

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B1)

(11) 特許番号

特許第6360609号
(P6360609)

(45) 発行日 平成30年7月18日 (2018. 7. 18)

(24) 登録日 平成30年6月29日 (2018. 6. 29)

(51) Int. Cl.

F I

C O 8 L 101/08 (2006. 01)

C O 8 L 101/08

A 6 1 K 8/06 (2006. 01)

A 6 1 K 8/06

A 6 1 K 8/81 (2006. 01)

A 6 1 K 8/81

A 6 1 Q 5/12 (2006. 01)

A 6 1 Q 5/12

A 6 1 Q 1/02 (2006. 01)

A 6 1 Q 1/02

請求項の数 14 (全 47 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2017-224019 (P2017-224019)
 (22) 出願日 平成29年11月21日 (2017. 11. 21)
 審査請求日 平成29年11月24日 (2017. 11. 24)
 (31) 優先権主張番号 特願2017-211829 (P2017-211829)
 (32) 優先日 平成29年11月1日 (2017. 11. 1)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 391066319
 高級アルコール工業株式会社
 千葉県成田市吉岡641-6 大栄工業団地
 (74) 代理人 100102842
 弁理士 葛和 清司
 (74) 代理人 100195419
 弁理士 矢後 知美
 (72) 発明者 大村 孝之
 千葉県成田市吉岡641-6 大栄工業団地 高級アルコール工業株式会社内
 (72) 発明者 花田 奈緒美
 千葉県成田市吉岡641-6 大栄工業団地 高級アルコール工業株式会社内

最終頁に続く

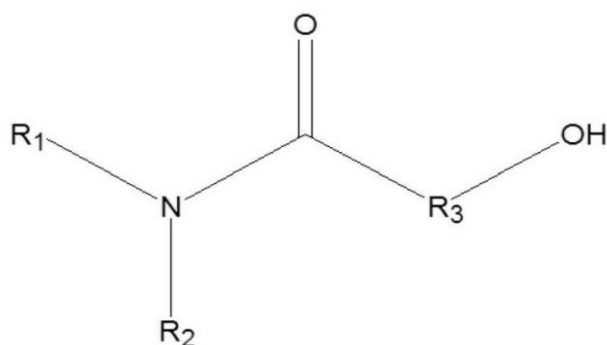
(54) 【発明の名称】 新規複合体および乳化組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式 (I)

【化 1】



(I)

式中、

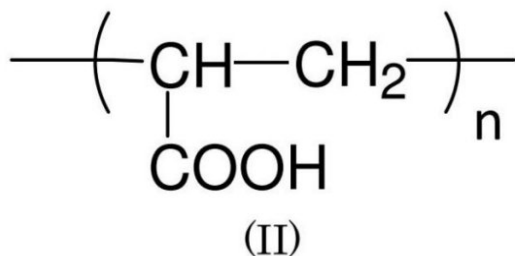
R₁ は、C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₂ は、H、または C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、

R₃ は、直鎖または分岐鎖 C₂ ~ C₂₁ 炭化水素基である、
 で表されるアミドアルコールを含有する剤であって、
 カルボキシビニルポリマーおよび / またはアルキル変性カルボキシビニルポリマーである
 カルボキシル基含有高分子と複合体を形成し、O/W型乳化のために用いられる、前記剤
 。

【請求項 2】

カルボキシル基含有高分子が、式 (II)

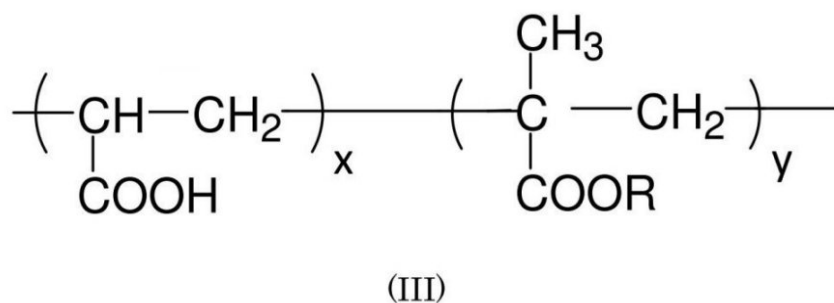
【化 2】



10

式中、n は整数である、
 で表されるカルボキシビニルポリマー、および / または
 式 (III)

【化 3】



20

式中、x および y はそれぞれ独立して整数であり、
 R は C₁₀ ~ C₃₀ アルキル基である、
 で表されるアルキル変性カルボキシビニルポリマーである、請求項 1 に記載の剤。

30

【請求項 3】

式 (I) 中、

R₁ が C₁₀ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、

R₂ が H であり、

R₃ が C₃ ~ C₁₂ 炭化水素基である、

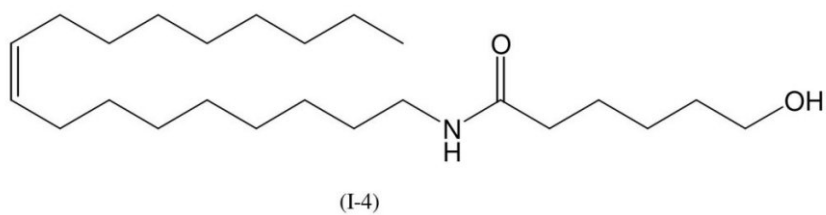
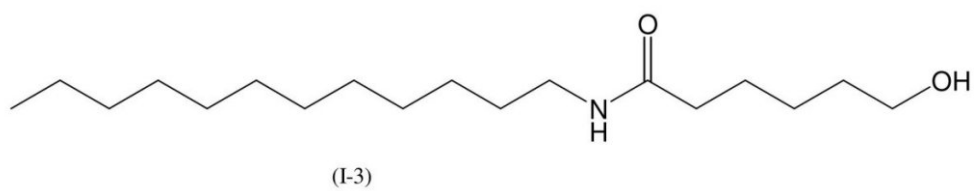
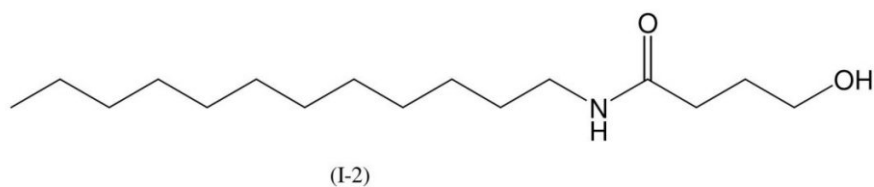
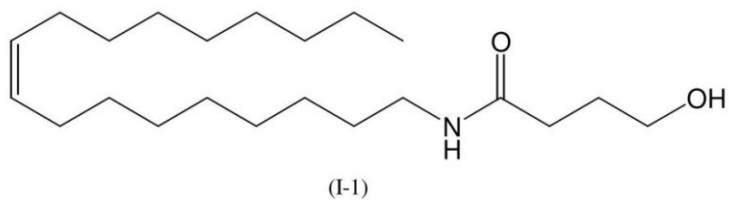
で表されるアミドアルコールを含む、請求項 1 または 2 に記載の剤。

【請求項 4】

アミドアルコールが、

40

【化 4】

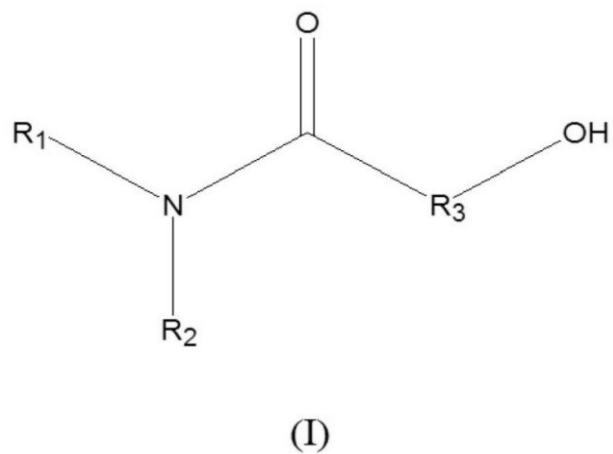


から選択される 1 種または 2 種以上である、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の剤。

【請求項 5】

式 (I)

【化 5】



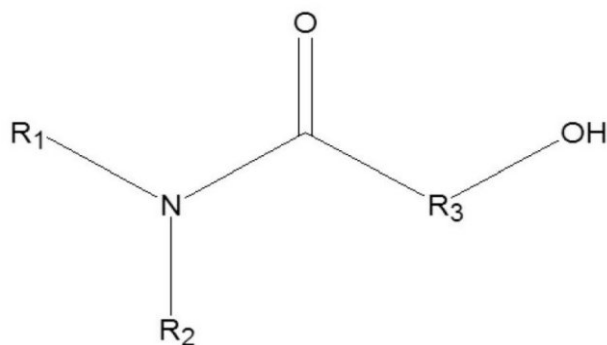
式中、

R₁ は、C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、

R_2 は、H、または C 6 ~ C 22 炭化水素基であり、
 R_3 は、直鎖または分岐鎖 C 2 ~ C 21 炭化水素基である、
 で表されるアミドアルコール、およびカルボキシル基含有高分子を含み、界面活性剤を含まない、O/W型乳化組成物。

【請求項 6】

カルボキシル基含有高分子を含有する水相、および式 (I)



(I)

式中、

R_1 は、C 6 ~ C 22 炭化水素基であり、

R_2 は、H、または C 6 ~ C 22 炭化水素基であり、

R_3 は、直鎖または分岐鎖 C 2 ~ C 21 炭化水素基である、

で表されるアミドアルコールを含有する油相を混合し、混合物にアルカリを添加して中和することにより得られる、O/W型乳化組成物。

【請求項 7】

カルボキシル基含有高分子が、カルボキシビニルポリマーおよび/またはアルキル変性カルボキシビニルポリマーである、請求項 6 に記載の O/W型乳化組成物。

【請求項 8】

式 (I) 中、

R_1 が C 10 ~ C 22 炭化水素基であり、

R_2 が H であり、

R_3 が C 3 ~ C 12 炭化水素基である、

で表される、アミドアルコールを含む、請求項 5 または 6 に記載の O/W型乳化組成物。

【請求項 9】

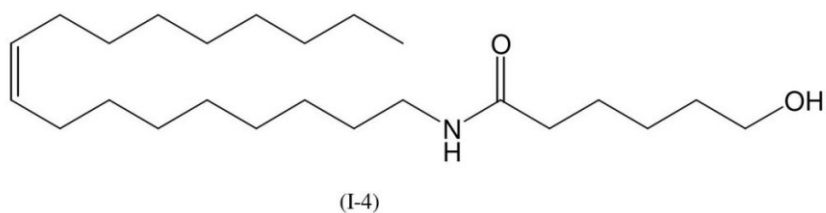
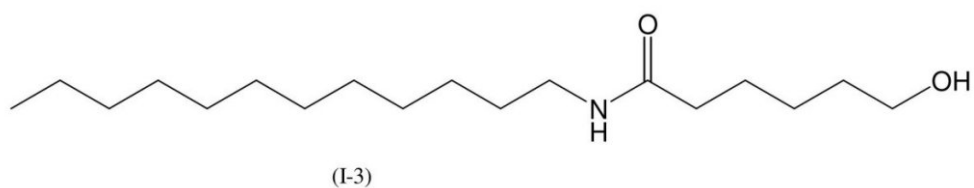
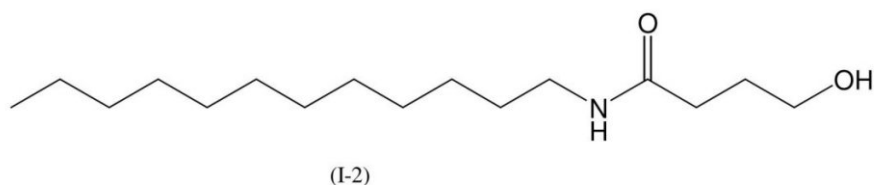
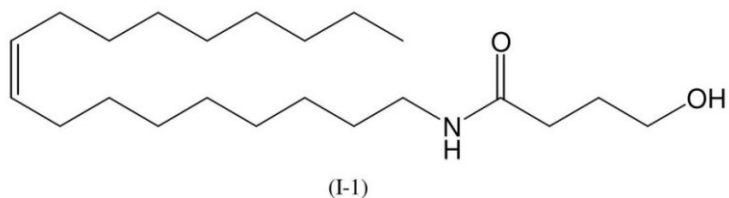
アミドアルコールが、

10

20

30

【化 7】



から選択される 1 種または 2 種以上である、請求項 5 ～ 8 のいずれか一項に記載の O / W 型乳化組成物。

【請求項 10】

式 (I) で表されるアミドアルコールを 0.1 ～ 10.0 質量%、およびカルボキシル基含有高分子を 0.01 ～ 5.0 質量%含む、請求項 5 ～ 9 のいずれか一項に記載の O / W 型乳化組成物。

【請求項 11】

pH が 6.0 ～ 9.0 である、請求項 5 ～ 10 のいずれか一項に記載の O / W 型乳化組成物。

【請求項 12】

カルボキシル基含有高分子を含有する水相、および式 (I)

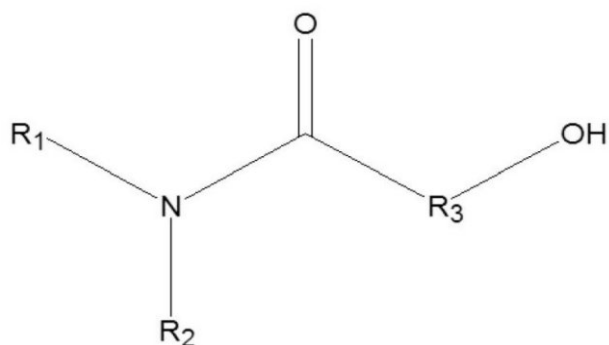
10

20

30

40

【化 8】



(I)

10

式中、

R_1 は、 $C_6 \sim C_{22}$ 炭化水素基であり、

R_2 は、 H 、または $C_6 \sim C_{22}$ 炭化水素基であり、

R_3 は、直鎖または分岐鎖 $C_2 \sim C_{21}$ 炭化水素基である、

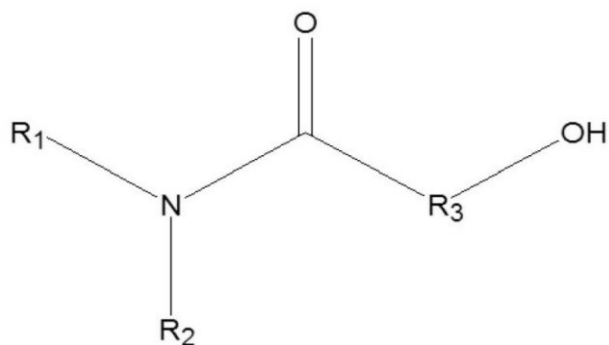
で表されるアミドアルコールを含有する油相を混合し、混合物にアルカリを添加して中和することを含む、 O/W 型乳化組成物の製造方法。

20

【請求項 13】

式 (I)

【化 9】



(I)

30

式中、

R_1 は、 $C_6 \sim C_{22}$ 炭化水素基であり、

R_2 は、 H 、または $C_6 \sim C_{22}$ 炭化水素基であり、

R_3 は、直鎖または分岐鎖 $C_2 \sim C_{21}$ 炭化水素基である、

40

で表されるアミドアルコールと、

カルボキシビニルポリマーおよび/またはアルキル変性カルボキシビニルポリマーであるカルボキシル基含有高分子とが結合してなり、

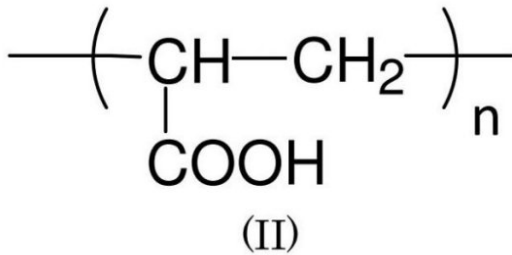
カルボキシレートイオンを有する複合体。

【請求項 14】

カルボキシル基含有高分子が

式 (II)

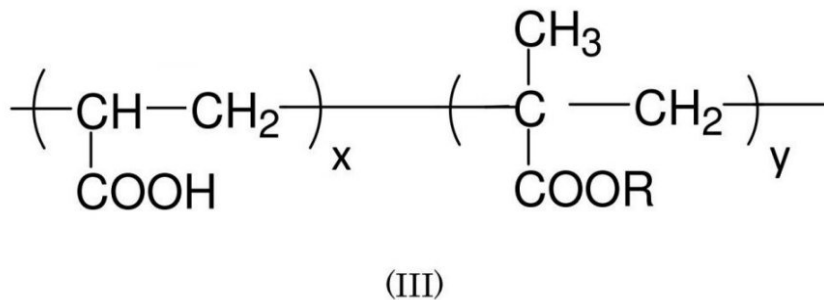
【化 1 0】



式中、n は整数である、
で表されるカルボキシビニルポリマー、および / または
式 (I I I)

10

【化 1 1】



20

式中、x および y はそれぞれ独立して整数であり、
R は C 1 0 ~ C 3 0 アルキル基である、
請求項 1 3 に記載の複合体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、乳化特性を有する新規複合体および乳化組成物に関する。

【背景技術】

30

【0 0 0 2】

一般に乳化物を調製する際、乳化剤として非イオン性界面活性剤やイオン性界面活性剤が使用されている。ところが、乳化される油分は様々な極性を示すことから、安定な乳化物を得るために、まずその油分の極性の度合いいわゆる所要 H L B を求め、それにあわせて上記の界面活性剤を選択し使用することが行なわれている。乳化剤としては多くの場合、H L B の高い親水性乳化剤と H L B の低い親油性乳化剤が組み合わせられて使用されている。

【0 0 0 3】

H L B の高い親水性乳化剤としては、例えば、脂肪酸石けん、アルキル硫酸エステル塩等の陰イオン性界面活性剤、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド等の陽イオン界面活性剤、ポリオキシエチレン鎖長を有しその鎖長の長いポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル等の非イオン界面活性剤等がある。

40

H L B の低い親油性乳化剤としては、例えば、ポリオキシエチレン鎖長の短い非イオン界面活性剤や、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル等の非イオン界面活性剤等がある。

【0 0 0 4】

乳化しようとする油分の所要 H L B は、既に H L B のわかっている非イオン界面活性剤を用いて求めるわけであるが、従来は、高 H L B の界面活性剤と低 H L B の界面活性剤の

50

量比を変化させるなど、非常に複雑な手段を要していた。そして、得られた所要HLBに基づき乳化剤を選択することにより乳化物を調製しているが、実際には安定な乳化物が得られることは少なく、試行錯誤的に実験を繰返さなければならないという問題点があった。

【0005】

このような問題に対して、オレイン酸のアルカノールアミドと陰イオン界面活性剤を含有した乳化剤は、比較的広い所要HLBに対して乳化力を発揮できる事が開示されている（特許文献1）。しかしながら、この界面活性剤を使用した乳化組成物は、皮膚に対する刺激が高いという問題を有している。

【0006】

また、両性界面活性剤及び／又は半極性界面活性剤（以下、両性界面活性剤という）と高級脂肪酸とからなる新規複合体が提案されているが、高級脂肪酸の酸化劣化の匂いが問題となったり、使用性の面において、活性剤を使用しているため、活性剤由来のべたつきを生じたりと、製剤の基本骨格として実用化されている訳ではないのが実状である（特許文献2）。

結局、広範囲の所要HLBをもつ油分に対しても優れた乳化力を発揮し、安定性と使用性を両立することができる乳化剤は未だ得られていないのが現状である。

【0007】

なお、アミドアルコールを包含する第2級アミドは、耐湿性を付与する剤として検討され、これを用いた組成物において、増粘剤として親水性アクリル性ポリマー（カルボキシル基含有高分子）と共に用いられた処方調製されている（特許文献3）。しかしながら、同文献に記載の調製方法では、複合体は形成されず、乳化組成物の調製のためには一般的な乳化剤（界面活性剤）の使用が必要となっている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】特開昭61-114724号公報

【特許文献2】特開平6-65596号公報

【特許文献3】特表平1-502116号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

上述の従来技術における問題に鑑み、本発明は、広範囲の所要HLBをもつ油分に対して、優れた乳化力を発揮する乳化剤を提供することを目的とする。また、本発明は、安定性に優れた乳化物を得ることができる乳化剤をおよび安定な乳化物を提供することを目的とする。さらに、本発明は、使用感に優れた乳化物を得ることができる乳化剤および使用感に優れた乳化物を提供することも目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者は、前記課題を解決するため、鋭意研究を重ねる中で、アミドアルコールと、カルボキシル基を含有する高分子とを用いることにより、乳化が可能であることを発見し、さらに研究を進めた結果、本発明を完成するに至った。

【0011】

すなわち、本発明は、以下[1]～[13]に関する。

[1]

式(I)

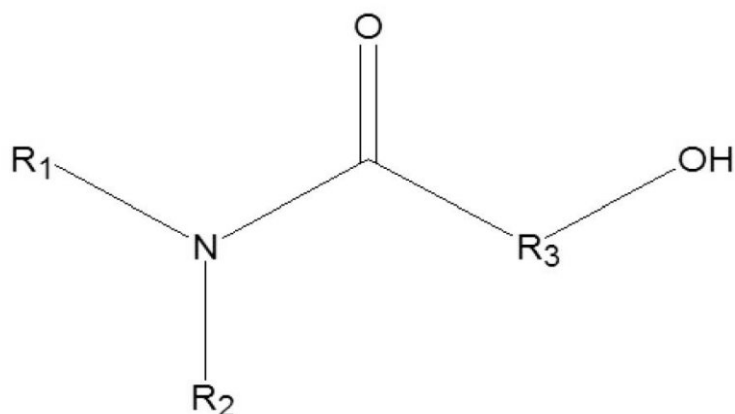
10

20

30

40

【化 1】



10

(I)

式中、

R₁ は、C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₂ は、H、または C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₃ は、直鎖または分岐鎖 C₂ ~ C₂₁ 炭化水素基である、

20

で表されるアミドアルコールと、カルボキシル基含有高分子とが結合してなる、複合体。

[2]

アミドアルコールのアミド結合部分と、高分子のカルボキシル基部分が、水素結合してなる、[1] に記載の複合体。

[3]

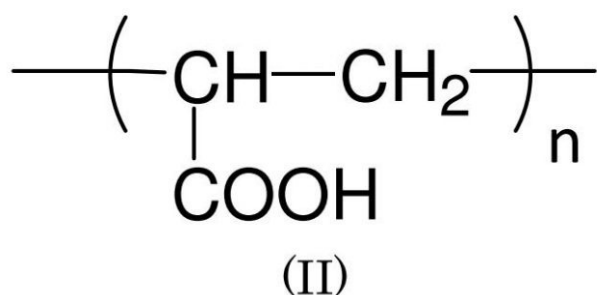
カルボキシル基含有高分子が、カルボキシビニルポリマーおよび / またはアルキル変性カルボキシビニルポリマーである、[1] または [2] に記載の複合体。

[4]

カルボキシル基含有高分子が、式 (I I)

【化 2】

30



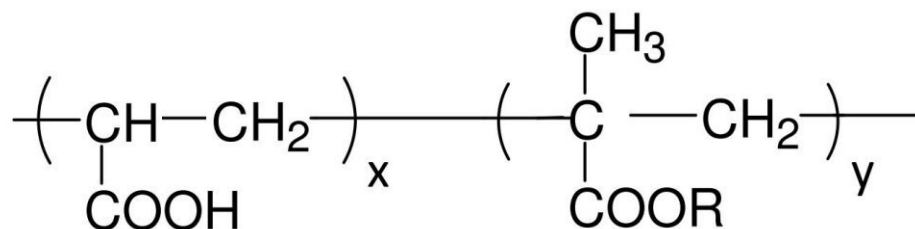
式中、n は整数である、

40

で表されるカルボキシビニルポリマー、および / または

式 (I I I)

【化 3】



(III)

10

式中、x および y はそれぞれ独立して整数であり、

R は C 10 ~ C 30 アルキル基である、

で表されるアルキル変性カルボキシビニルポリマーである、[1] ~ [3] のいずれかに記載の複合体。

[5]

式 (I) 中、

R₁ が C 10 ~ C 22 炭化水素基であり、

R₂ が H であり、

R₃ が C 3 ~ C 12 炭化水素基である、

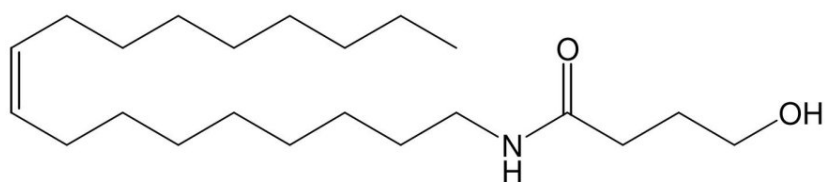
で表されるアミドアルコールを含む、[1] ~ [4] のいずれかに記載の複合体。

20

[6]

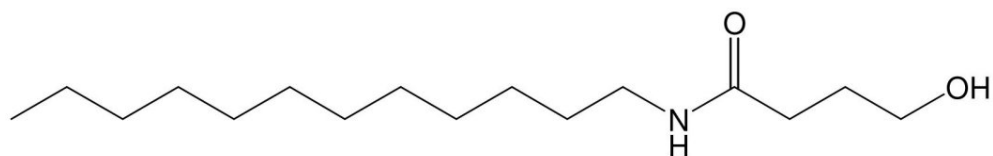
アミドアルコールが、

【化 4】



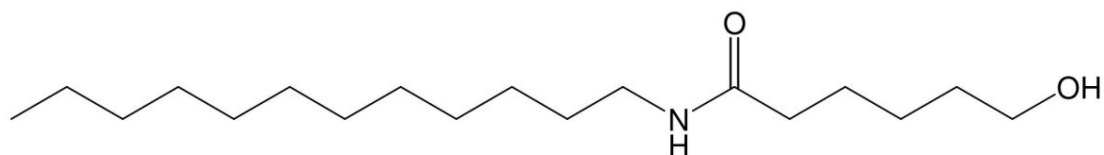
(I-1)

10



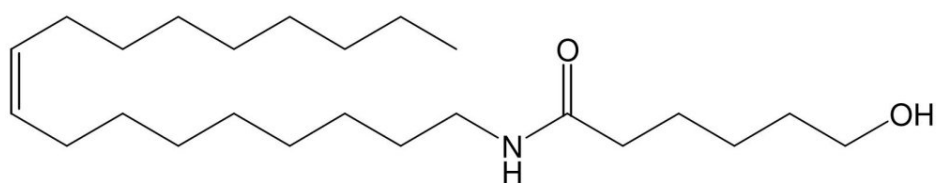
(I-2)

20



(I-3)

30



(I-4)

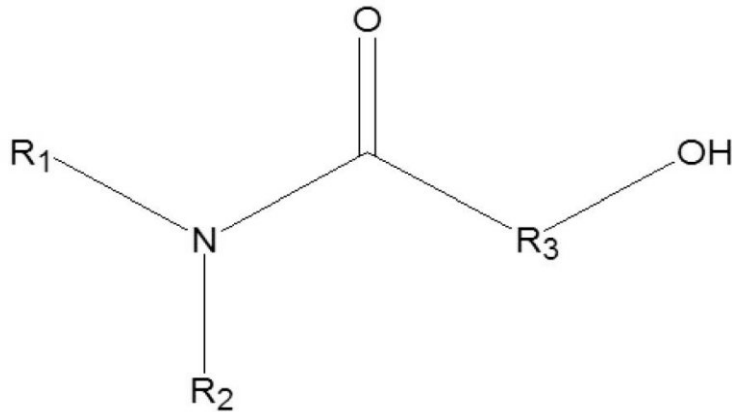
から選択される1種または2種以上である、[1] ~ [5] のいずれかに記載の複合体。

【 0 0 1 2 】

[7]

式 (I)

【化 5】



10

(I)

式中、

R₁ は、C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₂ は、H、または C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₃ は、直鎖または分岐鎖 C₂ ~ C₂₁ 炭化水素基である、

20

で表されるアミドアルコール、およびカルボキシル基含有高分子を含み、界面活性剤を含まない、O/W型乳化組成物。

[8]

カルボキシル基含有高分子を含有する水相、およびアミドアルコールを含有する油相を混合し、混合物にアルカリを添加して中和することにより得られる、O/W型乳化組成物。

[9]

カルボキシル基含有高分子が、カルボキシビニルポリマーおよび/またはアルキル変性カルボキシビニルポリマーである、[7] または [8] に記載の O/W型乳化組成物。

[10]

30

式 (I) 中、

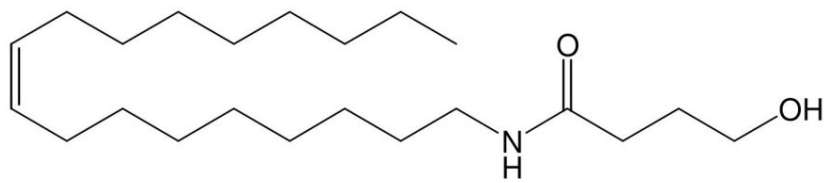
R₁ が C₁₀ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₂ が H であり、R₃ が C₃ ~ C₁₂ 炭化水素基である、

で表されるアミドアルコールを含む、[7] ~ [9] のいずれかに記載の O/W型乳化組成物。

[11]

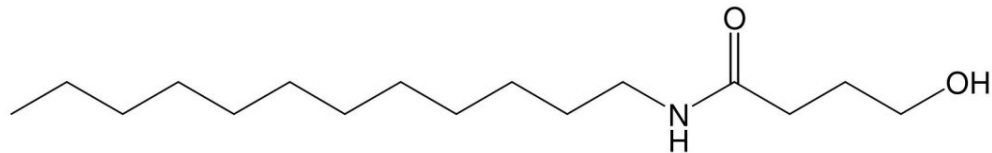
アミドアルコールが、

【化 6】



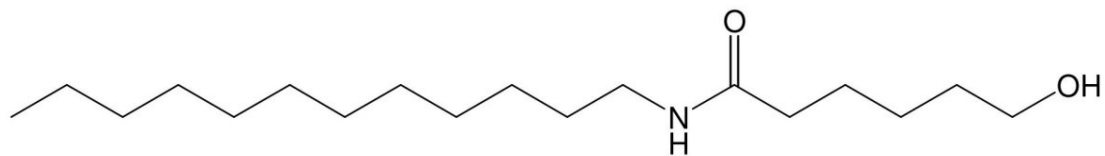
(I-1)

10



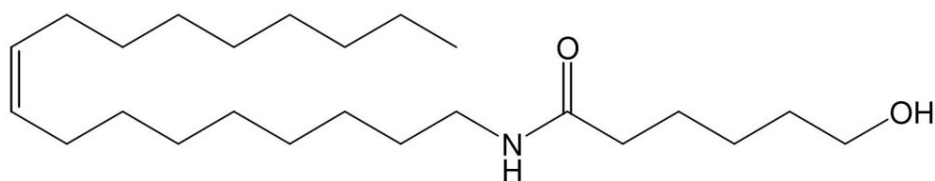
(I-2)

20



(I-3)

30



(I-4)

から選択される 1 種または 2 種以上である、[7] ~ [1 0] のいずれかに記載の O / W 型乳化組成物。

[1 2]

式 (I) で表されるアミドアルコールを 0 . 1 ~ 1 0 . 0 質量 %、およびカルボキシル基含有高分子を 0 . 0 1 ~ 5 . 0 質量 % 含む、[7] ~ [1 1] のいずれかに記載の O / W 型乳化組成物。

40

[1 3]

p H が 6 . 0 ~ 9 . 0 である、[7] ~ [1 2] のいずれかに記載の O / W 型乳化組成物。

[1 4]

カルボキシル基含有高分子を含有する水相、およびアミドアルコールを含有する油相を混合し、混合物にアルカリを添加して中和することを含む、O / W 型乳化組成物の製造方法。

【発明の効果】

【 0 0 1 3 】

50

本発明は、乳化剤として用いることができる新規複合体を提供する。本発明の複合体は、広範囲の所要HLBをもつ油分に対して、優れた水中油型の乳化力を発揮する。また、本発明の複合体は、安定性に優れた乳化物を提供することができる。さらに、本発明は、界面活性剤を使用することなく安定な乳化物を提供することもできる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】基本処方1の中和前および中和後の乳化状態を示す図である。

【図2】アミドアルコール、カルボマーおよび配合製剤（未中和）のFT-IR測定結果を示す図である。

【図3】アミドアルコール、カルボマーおよび配合製剤（中和）のFT-IR測定結果を示す図である。

10

【図4】比較処方1および比較処方2の乳化状態を示す図である。

【図5】比較処方3の中和前および中和後の乳化状態を示す図である。

【図6】比較処方4の中和前および中和後の乳化状態、用いた増粘剤の構造を示す図である。

【0015】

【図7】比較処方6において用いた増粘剤の構造、および比較処方6の中和状態を示す図である。

【図8】比較処方6および比較処方7の乳化状態を示す図である。

【図9】基本処方2の中和前および中和後の乳化状態を示す図である。

20

【図10】実施例3および比較処方8の中和前および中和後の乳化状態を示す図である。

【図11】実施例A、BおよびCの中和前および中和後の乳化状態を示す図である。

【図12】実施例4、8および13の中和前、中和後の乳化状態を示す図である。

【図13】実施例14、19および20の中和前、中和後の乳化状態を示す図である。

【0016】

【図14】オリンパス社製「BX-51」 40倍で観察した実施例1、比較例9および比較例10の乳化状態を示す図である。

【図15】キーエンス社製デジタルマイクロスコープ「VHX-6000」 300倍で観察した実施例1、比較例9および比較例10の乳化状態を示す図である。

【図16】摩擦感テスターによるすべり性を示す図である。

30

【図17】DSC測定結果を示す図である。

【図18】粘弾性測定結果を示す図である。

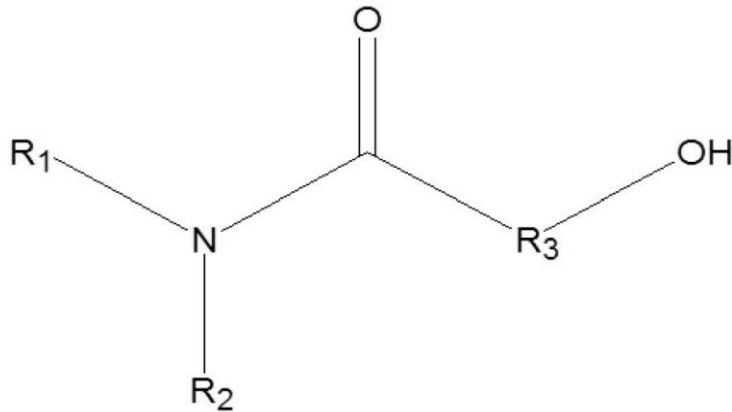
【発明を実施するための形態】

【0017】

成分（A）：アミドアルコール

本発明において用いられるアミドアルコールは、以下の式（I）で表される：

【化 7】



10

(I)

式中

R₁ は、C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₂ は、H、または C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₃ は、直鎖または分岐鎖 C₂ ~ C₂₁ 炭化水素基である。

20

【0018】

本発明の一態様において、式中、R₁ が C₁₀ ~ C₂₂ 炭化水素基であり、R₂ が H であり、R₃ が C₃ ~ C₁₂ 炭化水素基である式 (I) のアミドアルコールが好ましく、R₁ が C₁₂ ~ C₁₈ 炭化水素基であり、R₂ が H であり、R₃ が C₃ ~ C₅ 炭化水素基である式 (I) のアミドアルコールが特に好ましい。

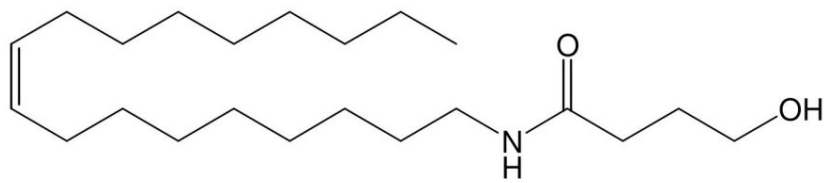
【0019】

本発明の別の態様において、式中、R₁ が直鎖または分岐鎖の不飽和の C₁₀ ~ C₂₂ 炭化水素基；または環状 C₆ ~ C₂₂ 炭化水素基；またはベンジル基またはフェニルエチル基である式 (I) のアミドアルコールが好ましい。

本発明の好ましい態様において、式 (I) のアミドアルコールは、下記式 (I-1) ~ (I-4) の構造を有する：

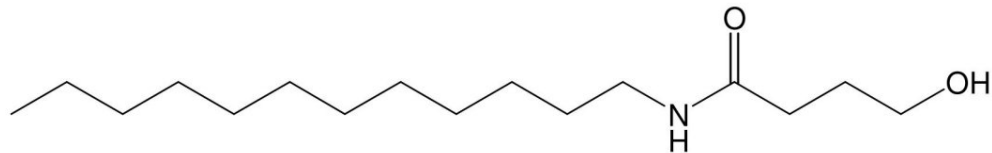
30

【化 8】



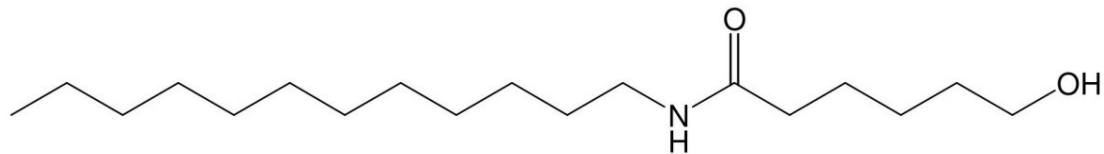
(I-1)

10



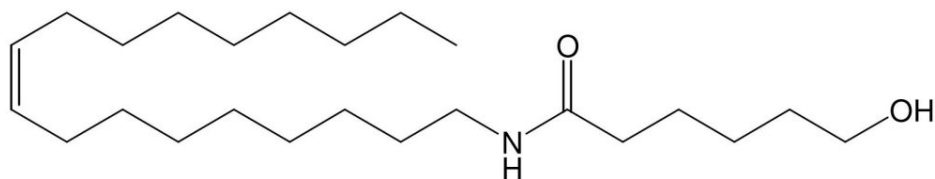
(I-2)

20



(I-3)

30



(I-4)

【 0 0 2 0 】

本明細書において「炭化水素基」は特別の定めのない限り、飽和または不飽和の、直鎖、分岐鎖または環状であるか、または直鎖または分岐鎖と環状の組み合わせであり得、例えば、ベンジル基、フェニルエチル基などの直鎖または分岐鎖の炭化水素部分および環状の炭化水素部分とからなる炭化水素基を含む。

40

すなわち、 R_1 および R_2 における、 $C_6 \sim C_{22}$ 炭化水素基は、直鎖、分岐鎖または環状の $C_6 \sim C_{22}$ 炭化水素基、または直鎖または分岐鎖の炭化水素部分および環状の炭化水素部分とからなる $C_6 \sim C_{22}$ 炭化水素基を含み、例として、シクロヘキシル、デカヒドロナフチル、テトラヒドロジシクロペンタジエン、ステロール、フェニル、ナフチル、アントラセニルなどの環状基、エチルヘキシル、イソステアリル、オクチルドデシルなどの分岐アルキル基やジメチル、トリメチル、テトラメチルなどの多分岐アルキル基、ヘキシル、オクチル、ラウリル、ミリスチル、セチル、ステアリル、アラキル、ベヘニルなどの直鎖アルキル基、オレイル、エライジルなどのアルケニル基などが挙げられる。

【 0 0 2 1 】

本発明の一態様において、 R_1 は、シクロヘキシル、エチルヘキシル、オクチル、ラウ

50

リル、ミリスチル、ステアシル、オレイル、ベンジルまたはフェニルエチルであることが好ましく、ラウリルおよびオレイルが特に好ましい。

本発明の一態様において、 R_2 はHであることが好ましい。

【0022】

R_3 における炭化水素基は環状構造を有しない、直鎖または分岐鎖 $C_2 \sim C_{21}$ 炭化水素基であり、例としては、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、エチルヘキシルなどアルキル基、ブチレン、ペンチレン、ヘキシレン、ヘプチレンなどのアルケニル基が挙げられる。

本発明の一態様において、 R_3 は、プロピレン、ブチレン、ペンチレンまたはヘキシレンであることが好ましい。

10

【0023】

アミドアルコールは、公知の合成方法を使用して製造することができる。

例えば、

酸塩化物とアミンのアミノリシス反応（ショッテン・パウマン反応）、
無水脂肪酸とアミンのアミノリシス反応、
メチルエステルとアミンのアミノリシス反応、
脂肪酸とアミンのアミノリシス反応、
ラクトンとアミンのアミノリシス反応、
等が挙げられる。

具体的には例えば特願 2016-114276 に記載されている方法により合成することができる。

20

【0024】

成分（B）：カルボキシル基含有高分子

本発明において用いられるカルボキシル基含有高分子、分子中にカルボキシル基を有する高分子であれば特に限定されず、典型的には分子量が50万～300万である高分子である。

カルボキシル基含有高分子は、アルカリ性物質で中和することにより水溶性となり、一般的には増粘剤として使用されている。

【0025】

カルボキシル基含有高分子の例としては、カルボキシビニルポリマー、およびアクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体等のアルキル変性カルボキシビニルポリマー、アクリル酸アルキル・メタクリル酸アルキルポリオキシエチレンエステル共重合体、アクリル酸アルキル・イタコン酸アルキルポリオキシエチレンエステル共重合体、ステアレス-10アリルエーテル・アクリル酸アルキル共重合体等のアクリル系ポリマー、メチルビニルエーテル・無水マレイン酸・デカジエン共重合体等の非アクリル系ポリマーが挙げられる。

30

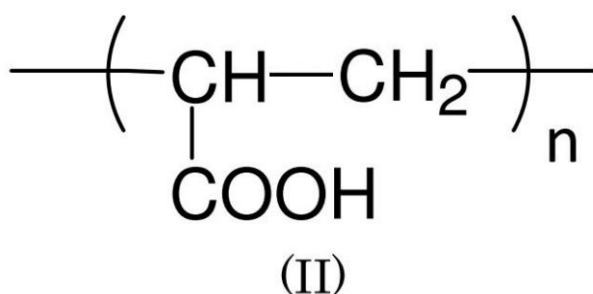
カルボキシル基含有高分子として、カルボキシビニルポリマーおよびアルキル変性カルボキシビニルポリマーが特に好ましい。

【0026】

カルボキシビニルポリマーは、カルボマー（INCI名：Carbomer）とも呼ばれ、以下の式（II）で表される構造を有するポリマーである：

40

【化9】



50

式中、

n は整数であり、典型的には 40 ~ 100 である。

【 0 0 2 7 】

具体的には、

Acritamer 934 (Rita Corporation)	
Acritamer 940 (Rita Corporation)	
Acritamer 941 (Rita Corporation)	
Acritamer 990 (Rita Corporation)	
Acritamer 501E (Rita Corporation)	
Acritamer 504E (Rita Corporation)	10
Acritamer 505E (Rita Corporation)	
AEC Carbomer 940 (A & E Connock (Perfumery & Cosmetics) Ltd.)	
Aqupec HV-501 (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-504 (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-505 (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-501E (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-504E (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-505E (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-801E (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-805E (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	20
Aqupec HV-505ED (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-801EG (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	
Aqupec HV-805EG (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)	

【 0 0 2 8 】

Carbopol Clear Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol ETD 2050 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol 934 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol 940 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol 941 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol 980 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	30
Carbopol 981 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol 2984 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol 5984 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol Ultrez 10 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
Carbopol Ultrez 30 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)	
CustoPoly J 100 (Custom Ingredients, Inc.)	
CustoPoly J 300 (Custom Ingredients, Inc.)	
CustoPoly J 400 (Custom Ingredients, Inc.)	

【 0 0 2 9 】

Easygel DO (3V Sigma USA Inc.)	40
Flogel 700 (SNF SAS)	
Flogel 1000 (SNF SAS)	
Junlon PW-110 (Nihon Junyaku Company, Ltd.)	
Junlon PW-111 (Nihon Junyaku Company, Ltd.)	
Junlon PW-302S (Nihon Junyaku Company, Ltd.)	
Polacril 40 (Lehvoss Italia s.r.l.)	
Polygel CA (3V Sigma USA Inc.)	
Polygel CB (3V Sigma USA Inc.)	
Polygel CS (3V Sigma USA Inc.)	
Polygel DV (3V Sigma USA Inc.)	50

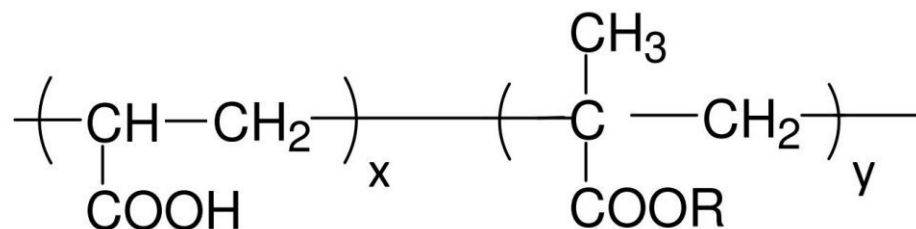
Polygel TG (3V Sigma USA Inc.)
 SuperGel CE (Sino Lion USA)
 Synthalen K (3V Sigma USA Inc.)
 Synthalen L (3V Sigma USA Inc.)
 Synthalen M (3V Sigma USA Inc.)
 Tego Carbomer 134 (Evonik Nutrition & Care GmbH)
 Tego Carbomer 140 (Evonik Nutrition & Care GmbH)
 Tego Carbomer 141 (Evonik Nutrition & Care GmbH)
 Tego Carbomer 340 FD (Evonik Nutrition & Care GmbH)
 の商品名で市販されているカルボキシビニルポリマーが挙げられる。

10

【 0 0 3 0 】

アルキル変性カルボキシビニルポリマーは、アクリル酸および／またはメタクリル酸と、それらのアクリル酸アルキルおよび／またはメタクリル酸アルキルとの共重合体である。

アルキル変性カルボキシビニルポリマーの具体例としては、アクリレート／アクリル酸アルキル (C 1 0 - 3 0) クロスポリマー (I N C I 名 : Acrylates/C10-30Alkyl Acrylates Crosspolymer、アクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体とも呼ばれる)、以下の式 (III) で表される構造を有するポリマーが挙げられる：



20

(III)

式中、

R は C 1 0 ~ 3 0 アルキル基であり、

30

x および y は整数であり、それぞれ任意に 1 以上の整数から選択することができ、典型的には、x + y = 4 0 ~ 1 0 0 であり、
 y が 2 以上である場合には、R は同一であっても、異なってもよい。

【 0 0 3 1 】

具体的には、

Acritamer 501ED (Rita Corporation)
 Acritamer 505ED (Rita Corporation)
 Aqupec HV-701EDR (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)
 Aqupec HV-501ER (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)
 Aqupec SER W-150C (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)
 Aqupec SER W-300C (Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)
 Carbopol ETD 2020 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)
 Carbopol 1342 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)
 Carbopol 1382 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)
 Carbopol SC 200 (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)
 Carbopol SC 500 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)
 Carbopol Ultrez 20 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)
 Carbopol Ultrez 21 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)
 Carbopol Xtra-11 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)
 Pemulen EZ-4U Polymeric Emulsifier (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)

40

50

Pemulen TR-1 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)

Pemulen TR-2 Polymer (Lubrizol Advanced Materials, Inc.)

Tego Carbomer 341 ER (Evonik Nutrition & Care GmbH)

TEGO Carbomer 750 HD (Evonik Nutrition & Care GmbH)

の商品名で市販されているアルキル変性カルボキシビニルポリマーが挙げられる。

【0032】

本発明において「複合体」は、アミドアルコールおよびカルボキシル基含有高分子から形成される複合体を意味する。

複合体は、カルボキシル基含有高分子の水溶液に、アミドアルコールを添加し、次いでアルカリで中和することにより、形成することができる。

10

【0033】

アミドアルコールのアミド結合部と、高分子のカルボニル基とが水素結合を形成し、カルボキシル基の一部が COO^- となり親水性を有することにより、乳化能を発揮すると考えられる。

したがって、いかなる理論にも拘束されないが、本発明の複合体は、アミドアルコールのアミド結合部分と、高分子のカルボニル基とが結合、より具体的には水素結合して複合体を形成していると考えられる。

【0034】

本発明において「O/W型乳化物」とは、水中油型の乳化物、すなわち水性成分を含む連続相に、油性成分が分散した乳化物である。

20

O/W型乳化物は、カルボキシル基含有高分子を含む水相に、アミドアルコールを含む油相を分散させ、アルカリで中和することにより調製することができる。

【0035】

本発明の一態様において、O/W型乳化物は、あらゆる用途に用いることができるが、典型的には、医薬品、医薬部外品、化粧品などの外用剤に用いることができる。

本発明のO/W型乳化物は、薬剤を含む皮膚外用剤などの医薬品；薬用化粧品などの医薬部外品；ゲル状化粧水、乳液、クリーム、美容液、日焼け止め、日中用保湿剤などのスキンケア化粧品；ファンデーション、メーキャップ下地、アイシャドウ、マスカラ、などのメイクアップ化粧品、ヘアトリートメントなどのヘアケア化粧品などの様々な形態の製品に使用することが可能である。

30

【0036】

<油性成分>

本発明のO/W型乳化物に用いられる油性成分は、化粧品などに一般的に用いられる成分であれば特に限定されないが、例としては、動植物油脂、炭化水素油、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル油、シリコーン油などの油剤が挙げられ、これらを単独で、または2種以上組み合わせ用いることができる。

【0037】

動植物油脂または水添動植物油脂としては、例えば、アボガド油、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カヤ油、キョウニン油、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、ナタネ油、胚芽油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマワリ油、ブドウ油、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシルなどが挙げられる。

40

【0038】

炭化水素油としては、例えば、オゾケライト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、イソパラフィン、パラフィンワックス、流動パラフィン（ミネラルオイル）、プリスタン、ポリイソブチレン、ポリイソブテン、水添ポリイソブテン、マイクロクリス

50

タリンワックス、ポリエチレンワックス、ワセリンなどが挙げられる。

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、イソステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸（EPA）、ドコサヘキサエン酸（DHA）、イソステアリン酸などが挙げられる。

高級アルコールとしては、例えば、ミリスチルアルコール、セタノール、ステアリルアルコール、アラキジルアルコール、ベヘニルアルコール、水添ナタネ油アルコールなどが挙げられる。

【0039】

エステル油としては、例えば、モノエステルではイソノナン酸エステルであるイソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシルなど、2-エチルヘキサン酸であるエチルヘキサン酸セチル、エチルヘキサン酸ヘキシルデシルなど、ミリスチン酸エステルであるミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸イソセチル、ミリスチン酸オクチルドデシルなど、イソステアリン酸エステルであるイソステアリン酸エチル、イソステアリン酸イソプロピル、イソステアリン酸ヘキシルデシル、イソステアリン酸イソステアリル、イソステアリン酸コレステリル、イソステアリン酸フィトステリルなど、乳酸エステルである乳酸イソステアリル、乳酸オクチルドデシルなど、オレイン酸エステルであるオレイン酸オレイル、オレイン酸フィトステリル、オレイン酸オクチルドデシルなど、ネオペンタン酸エステルであるネオペンタン酸イソデシル、ネオペンタン酸イソステアリルなど、パルミチン酸エステルであるパルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸エチルヘキシルなど、その他にはネオデカン酸オクチルドデシル、リシノレイン酸オクチルドデシル、エルカ酸オレイル、エルカ酸オクチルドデシル、ラウロイルサルコシンイソプロピルなどが挙げられる。

【0040】

ジエステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸ジイソプロピル、コハク酸ジエチルヘキシル、ジイソノナン酸ネオペンチルグリコール、ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、リンゴ酸ジイソステアリル、ジリノール酸ジイソプロピル、ジオクタン酸エチレングリコール、ステアロイルオキシステアリン酸オクチルドデシル、セバシン酸ジイソプロピル、ラウロイルグルタミン酸ジ（コレステリル／オクチルドデシル）、ラウロイルグルタミン酸ジ（フィトステリル／オクチルドデシル）などが挙げられる。

トリエステル油としては、トリエチルヘキサノイン、トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル、トリアイソステアリン、トリアイソステアリン酸トリメチロールプロパンなどが挙げられる。

テトラエステル油としては、テトラエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル、テトライソステアリン酸ペンタエリスリチルなどが挙げられる。

【0041】

ポリエステル油としては、ポリグリセリン脂肪酸エステルであるイソステアリン酸ポリグリセリル-2、ジイソステアリン酸ポリグリセリル-2、トリアイソステアリン酸ポリグリセリル-2、テトライソステアリン酸ポリグリセリル-2などが挙げられる。

高粘性のエステル油としては、イソステアリン酸水添ヒマシ油、ダイマージリノール酸水添ヒマシ油、（イソステアリン酸ポリグリセリル-2／ダイマージリノール酸）コポリマー、ダイマージリノール酸（フィトステリル／イソステアリル／セチル／ステアリル／ベヘニル）、ダイマージリノール酸ダイマージリノレイルビス（フィトステリル／ベヘニル／イソステアリル）、ダイマージリノール酸ジ（イソステアリル／フィトステリル）、ダイマージリノレイル水添ロジン縮合物、ジイソステアリン酸ダイマージリノレイル、ダイマージリノール酸ダイマージリノレイル、ラウロイルグルタミン酸ジ（コレステリル／ベヘニル／オクチルドデシル）、ラウロイルグルタミン酸ジ（オクチルドデシル／フィトステリル／ベヘニル）、ミリストイルメチルアラニン（フィトステリル／デシルテトラデシル）などが挙げられる。

【 0 0 4 2 】

シリコン油としては、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、アルキル変性オルガノポリシロキサン、末端変性オルガノポリシロキサン、フッ素変性オルガノポリシロキサン、アモジメチコン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、揮発性シリコン、アルキルジメチコン、シクロペンタシロキサンなどが挙げられる。

【 0 0 4 3 】

本発明の一態様において、O/W型乳化物における油性成分の配合量は特に限定されないが、使用性の観点から、1.0質量%～30.0質量%、好ましくは2.0～20.0質量%、より好ましくは5.0～15.0質量%であり得る。

【 0 0 4 4 】

< 水性成分 >

本発明のO/W型乳化物に用いられる水性成分は、化粧品などに一般的に用いられる成分であれば特に限定されないが、例としては、精製水、イオン交換水などの水；BG(1,3-ブチレングリコール)、PG(プロピレングリコール)、グリセリン、エタノールなどの低級アルコールなどが挙げられ、これらを単独で、または2種以上組み合わせて用いることができる。

本発明の一態様において、O/W型乳化物における水性成分の配合量は特に限定されないが、使用性の観点から、1.0～5.0質量%、好ましくは3.0～20.0質量%、より好ましくは5.0～15.0質量%であり得る。

【 0 0 4 5 】

< 中和剤 >

本発明のO/W型乳化物の調製に用いられる中和剤は、化粧品などに一般的に用いられるアルカリ性の成分であれば特に限定されないが、例としては、水酸化カリウム、トリエタノールアミン、水酸化ナトリウム、L-アルギニン、リシンなどの塩基性アミノ酸、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノールなどが挙げられ、これらを単独で、または2種以上組み合わせて用いることができる。

中和剤の配合量は、中和剤の種類および乳化物全体の組成により適宜選択できるが、典型的には、0.01～1.0質量%程度である。

【 0 0 4 6 】

< 界面活性剤 >

本明細書において「界面活性剤」とは、一分子の中に親水基および疎水基の両方を有する化合物を意味し、必要に応じてO/W型乳化物にも適宜添加することができる。

本発明の一態様において、本発明の複合体が乳可能を有することから、好ましくはO/W型乳化物は界面活性剤を実質的に含まない。これにより、刺激の少ない乳化剤を提供することができる。

ここで、「実質的に含まない」とは、O/W型乳化物全体の乳化に十分な量で界面活性剤を含まないことを意味する。また、本発明において「界面活性剤を実質的に含まない」とは、界面活性剤を全く含まないか、乳化しない量で含むことを意味する。乳化しない量は、当業者が組成にしたがって、適宜決定することができ、例えば、一態様においては、2.0質量%未満であり、別の態様においては、0.2質量%未満、0.02質量%未満などであり得る。

本発明の特別な態様において、コンディショニング用組成物はカチオン界面活性剤などの界面活性剤を実質的に含まないO/W型乳化組成物である。

【 0 0 4 7 】

< その他の成分 >

本発明の乳化物は、化粧品などの外用剤に化粧品などに用いられるあらゆる成分を含み得る。

これらの追加の成分の例としては、メトキシケイヒ酸エチルヘキシル、ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシルなどの紫外線吸収剤；パルミチン酸デキストリン、キサンタンガムなど増粘剤・ゲル化剤；酸化防止剤、防腐剤などの品質保持成分；皮膚

10

20

30

40

50

軟化剤（エモリエント）；美白剤、抗シワ剤、抗酸化剤などの薬用成分・有効成分；香料、顔料、色素などの着色剤などが挙げられる。

【0048】

O/W型乳化物における成分（A）の配合量は、使用する油剤の種類や量、求められる粘度等に依存して適宜選択することができるが、典型的には0.1～10.0質量%であり、好ましくは、0.5～8.0質量%、さらに好ましくは、1.0～5.0質量%である。

O/W型乳化物における成分（B）の配合量は、使用する油剤の種類や量、乳化組成物に求める粘度等に依存して適宜選択することができるが、0.01～5.0質量%、好ましくは、0.05～3.0質量%、さらに好ましくは、0.1～2.0質量%である。

10

上記配合量とすることにより、本発明における成分Aと成分Bとからなる複合体の水中油型の使用性と安定性が良好な乳化組成物を得るのに、十分な量となる。

【0049】

なお、本発明のO/W型乳化物のpHは適宜選択できるが、pH5.0～10.0程度であることが好ましく、pH5.0～8.0程度であることがより好ましい。いかなる理論にも拘束されないが、pHをこの範囲内とすることにより、成分Aと成分Bとが適度に水素結合して複合体が形成され、かつカルボキシル基の解離が適度となり、優れた乳化能がもたらされると考えられる。

本発明のO/W型乳化物の粘度は、目的とする製品の特性に依存して適宜選択できる。

本発明の一態様において、クリーム状の乳化物を得る観点から、10,000mP・sより高い粘度を有することが好ましく、乳液状の乳化物を得る観点からは、300～10,000mP・s程度の粘度を有することが好ましい。

20

本発明の一態様において、O/W型乳化物を化粧品として使用する観点から、乳化物の粘度は、300～1,000,000mP・sの範囲内で適宜選択できる。

【0050】

以下、本発明を実施例に基づいて、更に詳細に説明するが、本発明は、これらの実施例に限定されるものではなく、本発明の技術的な思想を逸脱しない範囲で種々の変更が可能である。なお、本明細書において、特に明示しない場合には、%は質量%を意味する。

【実施例】

【0051】

30

【表 1】

表 1：カルボキシル基含有高分子およびアミドアルコールを用いた処方

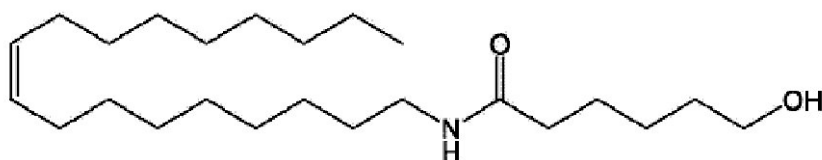
分類	原料名	基本処方 (%)
基剤	(1)イオン交換水	69.0
保湿剤	(2)グリセリン	5.0
	(3)1,3-ブチレングリコール	3.0
成分B	(4)カーボポール ETD2050	1.0
油剤	(5)スクワラン	12.0
成分A	(6)アミドアルコール*	2.0
油剤	(7)水添ナタネ油アルコール	3.5
中和剤	(8)水酸化カリウム(10%水溶液)	4.5
	合計	100.0
	乳化粒子径(μm)	~5(10)
	粘度(mPa·s) S64,12rpm	942000
	pH	6.85

【0052】

乳化粒子径の表記の仕方であるが、~5(10)とは、平均的には5 μm 以下であるが、所々に10 μm 程度のものが点在するという意味である。以下、同様な意味合いで表記する。

*成分Aとして、式(I)中、 R_1 が不飽和C18アルキル(オレイル)、 R_2 がH、 R_3 がC5である、下記構造(I-4)を有するアミドアルコールを使用した。

【化11】



(I-4)

本明細書において上記アミドアルコールを「アミドアルコールOLH」とも称する。

【0053】

(製法)

(1)~(4)を80で均一に攪拌溶解し水相を得た。一方で、(5)~(7)を80で均一に攪拌溶解し、油相を得た。得られた水相および油相を混合して均一に溶解し、80で、ディスパーにて攪拌し混合物を調製した。混合物を攪拌しながら(8)を添加し、水中油型の乳化組成物を得た。

【0054】

(評価)

1. 顕微鏡観察による乳化粒子径の測定

オリンパス社製「BX-51」用いて400倍で観察し、中和前の混合物および中和後の乳化物の乳化粒子径をそれぞれ評価した。結果を図1に示す。

中和後の乳化物の乳化粒子径は平均しておおよそ5 μm 以下(まれに10 μm 程度の油滴あり)であり、非常に安定な乳化物が得られていると言える。

また、45の恒温槽で1ヶ月間保存し、1ヶ月後に目視で観察したところ、乳化状態に変化は見られず、保存安定性も良好であった。

【0055】

2. 粘度

ブルックフィールド粘度計、S63、S64の2種類のSPINDLEを粘度に応じて適宜使用し、回転速度は12rpmにて測定した。粘度は942,000 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ であった。クリーム状の化粧組成物等に適した粘度の乳化物を提供できると言える。

3. pH

HOLIBA社製pHメータ LAQUA act pH/ORP METER D-72でpHを測定した。乳化物のpHは6.85であった。化粧組成物に好適なpHにおいて、安定な乳化物を提供できると言える。

【0056】

基本処方の乳化物を観察しやすいように下記表2に記載の単純処方を調製した。

【0057】

【表2】

表2：単純系処方

分類	原料名	単純系処方 (未中和)	単純系処方 (中和)
基剤	イオン交換水	50.0	50.0
増粘剤	カーボポール ETD2050	1.0	1.0
油剤	スクワラン	12.0	12.0
成分A	アミドアルコールOLH	2.0	2.0
中和剤	水酸化カリウム(10%水溶液)	—	4.5
	合計	65.0	69.5
	乳化粒子径(μm)	—	~5(10)
	粘度($\text{mPa}\cdot\text{s}$) S64,12rpm	—	942000
	pH	3.07	6.85

【0058】

未中和および中和の2つの組成物を各々25で2週間自然乾燥させた製剤、ならびにアミドアルコールおよびカルボマーを、赤外分光分析装置(PerkinElmer社製, Spectrum One)でフーリエ変換赤外分光光度計(Fourier transform infrared spectrometer: 以下FT-IR)測定した。アミドアルコール、カルボマーおよび未中和製剤の測定結果を図2、アミドアルコール、カルボマーおよび未中和製剤の測定結果を図3に示す。

乳化組成物の自然乾燥は、水分子によるO-H伸縮($3300\sim 2500\text{cm}^{-1}$)、O-H変角($1000\sim 850\text{cm}^{-1}$)により、複合体形成の吸収をマスキングしてし

まうため、極力、水分子の吸収を排除するために行った処理である。

【 0 0 5 9 】

これらの結果より、複合体の吸収スペクトルは、アミドアルコール単独、カルボマー単独のそれを重ねたものとは、異なったものとなっていることが理解できる。

製剤系では、 803 cm^{-1} のカルボマーのO-H変角の吸収が消失し、新たに 1400 cm^{-1} にカルボキシレートイオン(COO^-)対象伸縮振動が出現し、さらには、 1631 cm^{-1} のアミドアルコールのアミド結合のC=O伸縮が 1632 cm^{-1} にシフトしている。これは、カルボマーの一部のカルボキシル基である COOH と、アミドアルコールのアミド結合のカルボニル基C=Oと水素結合により結合し、水素結合していないカルボキシル基がカルボキシレートイオンになっていることを示している。

10

【 0 0 6 0 】

いかなる理論にも拘束されないが、カルボマー未中和の状態では、カルボキシル基は、 $-\text{COOH}$ となっており、この時にアミドアルコールのアミド結合のカルボニル基と水素結合を形成し、複合体は疎水性であり、これを徐々に中和していくと、カルボマー側鎖の一部が COO^- へと解離し、親水性を取り戻し、複合体としては、疎水部と親水部を有するようになり、乳化能を発揮すると考えられる。

いかなる理論にも拘束されず、未中和および中和のいずれの状態においてもアミドアルコールのアミド結合部のNとカルボマーのカルボキシル基とは水素結合を形成していると考えられる。ただし、pHが12.0以上の高アルカリ側の領域になると、カルボキシレートイオンの解離が進みすぎて、水素結合は、アミドアルコールのカルボニル基とカルボキシル基イオンのカルボニル基のみの水素結合となってしまう、複合体形成力が弱まる傾向となるため、製剤全体の減粘および乳化性能が悪化すると考えられる。

20

【 0 0 6 1 】

各表に記載の異なる処方の乳化物の調製を行った。

【 0 0 6 2 】

【表 3】

表 3：カルボキシル基含有ポリマーを配合しない処方

原料名	比較処方1 カルボマーなし 高級アルコール無添加	比較処方2 カルボマーなし 高級アルコール配合
オリーブスクワラン	12.0	12.0
アミドアルコールOLH	2.0	2.0
水添ナタネ油アルコール	—	3.5
水酸化カリウム(10%水溶液)	1.5	1.5
イオン交換水	84.5	81.0
合計	100.0	100.0
乳化粒子径(μm)	乳化能なし	乳化能なし
粘度($\text{mPa}\cdot\text{s}$)	分離により測定不可	2300

30

40

【 0 0 6 3 】

(製法)

オリーブスクワラン、アミドアルコール、水添アタネ油アルコールを80で均一溶解し、油相とする。これに80に加熱したイオン交換を添加して、先の80に加熱した油相をディスペーで加熱して予備乳化を行い、次いで、水酸化カリウムを添加して中和し乳化粒子調製を行い比較処方1の組成物を得た。

水添アタネ油アルコールを用いない以外は上記と同様の方法で、比較処方2の組成物を得た。

50

【 0 0 6 4 】

(評価)

実施例 1 と同様の方法で、乳化粒子径、粘度および pH を測定した。乳化状態を図 4 に示す。

カルボマーを欠いた比較処方 1 および比較処方 2 では、水添ナタネ油の有無に関わらず、乳化能を発揮しなかった。

【 0 0 6 5 】

【表 4】

表 4：アミドアルコールの有無

原料名	基本処方	比較処方3 アミドアルコール無配合
イオン交換水	72.7	74.7
グリセリン	5.0	5.0
1, 3-ブチレングリコール	3.0	3.0
カーボポール ETD-2050	0.3	0.3
スクワラン	12.0	12.0
アミドアルコールOLH	2.0	—
水添ナタネ油アルコール	3.5	3.5
水酸化カリウム(10%水溶液)	1.5	1.5
合計	100.0	100.0
乳化粒子径(μm)	~10(20)	~40
粘度(mPa・s) S64,12rpm	238000	12047
pH	6.58	6.83

【 0 0 6 6 】

(製法および評価)

アミドアルコールを添加しないこと以外は、実施例 1 と同様の方法で、比較処方 1 A を調製した。

実施例 1 と同様の方法で、乳化粒子径、粘度および pH を測定した。中和前および中和後の乳化状態を図 5 に示す。

アミドアルコールを欠いた比較処方 3 は、乳化性は認められるが、乳化粒子径が大きく、乳化物としての安定性に欠ける。一方、アミドアルコールを含む基本処方 1 では安定した乳化物が得られた。

【 0 0 6 7 】

【表 5】

表 5：異なる増粘剤の検討

原料名	基本処方	比較処方4
イオン交換水	72.7	73.2
グリセリン	5.0	5.0
1, 3-ブチレングリコール	3.0	3.0
ARISTOFLEX AVC	—	0.3
カーボポール ETD2050	0.3	—
スクワラン	12.0	12.0
アミドアルコールOLH	2.0	2.0
アルコール No.20-B	3.5	3.5
水酸化ナトリウム(10%水溶液)	1.5	1.00
合計	100.0	100.0
乳化粒子径(μm)	~10(20)	~80
粘度($\text{mPa}\cdot\text{s}$)	238000	9900 ⇒苛性ソーダ 添加後 2050
pH	6.58	7.91 ⇒10.89

【0068】

(製法および評価)

カルボマーの代わりに、スルホン基を含有する高分子増粘剤であるARISTOFLEX AVCを用いること以外は、実施例1と同様の方法で、比較処方4を調製した。

実施例1と同様の方法で、乳化粒子径、粘度およびpHを測定した。中和前および中和後の乳化状態を図6に示す。

スルホン基含有高分子増粘剤と、アミドアルコールとの間の相乗効果は弱く、安定な乳化物は得られなかった。

【0069】

【表 6】

表 6：異なる増粘剤の検討

分類	原料名	基本処方	比較処方 6	比較処方 7
基剤	イオン交換水	72.7	74.2	76.2
保湿剤	グリセリン	5.0	5.0	5.0
	1, 3-ブチレングリコール	3.0	3.0	3.0
成分(B)	カーボポール ETD2050	0.3	–	–
増粘剤	ARISTOFLEX HMB	–	0.3	0.3
油剤	スクワラン	12	12	12
成分(A)	アミドアルコールOLH	2.0	2.0	–
油剤	アルコール No.20-B	3.5	3.5	3.5
中和剤	水酸化カリウム(10%水溶液)	1.5	–	–
	合計	100.0	100.0	100.0
	乳化粒子径(μm)	~10(20)	~30(50)	~30(50)
	粘度(mPa・s)	238000 (S64,12rpm)	1590 (S63,12rpm)	7368 (S63,12rpm)
	pH	6.58	7.79	6.76

【0070】

(製法および評価)

カルボマーの代わりに、スルホン基を含有する高分子増粘剤であるARISTOFLEX AVCを用い、中和剤を添加しないこと以外は、実施例 1 と同様の方法で、比較処方 6 および 7 を調製した。

実施例 1 と同様の方法で、乳化粒子径、粘度および pH を測定した。乳化状態を図 7 および図 8 に示す。

成分 B を他の水溶性増粘剤に置換した比較処方 6 および 7 は、乳化性は示すものの、乳化粒子径は大きく、安定な乳化物とはならない。

【0071】

【表 7】

表 7：異なる中和剤の検討

分類	原料名	基本処方	基本処方 2
基剤	イオン交換水	72.7	74.05
保湿剤	グリセリン	5.0	5.0
	1, 3-ブチレングリコール	3.0	3.0
成分(B)	カーボポール ETD2050	0.3	0.3
増粘剤	ARISTOFLEX HMB	－	－
油剤	スクワラン	12.0	12.0
成分(A)	アミドアルコールOLH	2.0	2.0
油剤	アルコール No.20-B	3.5	3.5
中和剤	水酸化カリウム(10%水溶液)	1.5	－
	トリエタノールアミン	－	0.15
	合計	100.0	100.00
	乳化粒子径(μm)	～10(20)	～10(20)
	粘度(mPa・s) S64,12rpm	238000	7148
	pH	6.58	6.07

【0072】

(製法および評価)

カルボマーの代わりに、スルホン基を含有する高分子増粘剤であるARISTOFLEX AVCを用い、中和剤を添加しないこと以外は、実施例 1 と同様の方法で、比較処方 6 および 7 を調製した。

実施例 1 と同様の方法で、乳化粒子径、粘度および pH を測定した。中和前および中和後の乳化状態を図 9 に示す。

中和剤として水酸化カリウムの代わりに、トリエタノールアミンを用いること以外は、実施例 1 と同様の方法で、基本処方 2 を調製した。基本処方 2 は、粘度が基本処方 1 と大きく異なるが、同様な乳化性を示した。

また、45 の恒温槽で 1 ヶ月間保存し、1 ヶ月後に目視で観察したところ、乳化状態に変化は見られず、保存安定性も良好であった。

【0073】

【表 8】

表 8：異なる高分子の検討

原料名	実施例 3	比較例 8 アミドアルコール 無配合
イオン交換水	72.7	74.7
グリセリン	5.0	5.0
1, 3-ブチレングリコール	3.0	3.0
Pemulen TR-2(iwase cosfa)	0.3	0.3
ピバリン酸イソデシル*1)	12.0	12.0
アミドアルコールOLH	2.0	—
アルコール No.20-B	3.5	3.5
水酸化ナトリウム(10%)	1.5	1.5
合計	100.0	100.0
乳化粒子径(μm)	~15	~30
粘度(mPa·s) S64,12rpm	9598	9848
pH	7.61	6.75

【 0 0 7 4 】

*1)：商品名：ネオライト100P（高級アルコール工業株式会社製）

（製法）

成分 B としてカルボマーの代わりにPemulen TR-2を使用する以外は、実施例 1 と同様の
方法で、実施例 3 の乳化物を調製した。

また、アミドアルコールを添加しないこと以外は、実施例 3 と同様の方法で、比較例 8
の乳化物を調製した。

【 0 0 7 5 】

（評価）

実施例 1 と同様の方法で、乳化粒子径、粘度および pH を測定した。中和前および中和
後の乳化状態を図 10 に示す。

一般的に高分子乳化剤として用いられている「Acrylates/C10-30Alkyl Acrylates Cr
ossopolymer」単独の比較例 8 と比較して、構造式 (I) のアミドアルコールを併用した実施
例 3 は、「Acrylates/C10-30Alkyl Acrylates Crosspolymer」との相乗効果を発揮し、
乳化性が向上していることがわかる。

粘度は 9, 598 mPa·s であり、乳液状の化粧組成物等に適した粘度の乳化物を提

供することができると言える。

また、45 の恒温槽で1ヶ月間保存し、1ヶ月後に目視で観察したところ、乳化状態に変化は見られず、保存安定性も良好であった。

【0076】

【表9】

表9：異なるアミドアルコールの検討

原料名	基本処方	実施例A	実施例B	実施例C
イオン交換水	72.7	72.7	72.7	72.7
グリセリン	5.0	5.0	5.0	5.0
1,3-ブチレングリコール	3.0	3.0	3.0	3.0
ARISTOFLEX AVC	-	-	-	-
カーボポール ETD2050	0.3	0.3	0.3	0.3
スクワラン	12.0	12.0	12.0	12.0
アミドアルコール OLH	2.0	-	-	-
アミドアルコール LH	-	2.0	-	-
アミドアルコール LB	-	-	2.0	-
アミドアルコール OLB	-	-	-	2.0
アルコール No.20-B	3.5	3.5	3.5	3.5
水酸化カリウム(10%水溶液)	1.5	1.5	1.5	1.5
合計	100.0	100.0	100.0	100.0
乳化粒子径(μm)	~10(20)	~5(20)	~3(5)	~5(10)
粘度(mPa・s)	238000	48960	44690	9948
pH	6.58	6.77	6.81	7.32
備考	翌日 pH6.44	—	—	—

【0077】

(製法および評価)

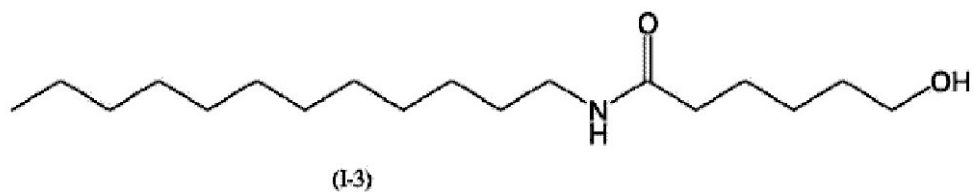
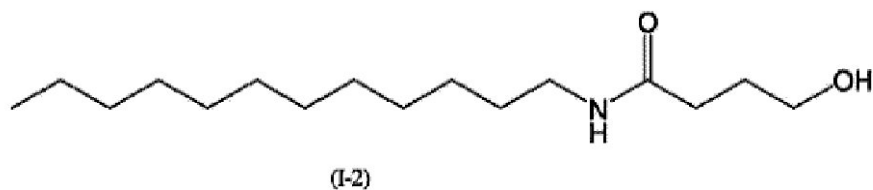
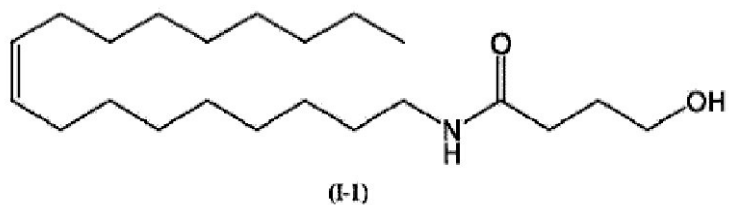
成分AとしてアミドアルコールOLHの代わりに、

実施例A：式(I)中、 R_1 がC12アルキル、 R_2 がH、 R_3 がC5であるのアミドアルコール、(下記式(I-3)、本明細書において、「アミドアルコールLH」とも称する)、または

実施例B：式(I)中、 R_1 がC12アルキル、 R_2 がH、 R_3 がC3であるのアミドアルコール、(下記式(I-2)、本明細書において、「アミドアルコールLB」とも称する)

実施例C：式(I)中、 R_1 がC18アルキル(オレイル)、 R_2 がH、 R_3 がC3であるのアミドアルコール、(下記式(I-1)、本明細書において、「アミドアルコールOLB」とも称する)

【化 1 2】



を使用する以外は、実施例 1 と同様の方法で、実施例 A、B および C の乳化物を調製した。

実施例 1 と同様の方法で、乳化粒子径、粘度および pH を測定した。中和前および中和後の乳化状態を図 1 1 に示す。

得られた乳化物は、良好な乳化性を示した。

【 0 0 7 8 】

実施例 1 ～ 3 および実施例 A、B および C においては、炭化水素油を油剤として含有する乳化物を調製したが、その他の油剤を用いた乳化物の安定性を検討した。

【 0 0 7 9 】

【表 10】

表 10：異なる油剤の検討 (エステル油)

原料名	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12	実施例 13
イオン交換水	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7
グリセリン	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
1,3-ブチレングリコール	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
カーボール ETD2050	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
イソナフタレントリクロロメチル*2)	12.0	—	—	—	—	—	—	—	—	—
エチルヘキサン酸セチル*3)	—	12.0	—	—	—	—	—	—	—	—
アジピン酸ジイソブチル*4)	—	—	12.0	—	—	—	—	—	—	—
エチルヘキサン酸ヘキシルデシル*5)	—	—	—	12.0	—	—	—	—	—	—
イステアリン酸イソブチル*6)	—	—	—	—	12.0	—	—	—	—	—
トリエチルヘキサノイン*7)	—	—	—	—	—	12.0	—	—	—	—
イステアリン酸ヘキシルデシル*8)	—	—	—	—	—	—	12.0	—	—	—
ヒドロキシステアリン酸エチルヘキシル*9)	—	—	—	—	—	—	—	12.0	—	—
テトラオクタリン酸ベンタエリスリチル*10)	—	—	—	—	—	—	—	—	12.0	—
ヘキサノナリン酸ジベンタエリスリチル*11)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	12.0
アミドアルコールOLH	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
アルコール No. 20-B	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
水酸化ナトリウム (10%水溶液)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
合計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
乳化粒子径 (μm)	~10 (15)	~5 (10)	~5 (20)	~10 (20)	~5 (15)	~10 (20)	~5 (10)	~10 (20)	~10 (20)	~5 (10)
粘度 (mPa・s) S64, 12rpm	10498	10448	9898	17746	13797	14597	18446	15097	24945	35942
pH	7.15	6.56	6.97	6.76	7.09	6.93	6.89	7.14	6.68	7.33

【0080】

- *2) 商品名：KAK TCIN，高級アルコール工業株式会社製
 *3) 商品名：CEH，高級アルコール工業株式会社製
 *4) 商品名：KAK DIBA，高級アルコール工業株式会社製
 *5) 商品名：ICEH，高級アルコール工業株式会社
 *6) 商品名：KAK IBIS，高級アルコール工業株式会社
 *7) 商品名：TOG，高級アルコール工業株式会社
 *8) 商品名：ICIS，高級アルコール工業株式会社
 *9) 商品名：リソカスタ IOHS，高級アルコール工業株式会社
 *10) 商品名：KAK PTI，高級アルコール工業株式会社
 *11) 商品名：ハイルーセントDPIN6，高級アルコール工業株式会社

10

20

30

40

50

【 0 0 8 1 】

【表 1 1】

表 1 1 : 異なる油剤の検討 (シリコーン油)

原料名	実施例 14	実施例 15	実施例 16	実施例 17	実施例 18	実施例 19	実施例 20
イオン交換水	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7	72.7
グリセリン	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
1,3-ブチレングリコール	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
カーボポール ETD2050	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
ジメチコン 5cs*12)	12.0	—	—	—	—	—	—
ジメチコン 10cs*13)	—	12.0	—	—	—	—	—
ジメチコン 20cs*14)	—	—	12.0	—	—	—	—
ジメチコン 50cs*15)	—	—	—	12.0	—	—	—
ジメチコン 100cs*16)	—	—	—	—	12.0	—	—
ジフェニルジメチコン*17)	—	—	—	—	—	12.0	—
ジメチコン 1000cs*18)	—	—	—	—	—	—	12.0
アミドアルコールOLH	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
アルコール No.20-B	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
水酸化カリウム(10%水溶液)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
合計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
乳化粒子径(μm)	~5(10)	~5(15)	~5(15)	~10(20)	~ 10(20)	~ 10(20)	~ 20(50)
粘度(mPa・s) S64,12rpm	28644	162000*	46340	20446	20596	25045	20796
pH	6.95	6.96	7.23	6.98	7.18	6.83	6.51

【 0 0 8 2 】

*12) 商品名: Element14 PDMS 5-JC, モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社製

*13) 商品名: Element14 PDMS 10-JC, モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社製

*14) 商品名: Element14 PDMS 20-JC, モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社製

*15) 商品名: Element14 PDMS 50-JC, モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社製

*16) 商品名: Element14 PDMS 100-JC, モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社製

*17) 商品名: TSF437, モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社製

*18) 商品名: Element14 PDMS 1000-JC, モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社製

【 0 0 8 3 】

(製法および評価)

スクワラン代わりに、表中に記載のエステル油またはシリコーン油用いること以外は、

実施例 1 と同様の方法で、実施例 4 ～ 22 の乳化物を調製した。

実施例 1 と同様の方法で、乳化粒子径、粘度および pH を測定した。いくつかの処方について、乳化状態を図 12 および図 13 に示す。

様々な油剤を含む乳化物において、安定な乳化性を示した。

上記、実施例 4 ～ 13 を、45 の恒温槽で 1 ケ月間保存し、1 ケ月後に目視で観察したところ、乳化状態に変化は見られず、保存安定性も良好であった。

このことから、本発明の複合体は、あらゆる油剤を用いた乳化物の調製に適していると理解できる。

なお、ジメチコン 1000 c s を用いた処方において、他の実施例と比較して乳化粒子は大きい、中和前と比較すると格段に乳化が促進されている。一般的な乳化処方においてジメチコン 1000 c s の使用量は 12 % よりも少なく、実用化能であると言える。

【0084】

【表 12】

表 12：ノニオン性界面活性剤との比較

原料名	実施例1	比較例9	比較例10
イオン交換水	72.7	72.7	72.7
グリセリン	5.0	5.0	5.0
1,3-ブチレングリコール	3.0	3.0	3.0
カーボポール ETD2050	0.3	0.3	0.3
スクワラン	12.0	12.0	12.0
アミドアルコール OLH	2.0	—	—
エマレックス 820	—	2.0	—
エマレックス 805	—	—	2.0
アルコール No.20-B	3.5	3.5	3.5
水酸化カリウム(10%)	1.5	1.5	1.5
合計	100.0	100.0	100.0
乳化粒子径(μm)	～20	～15	～40
pH	6.9	6.7	6.5
粘度(mPa・s) S64,12rpm, 25 °C	38000	32000	43000
備考	偏光のかかっている粒子が多い	偏光が少ない	偏光は中程度 気泡が多い

【0085】

(製法)

アミドアルコールの代わりに、汎用されるノニオン性界面活性剤を用いること以外は、実施例 1 と同様の方法で、比較例 9 および 10 の乳化物を調製した。

【0086】

(評価)

1. 顕微鏡観察による乳化性の比較

オリンパス社製「BX-51」(40倍)およびキーエンス社製デジタルマイクロスコ

プ「VHX-6000」(300倍)を用いて評価した。

それぞれの結果を図14および図15に示す。

本発明のよる乳化物の乳化粒子径は、通常、汎用されているノニオン性界面活性剤による乳化性と比較しても遜色ない乳化性を有していることがわかる。

【0087】

2. 摩擦感テスターによるすべり性の評価

摩擦感テスターKES-SE(カトーテック株式会社製)を用いて、試料台温度: 35 ± 1 、荷重: 25 g、

検出部: シリコン接触子、人工皮革: 人工皮革サプラーレ(出光テクノファイン株式会社製)を用いて、

塗布回数10回(検出は行きのみ)で測定した。

結果を図16に示す。

【0088】

本発明品のMIU値(平均摩擦係数: 値が大きい程、すべりにくいことを示す)が比較例9および10に比較して高い。これは、本発明品は、界面活性剤を含有していないため、界面活性剤由来のぬるつきを生じない。そのために、MIU値が大きくなっていることを示し、官能評価としては、止まりが早く、浸透感が高くなることを示している。

【0089】

3. DSC測定

高感度型示差走査熱量計DSC7000X(株式会社日立ハイテクサイエンス社製)

測定範囲: 30 ~ 90

昇温: 1 / 1 min

結果を図17に示す。

【0090】

本発明の乳化物の融点は、47.39と比較例に比較して低い。本発明品は、いわゆる界面活性剤(乳化剤)を含有していない。このピークは、一般に界面活性剤と高級アルコールにより形成されるゲルの吸収ピークとは異なるものである。一方で、比較例9および10に見られる熱吸収ピークは、一般のゲル由来のものである。

このように、本発明の必須成分である構造式(I)のアミドアルコールと、分子中にカルボキシル基を含有する高分子とから形成される複合体を利用して得られる水中油型の乳化組成物は、従来の乳化組成物とは、全く異なるものである。

【0091】

4. 粘弾性測定(ループ測定によるチキソトロピー性の評価)

装置: 粘度・粘弾性測定装置HAAKE RheoStress 6000

(サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社製)

結果を図18に示す。

【0092】

本発明品のチキソトロピー性は、比較例9および10に比較して、大きいことを示している。これは、官能評価では、クリームが、塗布時に崩れる感覚が大きいということを示している。本発明品は、従来品とは明らかに異なる挙動を示している。なお、比較例10のラインは、復路に降伏値を示すようなプロファイルを示しており、HLBが8.0という低い界面活性剤を使用して乳化していることより、乳化物自体が不安定であったために、このようなプロファイルを示したものである。

【0093】

本発明の複合体を利用した、O/W乳化化粧組成物の例を以下に示す。

【0094】

[実施例23] ヘアトリートメントローション

10

20

30

40

【表 1 3】

	配合量 (%)	
(1) プロピレングリコール	2.0	
(2) グリセリン	1.0	
(3) アルキル変性カルボキシビニルポリマー(成分B) 商品名:Pemulen TR-1, Lubrizol 社製	0.1	
(4) アミドアルコールLB(成分A)	0.5	10
(5) メチルフェニルポリシロキサン	1.0	
(6) ケラチン加水分解物 商品名:プロモイス WK-H, 成和化成株式会社製	1.0	
(7) メチルパラベン	0.1	
(8) オクチルメトキシシンナメート	0.01	
(9) エタノール	5.0	
(10) 水酸化カリウム	0.15	
(11) イオン交換水	残部	20
(12) 香料	0.01	

【 0 0 9 5 】

< 製法 >

(1) ~ (3)、(6)、(7)、(1 1)を 8 0 に加熱して、均一に溶解する(水相)。一方で、(4)、(5)、(8)を 8 0 で均一に溶解し油相を得る。

水相に油相を添加しながら、ディスパーで攪拌する。次いで、(1 0)と一部の(1 1)により調製した溶液を添加して、乳化する。乳化が完了したら、(9)、(1 2)の混合溶液を添加し、常温まで冷却して、目的の pH 6 . 2 のヘアトリートメントローションを得る。

【 0 0 9 6 】

[実施例 2 4] 乳化ファンデーション

【表 1 4】

	配合量 (%)	
(1) シリコーン被膜処理酸化チタン	18.0	
(2) シリコーン被膜処理酸化鉄(赤)	0.3	
(3) シリコーン被膜処理酸化鉄(黒)	0.015	
(4) シリコーン被膜処理酸化鉄(黄)	1.2	
(5) アルキル変性カルボキシビニルポリマー(成分B) 商品名:Pemulen TR-2, Lubrizol 社製	3.0	40
(6) デカメチルシクロペンタシロキサン	35.0	
(7) トリメチルシロキシケイ酸/デカメチルシクロペンタシロキサン溶液 商品名:X-21-5250, 信越化学工業株式会社製	5.0	
(8) 構造式(I)のアミドアルコール(成分A) (R ₁ が2-エチルヘキシル、R ₂ がH、R ₃ がC4)	3.0	
(9) 水酸化ナトリウム	0.1	
(10) イオン交換水	残部	50

【 0 0 9 7 】

< 製法 >

(1) ~ (4)、(6)、(7)、(8)を80 で均一に分散する(油相)。
さらに、(9)と一部の(1 0)により調製した溶液を加えて、乳化する。乳化が完了したら、常温まで冷却して、目的のpH 6 . 6の乳化ファンデーションを得る。

【 0 0 9 8 】

[実施例 2 5] 乳液

【 表 1 5 】

	配合量 (%)	10
(1)ジメチコン 5cs	10.0	
(2) スクワラン	10.0	
(3) オレフィンオリゴマー	6.0	
(4) イソノナン酸イソトリデシル 商品名:KAK 139, 高級アルコール株式会社製	5.0	
(5) 構造式(I)のアミドアルコール(成分A) (R ₁ がオクチル、R ₂ がH、R ₃ がC4)	1.5	
(6) 香料	適量	20
(7) ジプロピレングリコール	1.0	
(8) 1, 3-ブチレングリコール	4.0	
(9) グリセリン	6.0	
(10) カルボキシビニルポリマー(成分 B) 商品名:Carbopol 981 Polymer, Lubrizol 社製	0.1	
(11) アルキル変性カルボキシビニルポリマー(成分 B) 商品名:Pemulen TR-2, Lubrizol 社製	0.1	
(12) 水酸化ナトリウム	適量	
(13) アセチル化ヒアルロン酸	0.01	30
(14) ポリメタクリロイルエチルホスホリルコリン誘導体 商品名:LIPIDURE-PMB(Ph10), 日油株式会社製	0.1	
(15) スギナエキス	0.1	
(16) ハマメリスエキス	0.1	
(17) エタノール	5.0	
(18) フェノキシエタノール	0.3	
(19) イオン交換水	残部	
(20) ポリビニルアルコール	0.3	40

【 0 0 9 9 】

< 製法 >

(7) ~ (1 1)、(1 3) ~ (1 6)を80 で均一に溶解する(水相)。一方で、(1) ~ (5)を80 で均一に溶解し、先の水相に添加して、ホモミキサーで80 で攪拌する。次いで、一部の(1 9)に溶解した(1 2)の水溶液を添加して、再び、ホモミキサーで乳化する。乳化完了後、(6)と(7)の混液を添加して、常温まで冷却して、目的のpH 6 . 8の乳液を得る。

【 0 1 0 0 】

[実施例 2 6] エモリエントクリーム

【表 16】

	配合量 (%)	
(1) ベヘニルアルコール	1.0	
(2) バチルアルコール	0.5	
(3) 水添ポリイソブテン	3.0	
(4) 流動パラフィン	3.0	
(5) ネオペンタン酸イソステアリル 商品名:ネオライト 180P, 高級アルコール工業株式会社	6.0	10
(6) デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0	
(7) (ジメチコン/フェニルビニルジメチコン)クロスポリマー /ジフェニルシロキシフェニルトリメチコン混合物 商品名:KSG-18A, 信越化学工業株式会社製	0.5	
(8) 香料	適量	
(9) 構造式(I)のアミドアルコール(成分A) (R_1 がC12アルキル、 R_2 がH、 R_3 がC4)	2.0	
(10) エチルパラベン	0.1	
(11) ブチルパラベン	0.1	
(12) トコフェロール	0.5	20
(13) カルボキシビニルポリマー(成分B) 商品名:AQUPEC 501, 住友精化株式会社製	0.15	
(14) カルボキシビニルポリマー(成分B) 商品名:Synthalen L, 3V Sigma USA 社製	0.15	
(15) ポリエチレングリコール 20000	1.0	
(16) サンザシエキス	0.1	
(17) フトモモ葉エキス	0.1	
(18) アロエエキス	0.1	
(19) ワレモコウエキス	0.1	30
(20) チョウジエキス	0.1	
(21) ジュウヤクエキス	0.1	
(22) アルテア根エキス	0.1	
(23) ムラサキ根エキス	0.1	
(24) 1, 3-ブチレングリコール	3.0	
(25) グリセリン	5.0	
(26) イオン交換水	残部	
(27) 水酸化カリウム	適量	

【0101】

< 製法 >

(13) ~ (26) を 80 で均一に溶解する(水相)。一方で、(1) ~ (12) を 80 で均一に溶解し、先の水相に添加して、ディスパーで 80 で攪拌する。次いで、一部の(26)に溶解した(27)の水溶液を添加して、再び、ディスパーで乳化する。乳化完了後、常温まで冷却して、目的の pH 7.1 のエモリエントクリームを得る。

【0102】

[実施例 27] 美白クリーム

40

【表 17】

		配合量 (%)	
(1)	パルミチン酸	2.0	
(2)	セチルアルコール	1.5	
(3)	ワセリン	0.5	
(4)	スクワラン	5.0	
	商品名:オリーブスクワラン, 高級アルコール工業株式会社製		
(5)	トリエチルヘキサノイン	3.0	10
	商品名:TOG, 高級アルコール工業株式会社製		
(6)	ラウリン酸ヘキシル	2.0	
	商品名:KAK HL, 高級アルコール工業株式会社製		
(7)	構造式(I)のアミドアルコール(成分A) (R_1 がミリスチル、 R_2 がH、 R_3 がC4アルキル)	2.5	
(8)	香料	0.1	
(9)	(ビニルジメチコン／ラウリルジメチコン)クロスポリマー／イソドデカン混合物	0.5	
	商品名:KSG-42, 信越化学工業社製		20
(10)	トラネキサム酸	2.0	
(11)	カルボキシビニルポリマー(成分B) 商品名:Carbopol 980, Lubrizol 社製	0.5	
(12)	メチルパラベン	0.1	
(13)	フェノキシエタノール	0.1	
(14)	ジメチコン 6cs	5.0	
(15)	グリセリン	3.0	
(16)	オトギリソウエキス	0.1	
(17)	メリロートエキス	0.1	30
(18)	ローヤルゼリーエキス	0.1	
(19)	イオン交換水	残部	

【0103】

< 製法 >

(10)～(19)を80 で均一に加熱する(水相)。次いで、(1)～(9)の油相を80で均一に溶解する。先の80 に加熱した水相に、80 に加熱した油相を添加して、ホモミキサーで攪拌して、乳化する。乳化が完了したら、常温まで冷却して、目的のpH6.7の美白クリームを得る。

【0104】

[実施例 28] 美白美容液

40

【表 18】

	配合量 (%)	
(1) N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジ(フィトステリル・2-オクチルドデシル) 商品名:エルデュウ PS-203, 味の素株式会社製	0.5	
(2) ネオペンタン酸イソデシル 商品名:ネオライト100P, 高級アルコール株式会社製	3.0	
(3) ジメチコン 5cs	1.0	
(4) 構造式(I)のアミドアルコール(成分A) (R ₁ が2-エチルヘキシル、R ₂ がH、R ₃ がC4)	4.0	10
(5) アルキル変性カルボキシビニルポリマー(成分B) 商品名:Pemulen TR-1, Lubrizol 社製	0.1	
(6) カルボキシビニルポリマー(成分B) 商品名:Carbopol ETD2050 Polymer, Lubrizol 社製	0.3	
(7) ヒアルロン酸ナトリウム	0.1	
(8) グリセリン	5.0	
(9) 1,3-ブチレングリコール	3.0	
(10) エタノール	3.0	20
(11) 4-イソブチルレゾルシノール	0.25	
(12) アスコルビン酸グルコシド	1.0	
(13) 香料	適量	
(14) 水酸化カリウム	適量	
(15) ピロ亜硫酸ナトリウム	適量	
(16) イオン交換水	残部	

【0105】

< 製法 >

30

(5) ~ (9)、(11)、(12)、(15)、(16)を80 で均一に溶解する(水相)。次いで、(1) ~ (5)の油相を80 で均一に溶解する。先の80 の水相に80 の油相を添加して、ディスパーで攪拌する。これに、一部の(16)に(14)を溶かした水溶液を添加して、ディスパーで攪拌して乳化する。乳化が完了したら、(13)と(10)の混液を添加して、常温まで冷却して、目的のpH 7.1の美白美容液を得る。

【0106】

[実施例 29] 水中油型乳化型サンスクリーン

【表 19】

	配合量 (%)	
(1) パラメキシケイ皮酸オクチル	6.0	
(2) ジパラメキシケイ皮酸グリセリルオクチル	2.0	
(3) 4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン	2.0	
(4) テトラ(オクタン酸／パラメキシケイ皮酸)ペンタエリスリット	3.0	
(5) イソノナン酸エチルヘキシル	12.0	10
商品名:ES108109, 高級アルコール工業株式会社製		
(6) ジメチコン 20cs	3.0	
(7) スクワラン	3.0	
商品名:オリーブスクワラン, 高級アルコール工業株式会社製		
(8) 構造式(I)のアミドアルコール(成分A) (R_1 がブチル、 R_2 がH、 R_3 がC4)	2.2	
(9) マイクロクリスタリンワックス	0.1	
(10) イオン交換水	残部	
(11) ジプロピレングリコール	5.0	20
(12) メチルパラベン	0.2	
(13) カルボキシビニルポリマー(成分B) 商品名:Carbopol 981,Lubrizol 社製	0.3	
(14) 香料	0.1	
(15) トリエタノールアミン	適量	

【0107】

<製法>

(10)～(13)を80で均一に溶解する(水相)。次いで、(1)～(9)、(14)の油相を80で均一に溶解する。先の80に加熱した水相に80の油相を添加して、ディスパーで攪拌する。これに、一部の(10)に(15)を溶解した水溶液を添加して、再びディスパーで攪拌して乳化する。乳化が完了したら、常温まで冷却し、目的のpH6.5の水中油型乳化型サンスクリーンを得る。

【産業上の利用可能性】

【0108】

本発明は、アミドアルコールと、カルボキシル基含有高分子とを組み合わせることで、あらゆる油剤を用いたO/W型乳化物を調製することができる、複合体を提供する。さらに、安定なO/W型乳化物を提供することができる。

かかる乳化物は、化粧品などの用途に使用することが可能である。

【要約】

【課題】本発明は、乳化剤として用いることができる新規複合体を提供することを目的とする。

【解決手段】アミドアルコールと、カルボキシル基含有高分子とが結合してなる複合体は、広範囲の所要HLBをもつ油分に対して、優れた水中油型の乳化力を発揮する。

【選択図】 なし

【図 1】

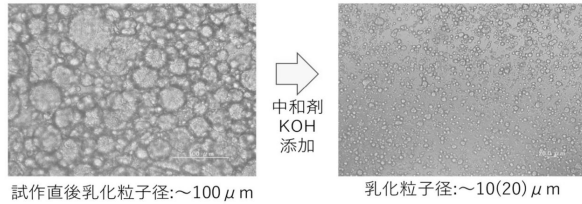


図 1: 基本処方の中和前および中和後の乳化状態

【図 2】

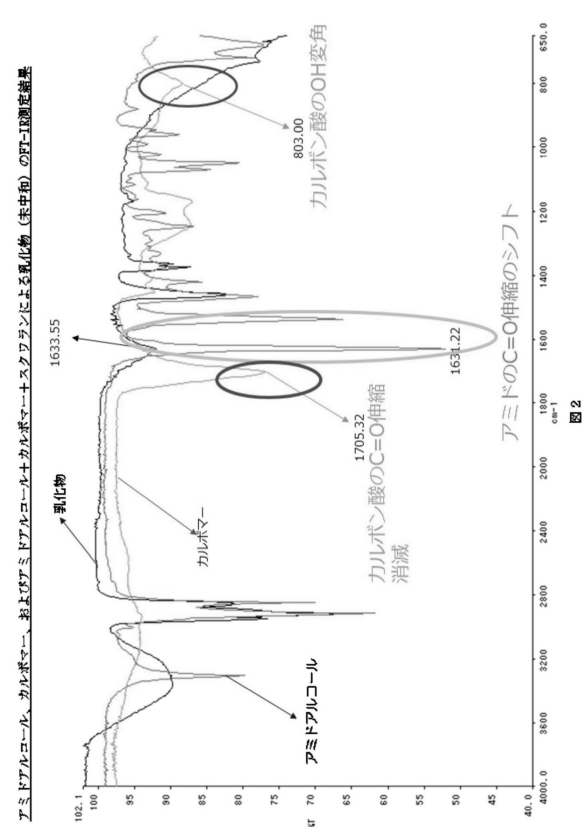


図 2

【図 3】

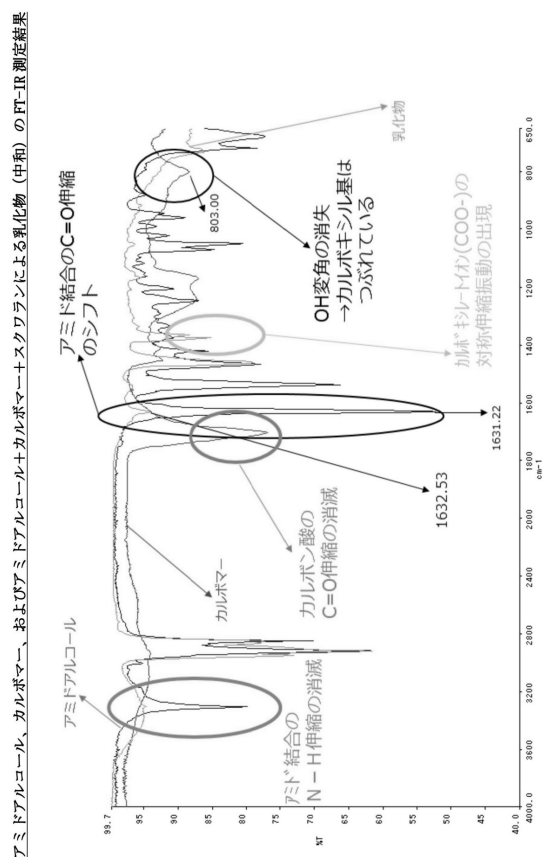


図 3

【図 4】

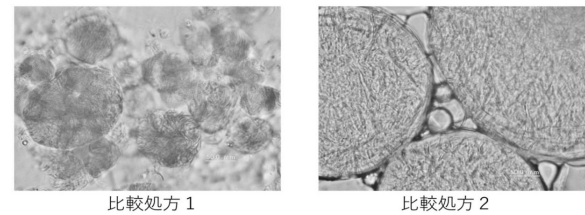


図 4: 比較処方 1 および比較処方 2 の乳化状態

【図 5】

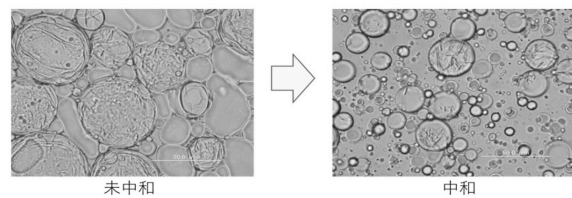


図 5: 比較処方 3 の中和前および中和後の乳化状態

【図 6】

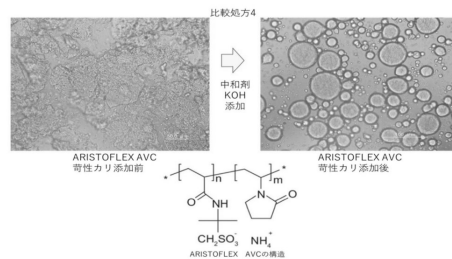


図 6: 比較処方 4 の中和前および中和後の乳化状態、用いた増粘剤の構造

【図 7】

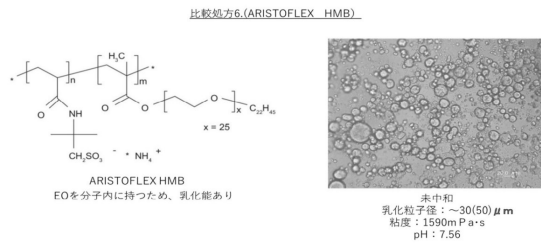


図 7：比較処方 6 において用いた増粘剤の構造、および比較処方 6 の中和状態

【図 8】

比較処方7.(ARISTOFLEX HMB単独)と比較処方6.(ARISTOFLEX HMB/構造式(II)のアミドアルコール併用)の比較

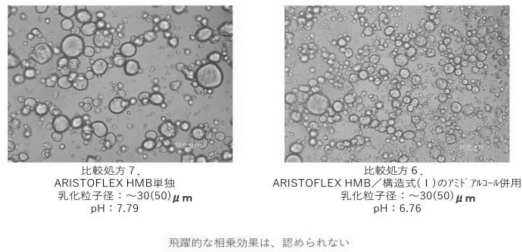


図 8：比較処方 6 および比較処方 7 の乳化状態

【図 9】

基本処方2.(スクワラン、中和剤：トリエタノールアミン)

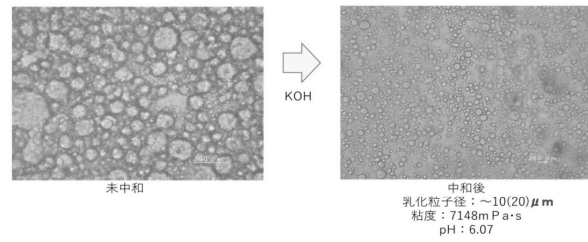


図 9：基本処方 2 の中和前および中和後の乳化状態

【図 10】

比較処方8.(構造式(II)のアミドアルコール無配合、Acrylates/C10-30Alkyl Acrylates Crosspolymer配合)

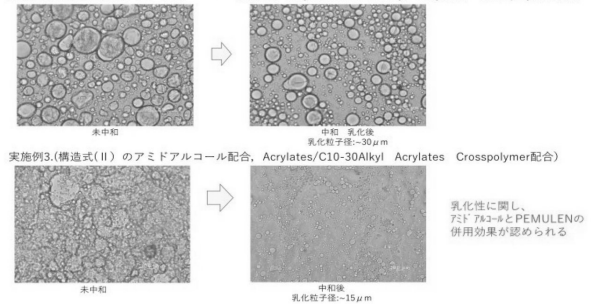
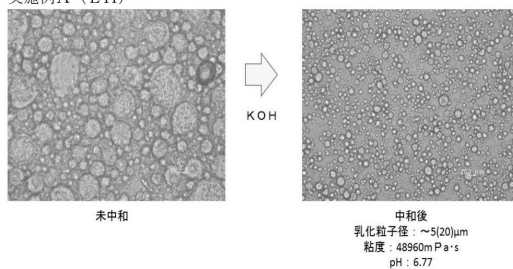


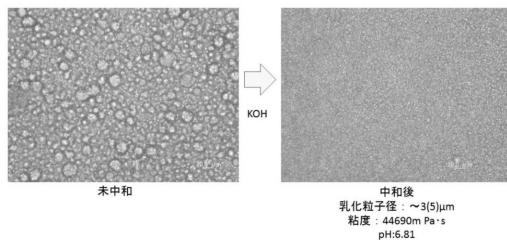
図 10：実施例 3 および比較処方 8 の中和前および中和後の乳化状態

【図 11】

実施例 A (LH)



実施例 (LB)



実施例 C (OLB)

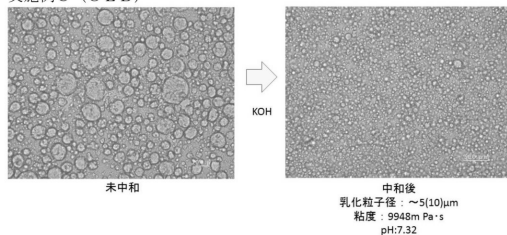
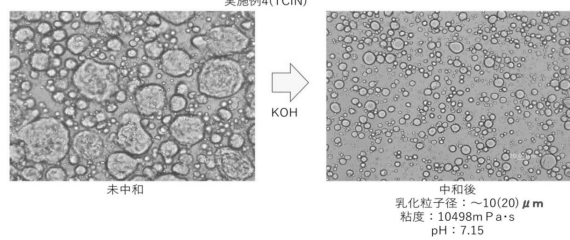


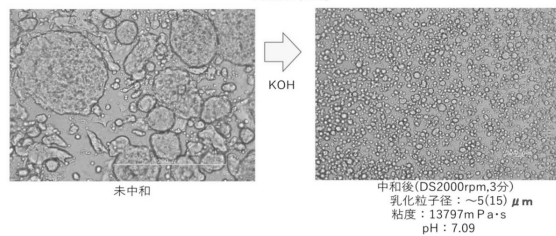
図 11：実施例 A、B および C の中和前および中和後の乳化状態

【図 12】

実施例4(TCIN)



実施例8(IBIS)



実施例13(DPIN6)

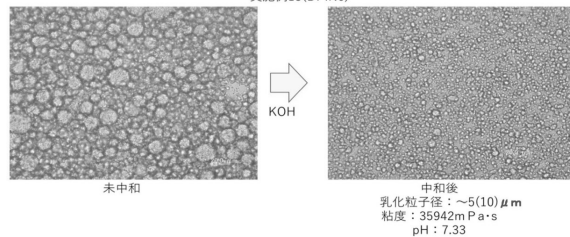


図 12：実施例 4、8 および 13 の中和前、中和後の乳化状態

【図 13】

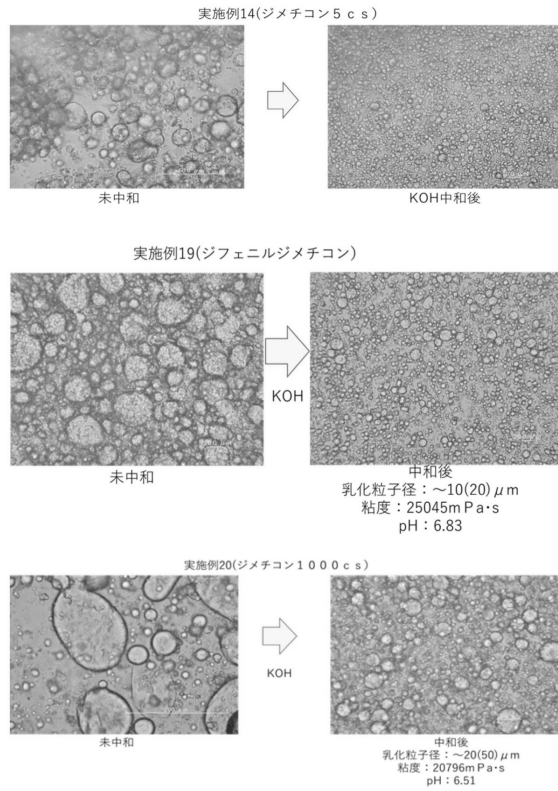


図13: 実施例14、19および20の中和前、中和後の乳化状態

【図 14】

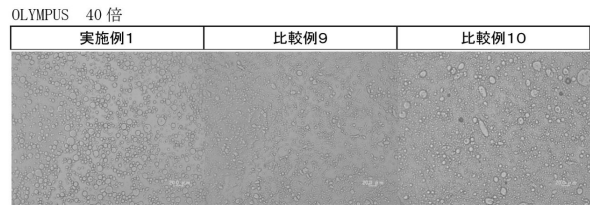


図 14

【図 15】

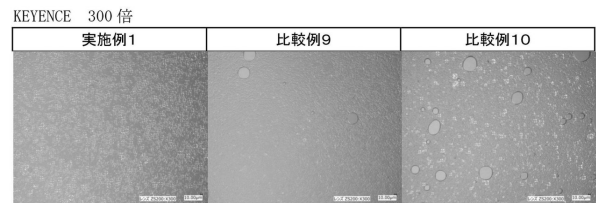


図 15

【図 16】

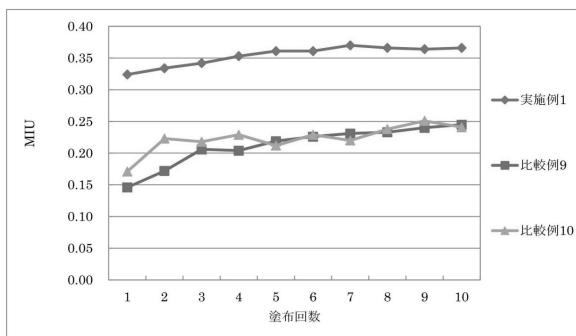


図 16

【図 18】

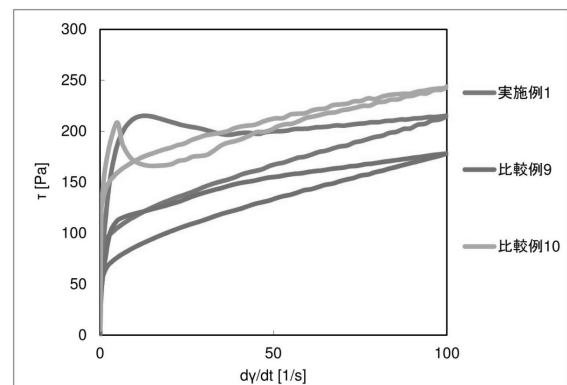


図 18

【図 17】

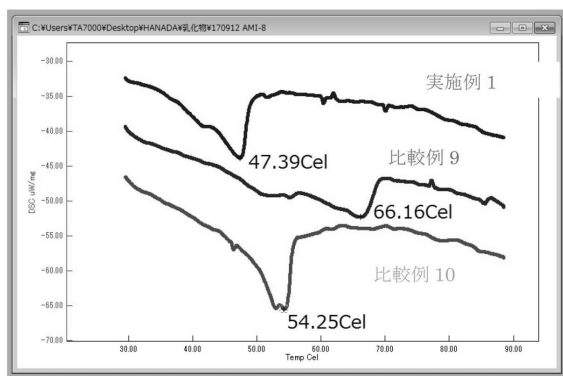


図 17

フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
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	
C 0 8 K	5/20	(2006.01)	C 0 8 K	5/20	
C 0 8 C	19/36	(2006.01)	C 0 8 C	19/36	
C 0 8 F	20/06	(2006.01)	C 0 8 F	20/06	
C 0 9 K	3/00	(2006.01)	C 0 9 K	3/00	1 0 3 G
C 0 7 C	235/06	(2006.01)	C 0 9 K	3/00	1 0 3 H
			C 0 9 K	3/00	1 0 3 N
			C 0 7 C	235/06	

審査官 三原 健治

- (56)参考文献 特表平 0 1 - 5 0 2 1 1 6 (J P , A)
 特公昭 5 0 - 0 1 7 2 1 6 (J P , B 1)
 特開平 0 8 - 0 2 9 9 3 4 (J P , A)
 特開平 0 2 - 3 0 5 8 7 6 (J P , A)
 特開平 0 6 - 0 7 3 3 4 1 (J P , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C 0 8 L
 A 6 1 Q
 C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)