そして特に0.5質量%未満である。上記ソルビトールエステルは、ソルビトールパルミテート及び／又はソルビトールステアレートを含むのが好適であり、好ましくは0.3～4：1、さらに好ましくは0.5～2：1、特に0.7～1.5：1、そして特に0.9～1.1：1の範囲のモル比で存在する。

【0028】

上記ソルビタンエステル成分中のイソソルビドエステルの濃度は、全組成物に対して、好適には3～40%、好ましくは8～30%、さらに好ましくは12～25%、特に16～20%、そして特に17～19質量%である。

【0029】

上記ソルビタンエステル成分中に存在する遊離のポリオール（好ましくはソルビトール、ソルビタン及び／又はイソソルビド）の濃度は、好適には0.5～15質量%、好ましくは1～10質量%、さらに好ましくは1.5～6質量%、特に2～4質量%、そして特に2.5～3.5質量%の範囲である。上記遊離のポリオールの、好ましくは30質量%超、さらに好ましくは50～95質量%、特に60～85質量%、そして特に70～80質量%の範囲が、ソルビタンである。

10

20

30

40

50

【0030】

上記ソルビタンエステル成分は、好適には3～10、好ましくは3.5～8、さらに好ましくは4～6、特に4.4～5、そして特に4.6～4.8の範囲のHLB値を有する。

上記ソルビトールエステル成分中のソルビトールエステルの濃度は、全組成物に対して、好適には少なくとも25質量%、好ましくは40～95質量%、さらに好ましくは50～85質量%、特に60～80質量%、そして特に65～75質量%の範囲である。

【0031】

好適なソルビトールエステルには、ソルビトールココエート、ソルビトールカプレート、ソルビトールラウレート、ソルビトールミリストート、ソルビトールパルミテート及び/又はソルビトールステアレート、そして好ましくはソルビトールラウレートが含まれる。

ソルビトールラウレートの濃度は、上記ソルビトールエステル成分中に存在するソルビトールエステルの総量に基づいて、好ましくは少なくとも50質量%、さらに好ましくは少なくとも80質量%、特に少なくとも90質量%、そして特に少なくとも95質量%である。

【0032】

上記ソルビトールエステル成分中のソルビタンエステル（好ましくはソルビタンラウレート）の濃度は、全組成物に対して、好適には30質量%未満、好ましくは1～20質量%、さらに好ましくは3～12質量%、特に5～9質量%、そして特に6～8質量%の範囲である。

上記ソルビトールエステル成分中の遊離のポリオール（好ましくはソルビトール、ソルビタン及び/又はイソソルビド）の濃度は、全組成物の、好ましくは2～60質量%、さらに好ましくは10～50質量%、特に15～40質量%、そして特に20～30質量%の範囲である。上記ソルビトールエステル成分中の遊離のポリオールの、好ましくは50質量%超、さらに好ましくは75質量%超、特に85質量%超、そして特に95質量%超が、ソルビトールである。

【0033】

上記ソルビトールエステル成分中のソルビトールモノエステル及びジエステルの好ましい濃度範囲は、本発明に従う界面活性剤組成物に関して上記に与えられる濃度範囲と同一である。

本発明に従う界面活性剤組成物を生成させるために、上記ソルビタンエステル成分を、好適には0.5～100：1、好ましくは3～50：1、さらに好ましくは7～15：1、特に8～10：1、そして特に8.5～9.5：1の範囲の質量比で、上記ソルビトールエステル成分と共に混合させる。

【0034】

本発明に従う界面活性剤組成物は、水中で液晶を生成させることができ、好ましくは、エマルジョン（特に、水中油滴型エマルジョン）中に液晶を生成させることができる。生成する液晶は、好ましくはリオトロピック液晶（濃度及び温度の両方に依存する）、さらに好ましくはラメラ相液晶、そして特に、L相（ニート）液晶である。

【0035】

上記界面活性剤組成物は、エマルジョン（及び分散液）、すなわち、乳化剤系、例えば、油中水滴型エマルジョン、ポリオール中油滴型エマルジョン（例えば、グリセロール）、特に水中油滴型エマルジョンの生成における使用、そして特にパーソナルケア製品又は化粧品の一部又は全部における使用に好適である。

【0036】

本発明に従うエマルジョンの油相は、主に、パーソナルケア製品又は化粧品中で使用されるタイプの皮膚軟化剤の油であることが好ましい。上記皮膚軟化剤は、室温で液状である油性材料であることができ、そして通常、室温で液状である。あるいは、高温で液状であり、上記組成物中で乳化及び含有させることができるという条件の下、室温で固体であ

10

20

30

40

50

ることでもでき、その場合には、通常、ろう状の固体である。上記組成物の製造は、好ましくは、最大100、さらに好ましくは約80の温度を用いるので、上記固体の皮膚軟化剤は、好ましくは100未満、そしてさらに好ましくは70未満の融解温度を有する。

【0037】

通常は液状である好適な皮膚軟化剤の油には、非極性油、例えば、無機物又はパラフィン、特にイソパラフィン、油(Uniqemaが、Arlamol(商標)HDとして販売するもの等)；又は中間極性油、例えば、植物性エステル油、例えば、ホホバ油、植物性グリセリド油、動物性グリセリド油(Uniqemaが、Estol(商標)3603として販売するもの等(カプリル酸/カプリン酸トリグリセリド)、合成油、例えば、合成エステル油、例えば、イソプロピルパルミテート及びUniqemaがEstol1512及びArlamolDOAとして販売するもの、エーテル油(特に、2種の脂肪、すなわち、C8~C18のアルキル残差のエーテルオイル)、例えば、CognisがCetiolOEとして販売するもの(ジカプリルエーテル)、ゲルベ(Guerbet)アルコール、例えば、CognisがEutanolGとして販売するもの(オクチルドデカノール)、若しくはシリコン油、例えば、ジメチコン油、例えば、Dow CorningがDC200として販売するもの、シクロメチコン油、又は親水性を改良するためにポリオキシアルキレン側鎖を有するシリコン；又は次のものを含む高極性油、例えば、アルコキシル化皮膚軟化剤、例えば、脂肪アルコールプロポキシレート、例えば、UniqemaがArlamolEとして販売するもの(プロポキシレート化ステアリルアルコール)が含まれる。室温で固体であるが、本発明の組成物を生成させるために用いる温度では、概して液体でありうる好適な皮膚軟化剤材料には、ホホバワックス、獣脂及びココナツワックス/油が含まれる。非極性油が用いられる場合には、好適には、満足のいく乳化、特に、小さな油滴を得るために、本発明に従う界面活性剤組成物を比較的高い濃度で用いることが望ましい。

10

20

【0038】

皮膚軟化剤混合物が用いられることが多く、そしてある場合では、固体皮膚軟化剤は、液体の皮膚軟化剤に完全に若しくは部分的に溶解するか、又は組み合わせで溶解することができ、上記混合物の凝固点が低いことが好適である。上記皮膚軟化剤組成物が、室温で固体である場合(脂肪アルコール等)には、得られる分散液は、技術的には、エマルションではない場合がある(しかし、ほとんどの場合には、油性分散相の正確な相は、容易には測定できない。)が、上記分散液は、それらが真のエマルションのように振る舞い、そして用語「エマルション」は、上記組成物を含むように、本明細書では用いられる。

30

【0039】

上記油相の濃度は、広く変わりうる。エマルション中の油量は、全組成物の、好適には1~90質量%、好ましくは3~60質量%、さらに好ましくは5~40質量%、特に8~20質量%、そして特に10~15質量%の範囲である。

【0040】

上記エマルション中に存在する水(又はポリオール、例えば、グリセリン)の量は、全組成物の、好適には5質量%超、好ましくは30~90質量%、さらに好ましくは50~90質量%、特に70~85質量%、そして特に75~80質量%の範囲である。本発明に従うエマルション又はパーソナルケア製品若しくは化粧品中の、本明細書に規定される界面活性剤組成物の量は、全組成物に基づいて、好適には0.1~10質量%、好ましくは0.5~8質量%、さらに好ましくは1~7質量%、特に1.5~6質量%、そして特に2~5.5質量%の範囲である。

40

【0041】

本発明に従うエマルションはまた、乳化剤系の一部を形成するさらなる他の界面活性剤材料を含む。好適な他の界面活性剤には、比較的親水性の界面活性剤(例えば、10超、好ましくは12超のHLBを有する界面活性剤)、及び比較的疎水性の界面活性剤(例えば、10未満、好ましくは8未満のHLBを有する界面活性剤)が含まれる。比較的親水

50

性の界面活性剤には、平均約10～約100の範囲のアルキレンオキシド、特にエチレンオキシド残差を有するアルコキシル化界面活性剤が含まれ、そして比較的疎水性の界面活性剤には、好ましくは、平均約3～約10の範囲のアルキレンオキシド、特にエチレンオキシド残差を有するアルコキシル化界面活性剤が含まれる。

【0042】

パーソナルケア製品又は化粧品用のエマルジョンを、粘度に基づいて、乳液及びローションに分配することができ、上記乳液は、好ましくは、最大10,000 mPa・sの低せん断粘性率（典型的には、ブルックフィールド粘度計で用いられるような、約0.1～10 s⁻¹のずり速度において測定される）を有し、そして上記クリームは、好ましくは、10,000 mPa・s超の低せん断粘性率を有する。上記乳液及びローションは、好ましくは100～10,000、さらに好ましくは200～5,000、そして特に300～1,000 mPa・sの範囲の低せん断粘性率を有する。乳液又はローション中に存在する本発明に従う界面活性剤組成物の量は、全組成物の2～3質量%の範囲が好ましい。

10

【0043】

上記クリームは、好ましくは少なくとも20,000、さらに好ましくは30,000～80,000、そして特に40,000～70,000 mPa・sの範囲の低せん断粘性率を有するが、さらに高い粘性率、例えば、最大10⁶ mPa・sも用いることができる。クリーム中に存在する界面活性剤組成物の量は、全組成物の4～5.5質量%の範囲にあることが好ましい。

【0044】

一般的に、本発明のエマルジョンは、一般的な乳化及び混合方法によって作製される。

例えば、上記界面活性剤組成物を、

(i) 油相、次いで水相に添加する、若しくは

(ii) 油及び水の両方が混合された相に添加する、又は

(iii) 水相、次いで油相に添加する、

ことができる。

方法(iii)が好ましい。これらの全てでは、得られる混合物を、次いで、一般的技法を用いて乳化することができる。水相及び油相を、通常、約60超、例えば、約80～85に加熱すること、あるいは、水相をより低い温度（例えば、ほぼ周囲温度）において、強力な混合にさらすことのどちらかが好ましい。必要に応じて、強撹拌と、適度な高温の使用とを、組み合わせることができる。加熱及び強力な混合を、油相の添加の前、その際又はその後実施することができるが、一度乳化させた場合には、過度の混合又は撹拌により、液晶系を破壊しないように注意すべきである。

20

30

【0045】

エマルジョンをまた、逆乳化法により生成させることができ、そこでは、上記界面活性剤組成物を、油相又は水相のいずれかに添加し、そして水相を、油相に混合させ、最初に油中水滴型エマルジョンを生成させる。水相の添加を、系が反転し、水中油滴型エマルジョンを生成させるまで続ける。一般的に、反転を実施するために、多量の水相が必要であることは明らかのため、この方法は、油相含有率の高いエマルジョン向けには、恐らく用いられないであろう。必要に応じて、強撹拌と、適度な高温の使用とを、組み合わせることができる。加熱を、水性相の添加の際又はその後、そして反転の前、その際又はその後実施することができる。強力な混合を、水性の添加の際又はその後、そして反転の前又はその際に実施することができる。

40

【0046】

上記エマルジョンは、例えば、広範囲にわたる、好ましくは10～10,000 nmの範囲の平均液滴サイズを有するマイクロエマルジョン又はナノエマルジョンであることができる。実施形態の一つでは、エマルジョン液滴サイズを、例えば、高压均一化により、100～1,000 nm、さらに好ましくは300～600 nmの範囲の値まで小さくすることができる。

【0047】

50

本発明に従うエマルション（本明細書に記載されるように測定）は、室温（23）、そして好ましくは40において、好ましくは1ヶ月超、さらに好ましくは2ヶ月超、特に3ヶ月超、そして特に4ヶ月超の期間、安定である。さらに高い温度での安定性が特に重要である場合があり、従って、上記エマルション（本明細書に記載されるように測定）は、50において、好適には1週間超、好ましくは2週間超、さらに好ましくは3週間超、特に1ヶ月超、そして特に2ヶ月超安定である。特に好ましい実施形態では、エマルション形成の際に形成させた液晶が、上記時間及び温度試験型（regime）の際に、ほぼ保たれる。

【0048】

他の多くの成分が、上記エマルション中に含まれ、パーソナルケア又は化粧品用の組成物又は製品を製造することができる。これらの成分は、油性、水性又は不溶性であることができる。

上記材料の例には、次のものが含まれる。

(i) 防腐剤、例えば、パラベンに基づく防腐剤（4-ヒドロキシ安息香酸のアルキルエステル）、フェノキシエタノール、置換ウレア及びヒダントイン誘導体、例えば、Germa ben I I Nipaguard BPX及びNipaguard DMDMHの商品名で市販されるもの、用いられる場合には、好ましくは、全組成物の0.5~2質量%の範囲の濃度で用いられる；

(ii) 香料、全組成物に対して、好ましくは0.1~10質量%の範囲、さらに好ましくは最大約5質量%、用いられる場合には、特に最大約2質量%の濃度で用いられる；

(iii) 保湿剤又は溶媒、例えば、アルコール、ポリオール、例えば、グリセロール及びポリエチレングリコール、用いられる場合には、好ましくは、全組成物の1~10質量%の範囲の濃度で用いられる；

(iv) サンフィルター又は日焼け止め材料、例えば、有機系日焼け止め剤及び/又は無機系日焼け止め剤、例えば、二酸化チタン又は酸化亜鉛に基づくもの、用いられる場合には、全組成物に対して、好ましくは0.1%~20%、さらに好ましくは1~15%、そして特に2~10質量%の範囲の濃度で用いられる；

(v) -ヒドロキシ酸、例えば、グリコール酸、クエン酸、乳酸、リンゴ酸、酒石酸及びそれらのエステル；セルフトンニング剤、例えば、ジヒドロキシアセトン；

(vi) 抗菌剤、特に、にきび抑制成分、例えば、サリチル酸；

(vii) 下記を含むビタミン類及びそれらの前駆体：

(a) ビタミンA、例えば、レチニルパルミテート及び他のトレチノイン前駆体分子

(b) ビタミンB、例えば、パンテノール及びその誘導体、

(c) ビタミンC、例えば、アスコルビン酸及びその誘導体、

(d) ビタミンE、例えば、トコフェロールアセテート、

(e) ビタミンF、例えば、ポリ不飽和脂肪酸エステル、例えば、 ω -リノレン酸エステル；

(viii) スキンケア用の薬剤、例えば、天然材料又は天然セラミドの機能性ミミックのどちらかのセラミド；

(ix) リン脂質、例えば、合成リン脂質又は天然リン脂質、例えば、レシチン；

(x) ベシクル含有配合物；

(xi) ゲルマニウム含有化合物、例えば、UniqemaからArlamol GEOとして市販されるもの；

(xii) 有益なスキンケア特性を有する植物抽出物；

(xiii) スキンホワイトナー、例えば、Uniqemaから市販されるArlatone Dioic DCA（商標）、コジック酸、アルプチン及び同様の物質；

(xiv) 活性なスキンリペアー化合物、例えば、Allantoin及び同様のシリーズ；

(xv) カフェイン及び同様の化合物；

10

20

30

40

50

(xvi) 冷却用添加剤、例えば、メントール又はカンファー；

(xvii) 防虫剤、例えば、N, N - ジエチル - 3 - メチルベンズアミド (D E E T) 及びかんきつ類又はユーカリ油；

(xviii) エッセンシャルオイル；

(xix) エタノール；及び

(xx) 顔料、例えば、超微粒顔料、特に、酸化物及びシリケート、例えば、酸化鉄、特に、被覆酸化鉄、及び/又は二酸化チタン、並びにセラミック材料、例えば、窒化ホウ素、又は他の固形成分、例えば、サスポエマルションを得るためにメイクアップ及び化粧品で用いられ、好ましくは1～15%、さらに好ましくは少なくとも5%、そして特に、約10%の範囲の量で用いられる。

10

【0049】

本発明に従う界面活性剤組成物及びエマルションは、広範囲の組成物及び最終用途、例えば、保湿剤、日焼け止め剤、日焼け後製品 (a f t e r s u n p r o d u c t)、ボディバター、ゲルクリーム、高香料含有製品、香料クリーム、ボディケア製品、ヘアコンディショナー、スキントーニング及びスキンホワイトニング製品、ウォーターフリー製品、制汗剤及びデオドラント製品、タンニング製品、クレンザー、2 - i n - 1 フォーミングエマルション、多重エマルション (m u l t i p l e e m u l s i o n)、防腐剤フリー製品、乳化剤フリー製品、低刺激性 (m i l d) 配合物、スクラブ配合物、例えば、固体ビーズ含有配合物、水中のシリコーン配合物 (s i l i c o n e i n w a t e r f o r m u l a t i o n)、顔料含有製品、スプレー可能エマルション、カラ

20

【0050】

本発明に従う界面活性剤組成物又はエマルションを含む配合物は、広範囲にわたるpH値、好ましくは3～13、さらに好ましくは5～10、そして特に6～8の範囲のpH値を有することができる。

【0051】

好ましい実施形態の一つは、日焼け止め剤として、1種又は2種以上の有機系日焼け止め剤及び/又は無機系日焼け止め剤、例えば、金属酸化物を含むが、好ましくは、少なくとも1種の微粒子二酸化チタン及び/又は酸化亜鉛を含み(特に、水性及び/又は有機、好ましくは水性の状態を上記組成物中に含まれる)、分散液は、T i o v e i l 及び S o l a v e i l C l a r u s (両方とも二酸化チタン)並びにS p e c t o r a v e i l (酸化亜鉛)の商品名でU n i q e m a から購入できる。さらに、上記有機系日焼け止め剤は、好ましい金属酸化物日焼け止め剤と共に用いることができ、そして上記有機系日焼け止め剤は、p - メトキシ桂皮酸エステル、サリチル酸エステル、p - アミノ安息香酸エステル、非スルホン化ベンゾフェノン誘導体、ジベンゾイルメタンの誘導体及び2 - シアノアクリル酸のエステルを含む。有用な有機系日焼け止め剤の具体例には、ベンゾフェノン - 1、ベンゾフェノン - 2、ベンゾフェノン - 3、ベンゾフェノン - 6、ベンゾフェノン - 8、ベンゾフェノン - 12、イソプロピルジベンゾイルメタン、ブチルメトキシジベンゾイルメタン、エチルジヒドロキシプロピルP A B A、グリセリルP A B A、オクチルジメチルP A B A、オクチルメトキシシナメート、ホモサレート (h o m o s a l a t e)、オクチルサリチレート、オクチルトリアゾン (t r i a z o n e)、オクトクリレン、エトクリレン、メンチルアントラニレート、4 - メチルベンジリデンカンファー、ベンゾフェノン4、及びフェニルベンズイミダゾールスルホン酸が含まれる。

30

40

【0052】

驚くべきことに、本発明に従う界面活性剤組成物を含む最終用途の日焼け止め配合物は、改良された耐水性及び/又は太陽光線保護 (S P F 値) を示すことができる。

本明細書では、下記の試験法を用いた。

【実施例】

【0053】

50

(1) 逆相 HPLC による C12 ソルビトールエステルの分析

試験試料を、イソプロピルアルコール/水に溶解させ、そして逆相 C8 カラム及び蒸発光散乱検出器を有する HPLC システム上に注入した。種々のソルビトールエステル及び未反応のポリオールを、水及びアセトニトリルの勾配を用いて溶離し、そしてそれらの保持時間を特定した。定量化は、ピーク面積パーセントに基づく。

【0054】

(a) 試薬

全ての試薬、すなわち、イソプロピルアルコール、アセトニトリル、及び水は、認定された分析用品質に属する(全て BDH 製の「HiPerSolve」)。

【0055】

(b) 装置

用いた HPLC システムは、Polymer Labs PL ELS - 1000 蒸発光散乱検出器及び Chemstation LC ソフトウェアを備え、G1379A デガッサー、G1311A4 基ポンプ、G1313A オートサンプラー及び G1316A カラムオープンを含む Agilent 1100 シリーズであった。用いた他の物質は、28.25 mL のガラスバイアル (VWR 製 215007823)、2 mL のオートサンプラーバイアル (VWR 製 372111102)、11 mm のオートサンプラーバイアル クリンピック (VWR 製 372211134)、11 mm のバイアル クリンピック ツール (VWR 372340544)、使い捨てパストゥールピペット (VWR 製 241259352)、Zorbax Eclipse XDB - C8 HPLC カラム、5 μ m、150 mm 長 \times 4.6 mm 内径 (Part No 993967 - 906) であった。

【0056】

(c) 手順

(i) Agilent 1100 シリーズの HPLC システムに電力を供給して、スイッチを入れる。

(ii) 要求に応じて、溶媒リザーバを補給する。

(iii) Polymer Labs PL ELS - 1000 蒸発光散乱検出器に、電力及び窒素を供給して、スイッチを入れる。

(iv) HPLC コンピュータに電力を供給して、スイッチを入れる。

(v) PL ELS - 1000 検出器用のソフトウェアを立ち上げる。

(vi) 用いた方法は、次のセッティングを有していた；エバポレータ温度 = 85、噴霧器温度 = 60、気流速度 = 1.0 L/分、オートゼロオフセット = 0、及び時間定数 = 0。上記検出器を、使用前に、20 分間安定化させた。

(vii) HPLC 用のソフトウェアを立ち上げる。

(viii) 次のパラメータに従って、方法をセットアップした；溶離剤 A を水とし、溶離剤 B をアセトニトリルとし、勾配は、下記の表 1 の通りであった、流れ = 1.0 mL/分、注入体積 = 20 μ L、カラム温度 = 40、及びランタイム = 40 分。

【0057】

10

20

30

【表 1】

表 1. 勾配

時間 (分)	水	アセトニトリル
0	75%	25%
5	5%	90%
35	5%	90%
35.1	75%	25%
40	75%	25%

10

【0058】

(ix) 約 50 ± 5 mg の試料を、10 mL のイソプロピルアルコール中に溶解させた。必要に応じて、穏やかな加熱を用いて溶解工程を促進した。上記試料が、まだ溶液中に存在しない場合には、上記溶液が透明になるまで、数滴の水を添加した。

(x) 新しいパストールピペットを用いて、2 mL のオートサンプラーバイアルを、上記溶液で満たし、そして上記バイアルを、クランプキャップ及びクリンピングツールを用いて閉じた。

20

(xi) 試料バイアルを、オートサンプラートレイの中に置いた。

(xii) 試料詳細を、入力した。

(xiii) 試料を実行した。

【0059】

(d) 結果

得られたクロマトグラムの全てのピークを、組み込み、そして合計した。ポリオールに関するピーク範囲、次いで、種々のエステルピークを計算し、全ピーク面積のパーセンテージとして表現した（ポリオール及びエステル成分のピークを、LC-MS又はLCの標準的な保持時間によって特定した。）

【0060】

30

(2) 逆相HPLCによるC16/C18ソルビタンエステルの分析

次の事項を除いて、ソルビトールエステルに関する上記(1)記載の手順を用いた。

(i) Inertsil ODS-2 HPLCカラム、5 μ m、250 mm長 \times 4.6 mm内径 (Chrompack Cat. No. 28408) を用いたこと、

(ii) 水の代わりにアセトンを用いたこと、そして

(iii) 次の表2の通りの勾配を用いたこと。

【0061】

【表 2】

表 2. 勾配

40

時間 (分)	アセトニトリル	アセトン
0	90%	10%
25	10%	90%
35	10%	90%
36	90%	10%
40	90%	10%

50

【0062】

(3) エマルション安定性

室温(23)、低温(5)、又は高温(40及び50)における貯蔵の後、上記エマルションを観察して安定性を評価した。50における貯蔵安定性の測定は、非常に過酷な試験である。エマルションの分離が認識できなかった場合には、組成物は安定である。エマルション中の液晶の安定性はまた、偏光を用いて顕微鏡下で観察して評価した。

【0063】

(4) エマルション粘性率

粘性率は、エマルションを作製した1日後に、適切なスピンドル(LV1, LV1, LV3又はLV4 - 試験されるエマルションの粘性率によって決まる)を用いたブルックフィールドLVT粘度計を用いて、6rpm(0.1Hz)、23で測定し、結果をmPa・sで示した。

下記の非限定的な例により、本発明を具体的に説明する。

【0064】

例1

(i) ソルビタンエステル成分の調製

400gのパルミチン酸：ステアリン酸の1：1モルの混合物、290gの70%ソルビトール水溶液、5gの50%NaOH水溶液及び3gの50%亜リン酸水溶液を、スターラー、枝付き蒸留、熱電対、窒素スパージ(sparge)及びサーモスタット電気マントルを取り付けた1Lのフラスコに充填した。反応混合物を、攪拌しながら約245まで加熱し、そして酸価が10mgKOH・g⁻¹未満となり、かつOH価が260mgKOH・g⁻¹未満となるまで、水を留去した。次いで、当該生成物を冷却し、そして排出した。

当該生成物を、本明細書に記載するように分析し、そして当該生成物は、78質量%のC16/C18ソルビタンエステル、18質量%のC16/C18イソソルビドエステル、1質量%未満のC16/C18ソルビトールエステル、及び3質量%のポリオールを含んでいた。

【0065】

(ii) ソルビトールエステル成分の調製

(a) 330gのラウリン酸、390gの70%ソルビトール水溶液及び16gの炭酸カリウムを、スターラー、枝付き蒸留、減圧供給器、熱電対、窒素スパージ及びサーモスタット電気マントルを取り付けた1Lのフラスコに充填した。当該反応混合物を、減圧下で攪拌しながら約180まで加熱し、そして水を留去した。酸価が5mgKOH・g⁻¹未満となるまで、反応を続けさせた。次いで、当該生成物を冷却し、そして排出した。

【0066】

当該生成物を、本明細書に記載の通りに分析した。当該生成物は、7質量%のC12ソルビタンエステル、68質量%のC12ソルビトールエステル、及び25質量%のポリオールを含んでいた。

【0067】

(b) 140gのメチルラウレート、99gの無水ソルビトール及び6gの炭酸カリウムを、スターラー、枝付き蒸留、減圧供給器、熱電対及び油浴中の窒素スパージを取り付けた500mLのフラスコに充填した。当該反応混合物を、減圧下で攪拌しながら約160まで加熱し、そしてメタノールを留去した。当該反応混合物を、減圧下で約3~4時間、透明になるまで160に維持し、単相生成物を生成させた。続いて、さらに1時間、上記減圧を開放し、油浴のスイッチを切り、そして生成物を排出させた。

【0068】

当該生成物を、本明細書に記載の通りに分析した。当該生成物は、2質量%のC12ソルビタンエステル、73質量%のC12ソルビトールエステル、及び25質量%のポリオールを含んでいた。

10

20

30

40

50

【0069】

(c) 減圧なしで窒素スパージを用いる以外は、上記(ii)(b)の手順を繰り返した。当該生成物を、本明細書に記載の通りに分析した。当該生成物は、3質量%のC12ソルビタンエステル、69質量%のC12ソルビトールエステル、及び28質量%のポリオールを含んでいた。

【0070】

(d) 156gのメチルココエート、100gの無水ソルビトール及び5.7gの炭酸カリウムを用いた以外は、上記(ii)(b)の手順を繰り返した。当該生成物を、本明細書に記載の通りに分析した。当該生成物は、1質量%のC12ソルビタンエステル、50質量%のC12ソルビトールエステル、及び35質量%のポリオールを含んでいた。

10

【0071】

(iii) ソルビタンエステル及びソルビトールエステル混合物の調製

上記生成させたソルビタンエステル成分9質量部を、80℃まで加熱し、そして上記生成させたソルビトールエステル成分のうち一つの1質量部を、80℃の温度を維持しながら、攪拌しながら添加した。上記混合させた混合物を、冷たい表面上に落とし、そしてフレークとして取り出した。

【0072】

例2

水中油滴型の冷却乳液(防腐剤フリー)

A	% w / w	20
ARLAMOL HD (商標、Uniqema製)	3	
ARLAMOL E (商標、Uniqema製)	3	
アボカドオイル	5	
Wheat germ oil	2	
Florasun 90	5	
Oxynex LM	0.05	
B		
界面活性剤組成物(例1(iii)で生成)	3.5	
プロピレングリコール	2	
PRICERINE 9091 (商標、Uniqema製)	3	30
水	53.3	
Keltrol F	0.15	
C		
カルボポール ETD 2050 (3% w / w 溶液)	5	
D		
エタノール	15	

【0073】

手順

1. 室温で、相Bの水に、上記Keltrolを分散させる。
2. 均一なゲルが得られたら、Bの残りの成分を添加する。
3. 相Bを、80℃まで加熱する。
4. Ultra Turraxホモゲナイザーを用いて、6,000rpmで30秒間、Bを均一化させる。
5. 80℃で30分間、水浴に戻す。
6. 相Aを、80℃まで加熱する。
7. 800rpmで攪拌しながら、相Cを、相Bに添加する。
8. 800rpmで攪拌しながら、AをBC混合物にゆっくりと添加する。
9. 10,000rpmで1分間、Ultra Turraxを用いて均一化させる。
10. 穏やかに攪拌しながら、室温まで冷却させる。
11. 温度が40℃未満になったら、相Dを添加する。

50

12. NaOH溶液を用いて中和する。

【0074】

例3

水中油滴型のアクアゲルクリーム

A	% w / w	
ESTOL 3603 (商標、Uniqema製)	1.75	
ESTOL 3609 (商標、Uniqema製)	1.75	
ESTOL 1543 (商標、Uniqema製)	1.75	
ARLAMOL E (商標、Uniqema製)	1.75	
B		10
界面活性剤組成物 (例1 (iii) で生成)	2	
ATLAS G-2330	3	
PRICERINE 9091 (商標、Uniqema製)	2.1	
水	81.5	
カルボポール ETD 2050	0.2	
C		
エタノール	3.5	
Nipaguard BPX	0.7	

【0075】

手順

1. 穏やかに攪拌しながら、相Bの冷水に、上記カルボポールを分散させる。
2. Bの残りの成分を添加する。
3. 相Aを、80℃まで加熱する。
4. 相Bを、80℃まで加熱する。
5. Ultra Turraxホモゲナイザーを用いて、6,000rpmで30秒間、80℃でBを均一化させる。
6. 80℃で30分間、温水浴に戻す。
7. 800rpmで攪拌しながら、相Aを、相Bにゆっくりと添加する。
8. 10,000rpmで1分間、Ultra Turraxを用いて均一化させる。
9. 穏やかに攪拌しながら、室温まで冷却させる。
10. 温度が40℃未満になったら、相Cを添加する。
11. NaOH溶液を用いて中和する。

【0076】

例4

水中油滴型のサンケアクリーム

A	% w / w	
ARLACEL 1690 (商標、Uniqema製)	2.5	
ARLAMOL HD (商標、Uniqema製)	2.5	
ESTOL 3603 (商標、Uniqema製)	7	
TIOVEIL 50 FCM (商標、Uniqema製)	5	40
B		
TIOVEIL AQ-G (商標、Uniqema製)	1.25	
Germaben II	0.5	
水	31.25	
C		
界面活性剤組成物 (例1 (iii) で生成)	5	
水	39.1	
Keltrol F	0.4	
TIOVEIL AQ-G (商標、Uniqema製)	5	
D		50

Germaben II

0.5

【0077】

手順

1. 相Aの混合成分を80℃まで加熱する。
 2. 相Bの混合成分を80℃まで加熱する。
 3. 14,000rpmのUltra Turraxホモゲナイザーの下、BをAに添加し、そして5分間、均一化させる。
 4. ブレンドを80℃に戻す。
 5. 室温で、相Cの水に、上記Keltrolを分散させる。
 6. 均一なゲルが得られたら、界面活性剤組成物を添加する。 10
 7. 当該ブレンドを80℃まで加熱する。
 8. 6,000rpmで30秒間、Ultra Turraxを用いて均一化させる。
 9. Cを30分間、80℃に戻す。
 10. 800rpmで攪拌しながら、上記Tioveilを加熱されたCに添加する。
 11. 800rpmで攪拌しながら、ABを、Cにゆっくりと添加する。
 12. 10,000rpmで1分間、Ultra Turraxを用いて均一化させる。
- 。
13. 50rpmで攪拌しながら、室温まで冷却させる。
 14. 温度が40℃未満になったら、Germabenを添加する。
 15. クエン酸溶液を用いて、pH約7まで、中和する。 20

【0078】

例5

水中油滴型の保湿クリーム

A	% w / w	
PRIPURE 3759 (商標、Uniqema製)	5	
ESTOL 3609 (商標、Uniqema製)	5	
ESTOL 3603 (商標、Uniqema製)	5	
MONASIL PCA (商標、Uniqema製)	2	
甘扁桃油	2	
Lanette 22	2	30
Oxynex LM	0.05	
B		
界面活性剤組成物 (例1(iii)で生成)	5.5	
Keltrol F	0.1	
PRICERINE 9091 (商標、Uniqema製)	4	
水	68.65	
C		
Nipaguard BPX	0.7	

【0079】

手順

1. 室温で、相Bの水に、上記Keltrolを分散させる。
2. 均一なゲルが得られたら、Bの残りの成分を添加する。
3. 相Bを、80℃まで加熱する。
4. Ultra Turraxホモゲナイザーを用いて、6,000rpmで30秒間、80℃でBを均一化させる。
5. 80℃で30分間、温水浴に戻す。
6. 相Aを、80℃まで加熱する。
7. 800rpmで攪拌しながら、AをBにゆっくりと添加する。
8. 10,000rpmで1分間、Ultra Turraxを用いて均一化させる。
9. 穏やかに攪拌しながら、室温まで冷却させる。 50

10. 温度が40 未満になったら、Nipaguardを添加する。

【0080】

例6

ウォーターフリーエマルション

A	% w / w	
ARLAMOL HD (商標、Uniqema製)	5	
ARLAMOL E (商標、Uniqema製)	1.2	
Dow Corning 245 流体	2.8	
パラフィン軽油	10	
B		10
界面活性剤組成物 (例1 (iii) で生成)	5.5	
PRICERINE 9091 (商標、Uniqema製)	74.5	
C		
Germaben II	1	

【0081】

手順

1. 相Bを、80 まで加熱する。
2. 6,000rpmで30秒間、Bを均一化させる。
3. Bを30分間、80 に戻す。
4. 相Aを、80 まで加熱する。
5. 800rpmで攪拌しながら、Aを、Bに添加する。
6. 10,000rpmで1分間、Ultra Turraxを用いて均一化させる。
7. 120rpmで攪拌しながら、室温まで冷却させる。
8. 温度が40 未満になったら、Germabenを添加する。

【0082】

例7

水中のシリコンエマルション

A	% w / w	
Dow Corning 345 流体	40	
B		30
界面活性剤組成物 (例1 (iii) で生成)	5.5	
PRICERINE 9091 (商標、Uniqema製)	4	
水	49.7	
C		
Keltrol F	0.1	
D		
Nipaguard BPX	0.7	

【0083】

手順

1. 室温で、水中に、上記Keltrolを分散させる。
2. 均一なゲルが得られたら、相Bの残りの成分を添加する。
3. 当該ブレンドを80 まで加熱する。
4. Bを、30秒間、6,000rpmで均一化させる。
5. 80 で30分間、温水浴にBを戻す。
6. 相Aを、80 まで加熱する。
7. 800rpmの攪拌下で、AをBに添加する。
8. 10,000rpmで1分間、Ultra Turraxを用いて均一化させる。
9. 120rpmで攪拌しながら、室温まで冷却させる。
10. 温度が40 未満になったら、Nipaguardを添加する。

【0084】

例 8

水中油滴型のアクアゲル日焼け止めクリーム

	% w / w	
A		
Dow Corning 245 流体	4	
ESTOL 1543 (商標、Uniqema製)	4	
Dow Corning 200-100 c.St	2	
PRISORINE 2021 (商標、Uniqema製)	5	
MONASIL PCA (商標、Uniqema製)	1.5	
B		
SOLAVEIL CT-200 (商標、Uniqema製)	15	10
C		
界面活性剤組成物 (例 1 (iii) で生成)	5	
カルボポール Ultrez 10	0.2	
Veegum Ultra	0.8	
MONAMATE RMEA 40 (商標、Uniqema製)	0.2	
プロピレングリコール	4	
水	57.7	
D		
水酸化ナトリウム (30% w/w 溶液)	適量	
E		20
芳香剤	0.3	
Liquid Germall plus	0.3	

【0085】手順

1. カルボポールを水に分散させる。完全に分散した後、Veegum Ultraを添加し、そして再分散させる。
2. 相Cの残りの成分を添加し、そして80℃まで加熱する。
3. Cが80℃に達したら、30秒間均一化し、そしてさらに20分間、80℃で加熱する。
4. 相Aの全ての成分を混合し、そして75~80℃まで加熱する。 30
5. 75~80℃の温度を維持し、高せん断混合しながら、相BをAに添加する。
6. 高せん断混合しながら、A/B混合物を、Cに添加し、そして10,000rpmで1分間、均一化させる。
7. 水酸化ナトリウムを用いて、pHを6.5~7.0に調整する。
8. 攪拌しながら、室温まで冷却を続ける。

【0086】

得られた不透明なクリームは、5日、室温(23℃)、及び40℃における貯蔵の後、明確な分離を示さなかった。上記クリームは、50日、1ヶ月の後、明確な分離を示さなかった。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/GB2005/001389

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 A61K7/48 C11D1/66		
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) IPC 7 C11D A61K		
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 practical, search terms used) EPO-Internal, CHEM ABS Data, PAJ, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, X	WO 2004/111168 A (UNICHEMA CHEMIE B.V; GROENHOF, FRANCISCUS, JOHANNES) 23 December 2004 (2004-12-23) page 7, lines 5-19, 34, 35 page 8, line 8 - line 11; claims 1, 9, 10, 13, 14, 17-19	1-23
P, X	DATABASE CA 'Online! CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; 30 July 2004 (2004-07-30), "The use of Arlatone LC in personal care formulations" XP002334226 retrieved from STN Database accession no. 2004:606896 abstract	1-4, 7, 13, 14, 17, 21-23
----- -/--		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.
* Special categories of cited documents:		
<p>*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>*E* earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>*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)</p> <p>*O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>*P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>		<p>*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</p> <p>*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</p> <p>*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.</p> <p>*Z* document member of the same patent family</p>
Date of the actual completion of the international search 30 June 2005		Date of mailing of the international search report 13/07/2005
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Loloiu, C

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/GB2005/001389

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 6 096 325 A (DATE ET AL) 1 August 2000 (2000-08-01) column 1, line 61 - column 2, line 16 column 6, line 14 - line 43; claims; examples	1-23
Y	----- DATABASE CA 'Online! CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; 27 October 1990 (1990-10-27), SATOMI, NOBUYUKI ET AL: "Storage-stable organic peroxide emulsions as initiators for polymerization" XP002334227 retrieved from STN Database accession no. 1990:553266 abstract & JP 02 086836 A2 (NIPPON OILS & FATS CO., LTD., JAPAN) 27 March 1990 (1990-03-27)	1-23
A	----- US 2003/203070 A1 (LIN PETER YAU TAK ET AL) 30 October 2003 (2003-10-30) page 1, paragraph 2 - paragraph 10 page 3, paragraph 54 - page 4, paragraph 66 page 5, paragraph 72 - page 6, paragraph 89; examples 1-4	1-20
A	----- DE 23 35 549 A1 (SHISEIDO CO.LTD) 13 February 1975 (1975-02-13) claim 5; examples 2-6,8-10	1-23
A	----- US 4 022 938 A (ZAKI ET AL) 10 May 1977 (1977-05-10) column 5, line 44 - column 8, line 19	1-20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/GB2005/001389

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2004111168 A	23-12-2004	WO 2004111168 A1	23-12-2004
US 6096325 A	01-08-2000	CA 2155765 A1 CN 1118986 A ,C EP 0793475 A1 JP 8506583 T WO 9417774 A1 US 5674509 A	18-08-1994 20-03-1996 10-09-1997 16-07-1996 18-08-1994 07-10-1997
JP 2086836 A2	27-03-1990	JP 2086836 A JP 2092296 C JP 5073456 B	27-03-1990 18-09-1996 14-10-1993
US 2003203070 A1	30-10-2003	US 2002061354 A1 US 2005008749 A1 AU 2003223341 A1 CA 2478982 A1 EP 1487567 A2 WO 03083023 A2 AU 9507101 A BR 0114188 A CA 2422344 A1 CN 1541069 A EP 1322178 A2 JP 2004509633 T MX PA03002537 A WO 0226050 A2	23-05-2002 13-01-2005 13-10-2003 09-10-2003 22-12-2004 09-10-2003 08-04-2002 22-07-2003 04-04-2002 27-10-2004 02-07-2003 02-04-2004 30-06-2003 04-04-2002
DE 2335549 A1	13-02-1975	JP 1125122 C JP 48103742 A JP 56012608 B	30-11-1982 26-12-1973 23-03-1981
US 4022938 A	10-05-1977	AT 365231 B AT 285475 A AT 381962 B AT 534780 A AU 7986675 A BE 827986 A1 CA 1074963 A1 CA 1069260 A1 CA 1079459 A2 CH 594778 A5 DE 2516104 A1 DK 163675 A ,B, ES 436660 A1 FR 2269601 A1 GB 1504925 A IE 40989 B1 IT 1035289 B LU 72285 A1 NL 7504510 A ,B, SE 7504334 A US 4103047 A US 4085052 A	28-12-1981 15-05-1981 29-12-1986 15-05-1986 14-10-1976 16-10-1975 08-04-1980 08-01-1980 17-06-1980 31-01-1978 30-10-1975 17-10-1975 16-05-1977 28-11-1975 22-03-1978 26-09-1979 20-10-1979 17-03-1976 20-10-1975 17-10-1975 25-07-1978 18-04-1978

 フロントページの続き

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72) 発明者 ベビナカッティ, ハナマンスサ シャンカーサ
イギリス国, クリーブランド ティーエス 17 5 ジーディー, イングルビー バーウィック, ア
ブスレー ウェイ 34

(72) 発明者 デドレン, クリスチャン イェー.
ベルギー国, ベー - 3078 メールビーク, ドルプストラート 144アー

(72) 発明者 ケリー, キャロライン ルイーズ
イギリス国, ノース ヨークシャー ディーエル 6 1 エイチエイチ, ノーザラートン, バンクヘ
ッド クローズ 14

(72) 発明者 ジャクソン, スチュアート
イギリス国, ノース ヨークシャー ティーエス 9 7 イーピー, ストケスレー, グレート プロ
ートン, ローズガース コート 1

F ターム(参考) 4C083 AA122 AB032 AB212 AB242 AC012 AC102 AC121 AC122 AC182 AC352
AC422 AC441 AC442 AC682 AD092 AD152 BB04 CC05 CC19 DD33
EE06 EE07 FF01