

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4681234号  
(P4681234)

(45) 発行日 平成23年5月11日(2011.5.11)

(24) 登録日 平成23年2月10日(2011.2.10)

(51) Int.Cl.

F I

<b>B 0 1 J</b>	<b>13/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 0 1 J	13/00	A
A 6 1 K	8/06	(2006.01)	A 6 1 K	8/06	
A 6 1 Q	19/10	(2006.01)	A 6 1 Q	19/10	
A 6 1 K	8/36	(2006.01)	A 6 1 K	8/36	
A 6 1 K	8/894	(2006.01)	A 6 1 K	8/894	

請求項の数 6 (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-1450 (P2004-1450)  
 (22) 出願日 平成16年1月6日(2004.1.6)  
 (65) 公開番号 特開2005-193134 (P2005-193134A)  
 (43) 公開日 平成17年7月21日(2005.7.21)  
 審査請求日 平成18年7月13日(2006.7.13)

(73) 特許権者 000001959  
 株式会社資生堂  
 東京都中央区銀座7丁目5番5号  
 (74) 代理人 100092901  
 弁理士 岩橋 祐司  
 (72) 発明者 宮原 令二  
 神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号  
 株式会社資生堂 リサーチセンター(新  
 横浜)内  
 (72) 発明者 鹿子木 宏之  
 神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号  
 株式会社資生堂 リサーチセンター(新  
 横浜)内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 一相マイクロエマルション組成物及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) H L B が 1 3 以上の親水性非イオン性界面活性剤と、  
 (B) H L B が 6 以下の親油性非イオン性界面活性剤と、  
 (C) 油分と、  
 (D) 前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が水中におけるそれよりも高いポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体ジメチルエーテルと、  
 (E) 水と、  
 を含有し、

(A) 親水性非イオン性界面活性剤と(B) 親油性非イオン性界面活性剤との質量比が 3 : 7 ~ 7 : 3 であることを特徴とする一相マイクロエマルション組成物。

【請求項2】

請求項1に記載の一相マイクロエマルション組成物において、(C) 油分の配合量が 10 ~ 40 質量%であることを特徴とする一相マイクロエマルション組成物。

【請求項3】

請求項1又は2に記載の一相マイクロエマルション組成物において、(C) 油分がシリコン油であることを特徴とする一相マイクロエマルション組成物。

【請求項4】

請求項3に記載の一相マイクロエマルション組成物において、(C) 油分がデカメチル

シクロペンタシロキサン、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の中から選択される1種以上であることを特徴とする一相マイクロエマルジョン組成物。

【請求項5】

請求項1から4のいずれかに記載の一相マイクロエマルジョン組成物において、(D)ポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体ジメチルエーテルの配合量が5質量%以上であることを特徴とする一相マイクロエマルジョン組成物。

【請求項6】

(A)HLBが13以上の親水性非イオン性界面活性剤と、

(B)HLBが6以下の親油性非イオン性界面活性剤と、

(C)油分と、

(D)前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が水中におけるそれよりも高いポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体ジメチルエーテルと、を混合攪拌し、W/O(油中水性溶媒型)エマルジョンを調製するW/Oエマルジョン調製工程と、

該W/Oエマルジョン中に、

(E)水

を添加し、O/W一相マイクロエマルジョン相に転相させるO/W一相マイクロエマルジョン転相工程と、

を備えることを特徴とする一相マイクロエマルジョン組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、一相マイクロエマルジョン組成物及びその製造方法に関し、特に製造方法の簡易化、組成物の安全性、さらには水性処方に配合したときのエマルジョンの安定性の向上に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、化粧品、医薬品、農薬、水性塗料、ワックス、食品などの様々な分野で、超微細エマルジョン製剤が用いられている。このような超微細エマルジョン製剤を調製する方法としては、以下のようにして得られる一相マイクロエマルジョンを水性処方に配合する方法が知られている。

第一の方法は、高HLBの非イオン界面活性剤の水溶液にシクロヘキサン、シクロヘプタンなどの炭化水素油を加え、温度を上げていくと、非イオン界面活性剤の曇点の手前で、炭化水素油の可溶化量が急激に増大する領域が現れるというものである(例えば、非特許文献1参照)。

【0003】

相図に示される可溶化限界温度から曇点までの一液相領域(Iw)では水相中への油の溶解度が劇的に増大し、いわゆる一相マイクロエマルジョンを形成していることが知られている。しかしながら、従来より検討されている非イオン性界面活性剤-炭化水素系で得られる一相マイクロエマルジョン領域は、その親水性-親油性が保たれた非常に狭い温度領域(数~10程度)では熱力学的に安定であるが、この温度領域を少しでも外れてしまうと、系は白濁し、やがて二相に分離してしまう。このため、このような一相マイクロエマルジョンを化粧品や医薬品へと応用することは非常に困難であった。

【0004】

第二の方法は、アニオン性界面活性剤と、ペンタノール、ヘキサノール、オクタノール等のコサーファクタントを組み合わせて系の親水-親油バランスをつりあわせ、その非常に狭い範囲で炭化水素油の可溶化量が急激に増大する領域を利用しようとするものである。第三の方法は、親油性非イオン性界面活性剤と特定のイオン性界面活性剤、あるいは親

10

20

30

40

50

油性非イオン性界面活性剤とイオン性界面活性剤の組み合わせに電解質を加え、その組成の中から系の親水 - 親油バランスが釣りあった非常に狭い比率の範囲で、炭化水素油の可溶化量が急激に増大する領域を利用しようとするものである（例えば、非特許文献 2、特許文献 1、2 参照）。また、第四の方法として、シリコン油と、シリコン系界面活性剤、親水性界面活性剤とを組み合わせ、親水 - 親油バランスを調整する方法も知られている（例えば、特許文献 3 参照。）

【 0 0 0 5 】

しかしながら、これらの方法では、温度に対する安定性は高いものの、得られた一相マイクロエマルジョンが熱力学的に安定に存在する組成が非常に限定されており、この範囲を逸脱することによって白濁分離が起こってしまうため、実際の製品の処方はかなり限定されてしまう、あるいは複雑化してしまうという問題があった。また、イオン性界面活性剤やコサーファクタントの配合は、人体への安全性・刺激性の点で問題があった。

10

【 0 0 0 6 】

また、水と油とを含む流体混合物に強いせん断力を加えて、エマルジョン粒子を微細化した超微細エマルジョンを得る方法が、一般的に知られている（例えば、特許文献 4、5 参照）。これらは、例えばゴーリントップの高圧ホモジェナイザー等の装置を用い、試料を高圧で狭い隙間から押し出して、常圧に移行する際のキャピテーションと乱流によって分散粒子を微細化する方法である。さらに、新しいタイプの高圧乳化装置も提案されているが、高圧乳化装置では乳化する圧力を高く設定すると処理時にベース温度が上昇することから、エマルジョンの安定性に影響を及ぼすことがしばしばあった（例えば、特許文献 6、7 参照）。

20

【 0 0 0 7 】

また、超音波照射等で処理する方法も提案されているが、超音波では大きなスケールでの製造は困難であった。

以上のように、物理的な方法によって超微細エマルジョンを調製しようとした場合には、大きなエネルギーを必要とするため、高圧乳化装置のような特別な装置が必要とされていた。

【 0 0 0 8 】

【非特許文献 1】篠田耕三著、「溶液と溶解度」, 丸善, 1991年, p. 209 ~ 225

30

【非特許文献 2】篠田耕三, 西條宏之, 油化学, 35, 308 ~ 314 (1986)

【特許文献 1】特開昭 58 - 128311 号公報

【特許文献 2】特開昭 58 - 131127 号公報

【特許文献 3】特開平 10 - 120524 号公報

【特許文献 4】特開昭 63 - 12654 号公報

【特許文献 5】特開平 1 - 293131 号公報

【特許文献 6】特公平 2 - 976526 号公報

【特許文献 7】特開平 11 - 47580 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

40

【 0 0 0 9 】

したがって、従来、特別な装置を用いることなく容易に製造でき、安全性が高く、且つ水性処方に添加した場合に超微細エマルジョンとして長期間安定に存在することのできる一相マイクロエマルジョン組成物を開発することは、研究者達の大きな課題とされていた。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 0 】

前述の問題に鑑み、本発明者らが鋭意研究を重ねた結果、(A) HLB が 13 以上の親水性非イオン性界面活性剤と、(B) HLB が 6 以下の親油性非イオン性界面活性剤と、(C) 油分と、(D) 前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前

50

記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) が水中におけるそれよりも高いポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体ジメチルエーテルと、( E ) 水と、を適切な比率に調整することによって、特別な装置を用いることなく、室温で混合・攪拌するだけで、熱力学的に安定な一相マイクロエマルジョン相に調整できることが得られることを見出した。そして、このようにして得られた一相マイクロエマルジョン組成物を水性処方中に添加することにより、安定性に優れた超微細エマルジョンが得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

#### 【 0 0 1 1 】

すなわち、本発明の第一の主題は、( A ) H L B が 1 3 以上の親水性非イオン性界面活性剤と、( B ) H L B が 6 以下の親油性非イオン性界面活性剤と、( C ) 油分と、( D ) 前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) が水中におけるそれよりも高いポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体ジメチルエーテルと、( E ) 水と、を含有することを特徴とする一相マイクロエマルジョン組成物である。

10

#### 【 0 0 1 2 】

また、前記一相マイクロエマルジョン組成物において、( A ) 親水性非イオン性界面活性剤の H L B が 1 3 以上、( B ) 親油性非イオン性界面活性剤の H L B が 6 以下であることが好適である。また、前記一相マイクロエマルジョン組成物において、( C ) 油分の配合量が 1 0 ~ 4 0 質量%であることが好適である。また、前記一相マイクロエマルジョン組成物において、( C ) 油分がシリコーン油であることが好適である。また、前記一相マイクロエマルジョン組成物において、( C ) 油分がデカメチルシクロペンタシロキサン、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の中から選択される 1 種以上が好適である。

20

#### 【 0 0 1 4 】

また、本発明の第二の主題は、( A ) H L B が 1 3 以上の親水性非イオン性界面活性剤と、( B ) H L B が 6 以下の親油性非イオン性界面活性剤と、( C ) 油分と、( D ) 前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) が水中におけるそれよりも高いポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体ジメチルエーテルと、を混合攪拌し、W / O エマルジョンを調製する W / O エマルジョン調製工程と、該 W / O エマルジョン中に、( E ) 水を添加し、O / W 一相マイクロエマルジョン相に転相させる O / W 一相マイクロエマルジョン転相工程と、を備えることを特徴とする一相マイクロエマルジョン組成物の製造方法である。

30

#### 【 発明の効果 】

#### 【 0 0 1 5 】

本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物は、高圧乳化装置のような特別な装置を用いることなく、容易に製造することができ、また、人体に対する安全性が高く、さらには水性処方中に添加することにより、容易に長期間安定な超微細エマルジョンを得ることができる。

40

#### 【 発明を実施するための最良の形態 】

#### 【 0 0 1 6 】

以下、本発明の構成について詳述する。

本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物は、( A ) H L B が 1 3 以上の親水性非イオン性界面活性剤と、( B ) H L B が 6 以下の親油性非イオン性界面活性剤と、( C ) 油分と、( D ) 前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) が水中におけるそれよりも高いポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体ジメチルエーテルと、(

50

E) 水と、を含有することを特徴としている。

【0017】

なお、本発明において、「一相マイクロエマルジョン」とは、水/界面活性剤/油系において、透明又は半透明で、一液相（油分が完全に可溶化したミセル水溶液相、あるいは水分が完全に可溶化したミセル油溶液相）からなり、熱力学的に安定な系の組成物のことをいう。また、本発明において、「超微細エマルジョン」とは、水/界面活性剤/油系において、二液相からなる乳化系（油相が水相中に乳化した系、あるいは水相が油相中に乳化した系）であり、透明又は半透明な程度に乳化粒子が微細化された、熱力学的に不安定な系の組成物のことをいう。

10

【0018】

また、上記「一相マイクロエマルジョン」と「超微細エマルジョン」は、ともに透明又は半透明の組成物であるため、外観のみによる区別は困難であるが、例えば、一度高温に温度を上げてから元の温度に戻した場合に、同じ状態に戻るのであれば「一相マイクロエマルジョン」（熱力学的に安定）、同じ状態に戻らないのであれば「超微細エマルジョン」（熱力学的に不安定）として、両者を明確に区別することができる。

【0019】

本発明に用いられる（A）親水性非イオン性界面活性剤は、特に限定されるものではないが、水性溶媒中に透明にミセル溶解するものであり、H L B が 1 3 以上である。本発明に用いられる（A）親水性非イオン性界面活性剤の例としては、ポリオキシエチレン脂肪酸グリセリル、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、脂肪酸ポリオキシエチレンソルビタン、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、マルチールヒドロキシ脂肪酸アルキルエーテル、アルキル化多糖、アルキルグルコシド、ショ糖脂肪酸エステルなどが挙げられる。

20

【0020】

本発明に用いられる（B）親油性非イオン性界面活性剤は、特に限定されるものではないが、水性溶媒中にミセル溶解しないものであり、H L B 6 以下である。本発明に用いられる（B）親油性非イオン性界面活性剤の例としては、ポリオキシエチレン脂肪酸グリセリル、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、脂肪酸ソルビタン、脂肪酸ポリオキシエチレンソルビタン、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリグリコール脂肪酸エステル、アルカロイルジエタノールアמיד、脂肪酸イソプロパノールアמידなどが挙げられる。

30

【0021】

本発明に用いられる（A）親水性非イオン性界面活性剤と（B）親油性非イオン性界面活性剤との質量比は、特に限定されるものではないが、3：7～7：3であることが好ましい。この比率を逸脱すると安定な一相マイクロエマルジョンが生成する領域が非常に狭くなる場合がある。

（A）親水性非イオン性界面活性剤と（B）親油性非イオン性界面活性剤の濃度は、特に限定されるものではないが、（A）親水性非イオン性界面活性剤と（B）親油性非イオン性界面活性剤の合計量が、（C）油分1部に対して0.5～2部であることが好ましい。0.5部未満の場合には、界面活性剤量が少ないため、安定性の高い一相マイクロエマルジョンが得られない場合があり、2部を超える場合には、界面活性剤量が多すぎるため、安全性上好ましくない。

40

【0022】

本発明に用いられる（C）油分は、特に限定されるものではなく、例えば、シリコーン油、炭化水素油、エステル油等を適宜用いることができ、また、これらの2種以上を混合して用いても良い。

本発明に用いられる（C）油分としては、シリコーン油を好適に用いることができる。

50

シリコーン油の例としては、ジメチルポリシロキサン、シクロメチコン、ジフェニルポリシロキサン、アルキルポリシロキサンなどが挙げられ、これらの2種以上を混合して用いても良い。

本発明に用いられる(C)油分の濃度は、特に限定されるものではないが、一般に組成物全量の10~40質量%が好ましい。40質量%を超えると安定性の高い一相マイクロエマルジョンが得られにくい。

#### 【0023】

本発明に用いられる(D)の水性溶媒は、(C)油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が水中におけるそれよりも高い水性溶媒である必要がある。かかる(D)の水性溶媒が(C)油分と相溶してしまう場合、あるいは該水性溶媒中における(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が水中におけるそれよりも低い場合には、他の条件を全て満たしていたとしても、安定な一相マイクロエマルジョン相を得ることができない。

なお、本発明における臨界ミセル濃度(c.m.c)とは、25の温度条件で測定された臨界ミセル濃度(c.m.c)のことをいう。

#### 【0024】

本発明に用いられる(D)の水性溶媒としては、上記のようなものであれば、特に限定されるものではなく、公知の水性溶媒の中から、(C)油分、及び(A)親水性非イオン性界面活性剤の種類に応じて、適宜選択して用いることができる。ここで、水性溶媒とは、水と相溶性を示す室温で液状の物質を意味し、例えば、1価アルコール類、多価アルコール類、ケトン類、アルデヒド類、エーテル類、アミン類、低級脂肪酸類、ポリエチレングリコール類又はその誘導体等を挙げることができる。

#### 【0025】

なお、任意の水性溶媒において、該水性溶媒中における(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が水中におけるそれよりも高いかどうかについては、(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)を、該水性溶媒中と、水中との二種類の条件で測定し、双方の臨界ミセル濃度(c.m.c)の比較を行うことによって決定すればよい。しかしながら、水性溶媒は、多くの場合、水性溶媒単独で親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)の測定を行うことが非常に困難である。このような場合には、水中に該水性溶媒を適量添加した水性溶媒-水溶液を調製し、該水性溶媒-水溶液中と、水(単独)中との二種類の条件で(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)を測定し、双方の比較を行えばよい。水性溶媒-水溶液中における(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)の値が、水中における臨界ミセル濃度(c.m.c)の値よりも高い場合には、該水性溶媒を(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が水中におけるそれよりも高い水性溶媒として決定することができる。

#### 【0026】

さらに具体的には、例えば、任意の水性溶媒を10%水に溶解した水性溶媒-水溶液を調製し、当該10%水性溶媒-水溶液中における(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)の値が、水中における臨界ミセル濃度(c.m.c)の値よりも、0.01g/100g以上高い場合には、該水性溶媒を(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が水中におけるそれよりも高い水性溶媒とすることができる。

例えば、(A)親水性非イオン性界面活性剤がポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリルである場合、ポリオキシエチレン(14モル)ポリオキシプロピレン(7モル)ジメチルエーテル10%水溶液中における臨界ミセル濃度(c.m.c)は0.51g/100gであり、水中における臨界ミセル濃度(c.m.c)0.26g/100gよりも、0.25g/100g高いため、ポリオキシエチレン(14モル)ポリオキシプロピレン(7モル)ジメチルエーテルは、(A)親水性非イオン性界面活性剤の

10

20

30

40

50

臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) が水中におけるそれよりも高い水性溶媒であると言える。

【 0 0 2 7 】

また、本発明に用いられる ( D ) の水性溶媒としては、該水性溶媒中の ( A ) 親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) がより高い方が好ましい。具体的には、10%水性溶媒 - 水溶液中における ( A ) 親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) の値が、水中における臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) の値よりも 0 . 0 1 g / 1 0 0 g 以上高いことが好ましく、また、より好ましくは 0 . 0 4 g / 1 0 0 g 以上、さらに好ましくは 0 . 1 0 g / 1 0 0 g 以上である。( D ) 水性溶媒中の ( A ) 親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) と、水中における臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) との差が小さすぎると、一相マイクロエマルジョン相の安定な領域が狭くなるため、系が不安定になってしまう場合がある。

10

【 0 0 2 8 】

また、本発明に用いられる ( C ) 油分と ( D ) の水性溶媒との組み合わせとしては、( D ) 水性溶媒が ( C ) 油分に相溶しない必要がある。このような組み合わせとしては、例えば、( C ) 油分がジメチルポリシロキサンである場合には、( D ) 水性溶媒としてポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体又はそのジメチルエーテル、ポリエチレングリコール又はそのエチルエーテル、1, 3 - ブチレングリコール、ジプロピレングリコール、イソプレングリコール等、( C ) がシクロジメチコン ( 5 量体 ) である場合には、( D ) 水性溶媒としてポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体又はそのジメチルエーテル、ポリエチレングリコールまたはそのエチルエーテル等、( C ) がメチルフェニルポリシロキサンである場合には、( D ) 水性溶媒としてポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体又はそのジメチルエーテル、1, 3 - ブチレングリコール、グリセリン等を挙げることができる。

20

【 0 0 2 9 】

本発明に用いられる ( D ) の水性溶媒としては、ポリプロピレングリコール・ポリエチレングリコール共重合体ジメチルエーテルを挙げることができ、これらの中から ( C ) 油分、及び ( A ) 親水性非イオン性界面活性剤の種類に応じて、適宜選択して用いることができる。また、本発明の ( D ) の水性溶媒としては、これらの2種類以上を組み合わせても良い。

一方で、分子内に水酸基を4個以上有する水溶性の物質は、通常、室温で固体になってしまい、本発明の ( D ) 水性溶媒として用いることができないことが多い。

30

また、本発明に用いられる ( D ) の水性溶媒の配合量は、特に限定されるものではないが、組成物全量に対し、5質量%以上配合することが好ましい。5質量%未満であると、安定な一相マイクロエマルジョン相の領域が非常に狭くなる。

【 0 0 3 0 】

本発明に用いられる ( E ) 水の配合量は、特に限定されるものではないが、用いられる ( A ) ~ ( D ) の種類や配合量に応じて、一相マイクロエマルジョンが形成される領域内となるように、配合量を適宜調整する必要がある。

なお、( A ) 親水性非イオン性界面活性剤の ( D ) 水性溶媒中での臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) が高いほど、一相マイクロエマルジョン相の形成に必要とされる ( E ) 水の量は多くなる傾向にある。

40

【 0 0 3 1 】

以下、本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物の一般的な製造方法を例に挙げて、本発明の原理について簡単に説明する。

製法例

1) ( A ) 親水性非イオン性界面活性剤と、( B ) 親油性非イオン性界面活性剤と、( C ) 油分と、( D ) 前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) が水中におけるそれよりも高い水性溶媒と、を混合攪拌することにより、( C ) 油分を外相、( D ) の水性溶媒を内

50

相としたW/O（油中水性溶媒型）エマルションを得る。

2) 上記W/Oエマルションを攪拌しながら、徐々に(E)水を加えていくと、やがて(C)油分を内相とするO/W一相マイクロエマルション相への転相が生じる。そして、この転相が起こる分量付近で、(E)水の添加を止めると、熱力学的に安定なO/W一相マイクロエマルション組成物が生成する。

【0032】

#### 原理

1) (A)親水性非イオン性界面活性剤と、(B)親油性非イオン性界面活性剤と、(C)油分と、(D)前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が水中におけるそれよりも高い水性溶媒と、を混合攪拌すると、(C)油分を外相、(D)の水性溶媒を内相とした、W/O（油中水性溶媒型）エマルションが生成する(図1(a))。

10

ここで、通常の場合は、(A)親水性非イオン性界面活性剤は、水相-油相界面に吸着しているものであるが、該(A)親水性非イオン性界面活性剤は、(D)の水性溶媒中で臨界ミセル濃度(c.m.c)が高く、(D)の水性溶媒中で単分子溶解することが可能であるため、水相-油相界面への吸着が妨げられる。一方で、(B)親油性非イオン性界面活性剤は、(D)の水性溶媒が存在していたとしても、水相-油相界面へと吸着している。

したがって、水相が(D)の水性溶媒のみからなっている場合には、ほぼ(B)親油性非イオン性界面活性剤のみが水相-油相界面へと吸着した状態で、W/Oエマルションが形成されていると考えられる。

20

【0033】

2) つづいて、上記W/Oエマルションに(E)水を徐々に添加していくと、(E)水と(D)の水性溶媒とが相溶し、水相中の(E)水含有量が徐々に増えていく。これにより、(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が(D)の水性溶媒よりも低い(E)水の含有量が増えていくために、水相全体での(A)親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度(c.m.c)が次第に低下していく。すると、当初、(D)の水性溶媒のみからなる水相中に単分子溶解していた(A)親水性非イオン性界面活性剤は、臨界ミセル濃度(c.m.c)の低下によって水相中に単分子溶解できなくなり、徐々に水相-油相界面へと吸着していくこととなる。そして、水相-油相界面に吸着する(A)親水性非イオン性界面活性剤の量が増えていくと、やがて、水相-油相界面に吸着している(A)親水性非イオン性界面活性剤と(B)親油性非イオン性界面活性剤とが、ある特定の量比となったときに、系の親水性-親油性のバランスが釣り合い、油相-界面活性剤相-水相の3相となる(図1(b))。ここで、系の親水-親油バランスが均等になったときに、(C)油分の可溶化量が最大となると考えられる。

30

そして、さらに(E)水を加えていくと、やがて(C)油分が水相中へと完全に可溶化されたミセル水溶液の1液相、すなわちO/W（水中油型）一相マイクロエマルション相への転相が起こり、本発明のO/W一相マイクロエマルション組成物が生成する。(図1(c))。

【0034】

40

本発明にかかる一相マイクロエマルション組成物は、概略以上のような作用機序によって生成される。

なお、系の親水-親油バランスが釣り合ったときには、油分の可溶化量が最大となると同時に、水分の油相への可溶化量も最大となると考えられる。このため、上記(A)~(E)の各成分を適切な比率で混合させることにより、熱力学的に安定なW/O一相マイクロエマルション組成物を生成することもできると考えられる。

したがって、本発明にかかる一相マイクロエマルション組成物は、O/W型、W/O型のいずれかに限定されるというものではなく、目的に応じて、いずれか好ましい方を選択して製造することもできる。

【0035】

50



また、本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物の乳化粒子径は、(E)水の添加量等により適宜調整することも可能であるが、通常の場合、粒子径が10~500nmの一相マイクロエマルジョン組成物を生成することができる。

また、本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物においては、一旦、上記製造例と同様にして一相マイクロエマルジョン組成物を製造することにより、一相マイクロエマルジョン相を形成し得る(A)~(E)の適切な量比がわかってしまえば、以後、その量比に合わせて(A)~(E)の各成分を同時に配合し、混合、攪拌を行うだけで、容易に一相マイクロエマルジョン組成物の製造を行うことも可能となる。

#### 【0036】

以上のようにして得られる一相マイクロエマルジョン組成物は、乳化の際、高圧乳化装置のような特別な装置を用いることなく、室温で混合、攪拌するだけで容易に製造することができる。また、実質的に、人体に対する刺激性が比較的小さい非イオン性界面活性剤のみによって乳化されるものであるため、安全性に優れている。

また、以上のようにして得られる一相マイクロエマルジョン組成物は、水性処方中に添加すると、該一相マイクロエマルジョン組成物の乳化粒子が、微小な粒子径を保ったままで水性処方中に分散し、安定な超微細エマルジョンを得ることができる。そして、このようにして得られた超微細エマルジョンは、非常に小さな粒子径であるにもかかわらず、広い温度範囲で長期間安定に存在することができる。

#### 【0037】

したがって、本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物は、そのまま、例えば入浴剤やリンス、クレンジングオイルなどとして用いることができる。また、さらに、一相マイクロエマルジョン組成物を水性処方中に配合して、超微細エマルジョン製剤とすることもできる。

また、本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物は、熱力学的に可逆な相であるため、密封すれば長期間の保存が可能であり、美容液などの超微細エマルジョン製剤の製造時に、室温で水性処方液に添加し、混合、攪拌するだけで製剤化できるため、従来用いられてきた超微細エマルジョン製剤の製造工程を大幅に簡素化できる。

#### 【0038】

本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物には、上記必須成分の他に、通常、医薬品、化粧品に用いられる成分を安定性に影響が出ない範囲の配合量で配合することができる。配合可能な成分としては、例えば次のようなものが挙げられる。

#### 【0039】

アボガド油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、オリーブ油、ナタネ油、月見草油、ヒマシ油、ヒマワリ油、茶実油、コメヌカ油、ホホバ油、カカオ脂、ヤシ油、スクワレン、牛脂、モクロウ、ミツロウ、キャンデリラロウ、カルナバロウ、鯨ロウ、ラノリン、流動パラフィン、ポリオキシエチレン(8モル)オレイルアルコールエーテル、モノオレイン酸グリセリルなどの油分。カプリルアルコール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、コレステロール、フィステロールなどの高級アルコール。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、ベヘニン酸、ラノリン脂肪酸、リノール酸、リノレン酸などの高級脂肪酸。

#### 【0040】

ポリエチレングリコール及びそのアルキルエーテル、グリセリン、ソルビトール、キシリトール、マルチトール、ムコ多糖、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、キトサンなどの保湿剤。メチルセルロース、エチルセルロース、アラビアガム、ポリビニルアルコールなどの増粘剤。エタノール、1,3-ブチレングリコールなどの有機溶剤。ブチルヒドロキシトルエン、トコフェロール、フィチン酸などの酸化防止剤。安息香酸、サリチル酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸エステル(エチルパラベン、ブチルパラベンなど)、ヘキサクロロフェンなどの抗菌防腐剤。グリシン、アラニン、バリン、ロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン、チロシン、アスパラギン酸、アスパラギン、グルタミン、タウリン、アルギニン、ヒスチジンなどのアミノ酸と塩酸塩。アシルサルコシン酸(例

10

20

30

40

50

えばラウロイルサルコシナトリウム)、グルタチオン、クエン酸、リンゴ酸、酒石酸、乳酸などの有機酸。

【0041】

ビタミンA及びその誘導体、ビタミンB6塩酸塩、ビタミンB6トリパルミテート、ビタミンB6ジオクタノエート、ビタミンB2及びその誘導体、ビタミンB12、ビタミンB15及びその誘導体などのビタミンB類、アスコルビン酸、アスコルビン酸リン酸エステル(塩)、アスコルビン酸ジパルミテートなどのビタミンC類、トコフェロール、トコフェロール、トコフェロール、ビタミンEアセテート、ビタミンEニコチネートなどのビタミンE類、ビタミンD類、ビタミンH、パントテン酸、パンテチンなどのビタミン類。ニコチン酸アミド、ニコチン酸ベンジル、オリザノール、アラントイン、グリチルリチン酸(塩)、グリチルレチン酸及びその誘導体、ヒノキチオール、ムシジン、ピサボロール、ユーカリプトール、チモール、イノシトール、サポニン類(サイコサポニン、ニンジンサポニン、ヘチマサポニン、ムクロジサポニンなど)、パントテニルエチルエーテル、エチニルエストラジオール、トラネキサム酸、セファランチン、プラセンタエキスなどの各種薬剤。

10

【0042】

ギシギシ、クララ、コウホネ、オレンジ、セージ、タイム、ノコギリソウ、ゼニアオイ、センキュウ、センブリ、トウキ、トウヒ、バーチ、スギナ、ヘチマ、マロニエ、ユキノシタ、アルニカ、ユリ、ヨモギ、シャクヤク、アロエ、クチナシ、サワラなどの有機溶剤、アルコール、多価アルコール、水、水性アルコールなどで抽出した天然エキス。ステア

20

リルトリメチルアンモニウムクロライド、塩化ベンザルコニウム、ラウリルアミンオキサイドなどのカチオン界面活性剤。エデト酸二ナトリウム、エデト酸三ナトリウム、クエン酸ナトリウム、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、グルコン酸等の金属封鎖剤。

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

【実施例1】

【0043】

以下、本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物の実施例を示し、本発明について更に詳しく説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、下記実施例において、臨界ミセル濃度は25の温度条件で測定された値を示す。

30

実施例1-1

1) (A)親水性非イオン性界面活性剤として、ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル(日本エマルジョン株式会社製、エマレックスG W I S - 1 2 0 (H L B 1 4))4部、(B)親油性非イオン性界面活性剤として、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体(信越化学株式会社製、シリコーンS C 9 4 5 0 : H L B 5)6部、(C)油分として、ジメチルポリシロキサン(信越化学株式会社製、シリコーンK F 9 6 - A 6 T)10部、(D)の水性溶媒として、ポリオキシエチレン(14モル)ポリオキシプロピレン(7モル)ジメチルエーテル10部を配合した組成物を混合攪拌した。

40

【0044】

なお、前記(D)POE(14)POP(7)ジメチルエーテルは(C)ジメチルポリシロキサンと相溶せず、また、前記(A)POE(20)イソステアリン酸グリセリルの(D)POE(14)POP(7)ジメチルエーテル10%水溶液中における臨界ミセル濃度(c.m.c)は0.51g/100gであり、水中における臨界ミセル濃度0.26g/100gよりも0.25g/100g高いものである。

この結果、POE(14)POP(7)ジメチルエーテルを内相、ジメチルポリシロキサンを外相とするW/O(油中水性溶媒型)エマルジョンが得られた。

【0045】

2) つづいて、上記1)により得られたW/Oエマルジョンを攪拌しながら、(E)水

50

を徐々に添加していった。

この結果、水 1 2 部 ~ 1 5 部を添加したところで、組成物は透明または微青色の O / W 一相マイクロエマルジョン相となった。

【 0 0 4 6 】

上記実施例 1 - 1 の組成物における、水添加量と温度とによる相の変化を図 2 に示す。図 2 の相平衡図より、上記実施例 1 - 1 により得られた組成物は、熱力学的に可逆な一相マイクロエマルジョン相 ( W m ) であることがわかった。また、図 2 より、上記実施例 1 - 1 において、水を 1 3 . 5 部程度添加したときに得られる O / W 一相マイクロエマルジョン組成物は、0 ~ 3 0 と、室温を含む広範な温度領域において、安定な一相のマイクロエマルジョン相を示すものであることがわかった。

10

【 0 0 4 7 】

さらに、上記実施例 1 - 1 において水を 1 3 . 5 部添加して得られた O / W 一相マイクロエマルジョン組成物 1 g を水 4 9 g 中に滴下したところ、半透明の超微細エマルジョン液が得られた。得られた超微細エマルジョンを室温で 1 ヶ月間保存した後、光散乱法により粒子径を測定した結果を図 3 に示す。図 3 より、上記実施例 1 - 1 により得られた O / W 一相マイクロエマルジョン組成物を水中に分散させた場合には、平均粒子直径約 8 0 n m の微小な粒子径を保ったままで水中に分散しており、さらに、この超微細エマルジョンが室温で長期間安定に存在できることが明らかとなった。

【 0 0 4 8 】

実施例 1 - 2

( D ) の水性溶媒として 1 , 3 - ブチレングリコール 1 0 部を用いた以外は、実施例 1 - 1 と同様の操作を行った。

なお、前記 ( D ) 1 , 3 - ブチレングリコールは ( C ) ジメチルポリシロキサンと相溶せず、また、前記 ( A ) P O E ( 2 0 ) イソステアリン酸グリセリルの ( D ) 1 , 3 - ブチレングリコール 1 0 % 水溶液中における臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) は 0 . 2 9 g / 1 0 0 g であり、水中における臨界ミセル濃度 0 . 2 6 g / 1 0 0 g よりも 0 . 0 3 g / 1 0 0 g 高いものである。

この結果、( E ) 水を 1 . 8 2 部添加したときに、安定な O / W 一相マイクロエマルジョン相の組成物が得られた。また、得られた O / W 一相マイクロエマルジョン組成物 1 g を水 4 9 g 中に滴下したところ、半透明の超微細エマルジョン液が得られた。

20

30

【 0 0 4 9 】

実施例 1 - 3

( D ) の水性溶媒としてイソプレングリコール 1 0 部を用いた以外は、実施例 1 - 1 と同様の操作を行った。

なお、前記 ( D ) イソプレングリコールは ( C ) ジメチルポリシロキサンと相溶せず、また、前記 ( A ) P O E ( 2 0 ) イソステアリン酸グリセリルの ( D ) イソプレングリコール 1 0 % 水溶液中における臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) は 0 . 3 0 g / 1 0 0 g であり、水中における臨界ミセル濃度 0 . 2 6 g / 1 0 0 g よりも 0 . 0 4 g / 1 0 0 g 高いものである。

この結果、( E ) 水を 1 . 8 9 部添加したときに、安定な O / W 一相マイクロエマルジョン相の組成物が得られた。また、得られた O / W 一相マイクロエマルジョン組成物 1 g を水 4 9 g 中に滴下したところ、半透明の超微細エマルジョン液が得られた。

40

【 0 0 5 0 】

実施例 1 - 4

( D ) の水性溶媒としてジプロピレングリコール 1 0 部を用いた以外は、実施例 1 - 1 と同様の操作を行った。

なお、前記 ( D ) ジプロピレングリコールは ( C ) ジメチルポリシロキサンと相溶せず、また、前記 ( A ) P O E ( 2 0 ) イソステアリン酸グリセリルの ( D ) ジプロピレングリコール 1 0 % 水溶液中における臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) は 0 . 3 6 g / 1 0 0 g であり、水中における臨界ミセル濃度 0 . 2 6 g / 1 0 0 g よりも 0 . 1 0 g / 1 0 0 g

50

高いものである。

この結果、(E)水を3.00部添加したときに、安定なO/W相マイクロエマルジョン相の組成物が得られた。また、得られたO/W相マイクロエマルジョン組成物1gを水49g中に滴下したところ、半透明の超微細エマルジョン液が得られた。

【0051】

実施例1-5

(D)の水性溶媒としてポリエチレングリコール(400モル)10部を用いた以外は、実施例1-1と同様の操作を行った。

なお、前記(D)ポリエチレングリコール(400モル)は(C)ジメチルポリシロキサンと相溶せず、また、前記(A)POE(20)イソステアリン酸グリセリルの(D)ポリエチレングリコール(400モル)10%水溶液中における臨界ミセル濃度(c.m.c)は0.45g/100gであり、水中における臨界ミセル濃度0.26g/100gよりも0.19g/100g高いものである。

この結果、(E)水を7.83部添加したときに、安定なO/W相マイクロエマルジョン相の組成物が得られた。また、得られたO/W相マイクロエマルジョン組成物1gを水49g中に滴下したところ、半透明の超微細エマルジョン液が得られた。

【0052】

比較例1-1

(A)親水性非イオン性界面活性剤を用いなかった以外は、実施例1-1と同様の操作を行った。

この結果、W/Oエマルジョン相の組成物となってしまう、一相マイクロエマルジョン相の組成物は得られなかった。また、得られたW/Oエマルジョン1gを水49g中に滴下しても、透明又は半透明の超微細エマルジョンを得ることはできなかった。

【0053】

比較例1-2

(B)親油性非イオン性界面活性剤を用いなかった以外は、実施例1-1と同様の操作を行った。

この結果、O/Wエマルジョン相の組成物となってしまう、一相マイクロエマルジョン相の組成物は得られなかった。また、得られたO/Wエマルジョン1gを水49g中に滴下しても、透明又は半透明の超微細エマルジョンを得ることはできなかった。

【0054】

比較例1-3

(D)の水性溶媒を用いなかった以外は、実施例1-1と同様の操作を行った。

この結果、(E)水を0.91部添加したときに、O/W相への転相が生じたものの、ラメラ液晶相の組成物となってしまう、一相マイクロエマルジョン相の組成物は得られなかった。また、得られたラメラ液晶相の組成物1gを水49g中に滴下しても、透明又は半透明の超微細エマルジョンを得ることはできなかった。

【0055】

比較例1-4

(D)の水性溶媒としてグリセリン10部を用いた以外は、実施例1-1と同様の操作を行った。

なお、前記(D)グリセリンは(C)ジメチルポリシロキサンと相溶せず、また、前記(A)POE(20)イソステアリン酸グリセリルの(D)グリセリン(400モル)10%水溶液中における臨界ミセル濃度(c.m.c)は0.25g/100gであり、水中における臨界ミセル濃度0.26g/100gよりも0.01g/100g低いものである。

この結果、(E)水を7.83部添加したときに、O/W相への転相が生じたものの、ラメラ液晶相の組成物となってしまう、一相マイクロエマルジョン相の組成物は得られなかった。また、得られたラメラ液晶相の組成物1gを水49g中に滴下しても、透明又は半透明の超微細エマルジョンを得ることはできなかった。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 5 6 】

上記実施例 1 - 1 ~ 1 - 5、及び比較例 1 - 1 ~ 1 - 4 の試験の結果について、各種組成物の配合組成と併せ、下記表 1 にまとめて示す。なお、評価内容は以下の通りである。

一相マイクロエマルジョン組成物生成

実施例 1 - 1 ~ 1 - 5、及び比較例 1 - 1 ~ 1 - 4 により生成したエマルジョン組成物について、一相マイクロエマルジョン相が形成されているかどうか確認した。

：一相マイクロエマルジョン相が形成されている。

×：一相マイクロエマルジョン相が形成されていない。

超微細エマルジョン生成(水中添加時)

実施例 1 - 1 ~ 1 - 5、及び比較例 1 - 1 ~ 1 - 4 により生成したエマルジョン組成物 1 g を、イオン交換水 49 g 中に添加・攪拌し、超微細エマルジョンが生成しているかどうか確認した。

：透明又は半透明の超微細エマルジョンが生成した。

×：透明または半透明の超微細エマルジョンが生成しなかった。

## 【 0 0 5 7 】

## 【表 1】

	実施例					比較例			
	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-1	1-2	1-3	1-4
(A) POE(20)イソステアリン酸グリセリル:HLB14	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	—	4.0	4.0	4.0
(B) POE・メチルホ <sup>+</sup> リンコキサン共重合体:HLB5	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	—	6.0	6.0
(C) ジ <sup>+</sup> メチルホ <sup>+</sup> リンコキサン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
(D) POE(14)POP(7)ジ <sup>+</sup> メチルエーテル	6.0	—	—	—	—	6.0	6.0	—	—
1,3-ブチレンジオール	—	6.0	—	—	—	—	—	—	—
イソブチレンジオール	—	—	6.0	—	—	—	—	—	—
ジブチレンジオール	—	—	—	6.0	—	—	—	—	—
ポリエチレンジオール 400	—	—	—	—	6.0	—	—	—	—
グリセリン	—	—	—	—	—	—	—	—	6.0
(E) 水	12.5	1.82	1.89	3.00	7.83	—	—	0.91	9.63
一相マイクロエマルジョン組成物生成	○	○	○	○	○	×	×	×	×
超微細エマルジョン生成(水中添加時)	○	○	○	○	○	×	×	×	×

## 【 0 0 5 8 】

上記表 1 に示されるように、本発明の (A) ~ (E) を用いた実施例 1 - 1 ~ 1 - 5 では、いずれの場合にも良好な一相のマイクロエマルジョン相の組成物が得られた。さらに、実施例 1 - 1 ~ 1 - 5 により得られた一相マイクロエマルジョン組成物を水中に添加したところ、透明性の良好な超微細エマルジョンを得ることができた。

これに対して、(A) 親水性非イオン性界面活性剤を配合していない比較例 1 - 1、(B) 親油性非イオン性界面活性剤を配合していない比較例 1 - 2、さらには (D) の水性溶媒を配合していない比較例 1 - 3 では、同様の操作を行ったにもかかわらず、一相マイクロエマルジョン相は形成されなかった。

## 【 0 0 5 9 】

一方、(D) の水性溶媒としてグリセリンを用いた比較例 1 - 4 においても一相マイクロエマルジョン相は形成されなかった。

これは、グリセリン中における (A) POE(20)イソステアリン酸グリセリルの臨

界ミセル濃度 ( c . m . c ) が水中におけるそれよりも低いことから、( E ) 水の添加による水相中の ( A ) 親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) の低下が生じず、このために水相 - 油相界面に吸着する ( A ) 親水性非イオン性界面活性剤と ( B ) 親油性非イオン性界面活性剤とのバランスが均等になることなく、O / W相への転相が生じてしまったためと考えられる。

さらに、比較例 1 - 1 ~ 1 - 4 により得られたエマルジョンを水中に添加しても、透明性の良好な超微細エマルジョンを得ることはできなかった。

【 0 0 6 0 】

また、上記実施例 1 - 1 ~ 1 - 5 の一相マイクロエマルジョン組成物を水中に添加して得られた超微細エマルジョンについて、各種温度条件で経時安定性の評価を行った結果を下記表 2 にまとめて示す。なお、評価内容は以下に示す通りである。

10

【 0 0 6 1 】

水中経時安定性

得られた一相マイクロエマルジョン組成物 1 g を、イオン交換水 4 9 g 中に添加・攪拌し、各種温度条件で 1 ヶ月間放置し、下記評価基準により、経時安定性について評価した。

：外観にまったく変化が見られなかった。

：外観にやや変化 ( 白濁 ) が見られた。

：油浮きが見られた。

×：完全に分離した。

20

【 0 0 6 2 】

【表 2】

水中経時安定性	実施例				
	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5
・0℃, 1ヶ月	◎	◎	◎	◎	◎
・室温, 1ヶ月	◎	◎	◎	◎	◎
・37℃, 1ヶ月	◎	◎	◎	◎	◎
・50℃, 1ヶ月	○	◎	◎	◎	◎
・M1cycle, 1ヶ月	◎	◎	◎	◎	◎

30

【 0 0 6 3 】

上記表 2 に示されるように、本発明の ( A ) ~ ( E ) を用いた実施例 1 - 1 ~ 1 - 5 の一相マイクロエマルジョン組成物を水中に添加することにより得られた超微細エマルジョンは、いずれのものも広範な温度領域にわたって長期間安定であり、経時安定性に優れているものであった。

【 0 0 6 4 】

以上のことから、( A ) 親水性非イオン性界面活性剤と、( B ) 親油性非イオン性界面活性剤と、( C ) 油分と、( D ) 前記油分と相溶しない水性溶媒であって、該水性溶媒中における前記親水性非イオン性界面活性剤の臨界ミセル濃度 ( c . m . c ) が水中におけるそれよりも高い水性溶媒と、( E ) 水と、を適切な比率に調整することによって、熱力学的に安定な一相マイクロエマルジョン相に調整することができ、さらに、得られた一相マイクロエマルジョンを水中に添加した場合、安定性に優れた超微細エマルジョンを得ることができることが明らかとなった。

40

【実施例 2】

【 0 0 6 5 】

以下、他の実施例を挙げて本発明について更に説明を行うが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例 2 - 1

- |  |      |  |
|--|------|--|
| (1)ジメチルポリシロキサン<br>(信越化学株式会社製、シリコーンKF96-A6T)                      | 31.4 |  |
| (2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体<br>(信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)           | 18.9 |  |
| (3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル<br>(日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWS-120) | 12.6 |  |
| (4)1,3-ブチレングリコール   | 31.4 |  |
| (5)イオン交換水  | 5.7  |  |
- 上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、ジメチルポリシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

10

【0066】

実施例2-2

- |  |          |    |
|--|----------|----|
|  | 配合量(質量%) |    |
| (1)ジメチルポリシロキサン<br>(信越化学株式会社製、シリコーンKF96-A6T)                      | 31.4     |    |
| (2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体<br>(信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)           | 18.8     |    |
| (3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル<br>(日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWS-120) | 12.5     |    |
| (4)イソブレングリコール  | 31.4     | 20 |
| (5)イオン交換水  | 5.9      |    |

上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、ジメチルポリシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

【0067】

実施例2-3

- |  |          |    |
|--|----------|----|
|  | 配合量(質量%) |    |
| (1)ジメチルポリシロキサン<br>(信越化学株式会社製、シリコーンKF96-A6T)                      | 30.3     |    |
| (2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体<br>(信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)           | 18.2     |    |
| (3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル<br>(日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWS-120) | 12.1     | 30 |
| (4)ジプロピレングリコール   | 30.3     |    |
| (5)イオン交換水  | 9.1      |    |

上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、ジメチルポリシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

【0068】

実施例2-4

- |  |          |    |
|--|----------|----|
|  | 配合量(質量%) |    |
| (1)ジメチルポリシロキサン<br>(信越化学株式会社製、シリコーンKF96-A6T)                      | 26.4     | 40 |
| (2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体<br>(信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)           | 15.9     |    |
| (3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル<br>(日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWS-120) | 10.6     |    |
| (4)ポリエチレングリコール400  | 26.4     |    |
| (5)イオン交換水  | 20.7     |    |

上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、ジメチルポリシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

【0069】

50

## 実施例 2 - 5

	配合量 (質量%)	
(1)ジメチルポリシロキサン (信越化学株式会社製、シリコーンKF96-A6T)	23.5	
(2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)	14.1	
(3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル (日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWS-120)	9.4	
(4)ポリオキシエチレン(14モル) ポリオキシプロピレン(7モル)ジメチルエーテル	23.5	10
(5)イオン交換水	29.4	

上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、ジメチルポリシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

【0070】

## 実施例 2 - 6

	配合量 (質量%)	
(1)デカメチルペンタシロキサン (信越化学株式会社製、KF995)	25.3	
(2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)	12.6	20
(3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル (日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWS-120)	12.6	
(4)ポリエチレングリコール400	25.3	
(5)イオン交換水	24.1	

上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、デカメチルペンタシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

【0071】

## 実施例 2 - 7

	配合量 (質量%)	
(1)デカメチルペンタシロキサン (信越化学株式会社製、KF995)	23.3	30
(2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)	11.7	
(3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル (日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWS-120)	11.7	
(4)ポリオキシエチレン(14モル) ポリオキシプロピレン(7モル)ジメチルエーテル	23.3	
(5)イオン交換水	30.1	

上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、デカメチルペンタシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

【0072】

## 実施例 2 - 8

	配合量 (質量%)	
(1)メチルフェニルポリシロキサン (信越化学株式会社製、KF-56)	32.0	
(2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)	19.2	
(3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル (日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWS-120)	12.8	
(4)1,3-ブチレングリコール	32.0	50



(5)イオン交換水 3.9  
 上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、メチルフェニルポリシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

【0073】

実施例2-9

	配合量(質量%)	
(1)メチルフェニルポリシロキサン (信越化学株式会社製、KF-56)	30.9	
(2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)	18.5	10
(3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル (日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWIIS-120)	12.3	
(4)1,3-ブチレングリコール	30.9	
(5)イオン交換水	7.4	

上記(1)~(5)を、室温で混合し、放置しただけで、メチルフェニルポリシロキサンを外相とした一相マイクロエマルジョンが得られた。

【実施例3】

【0074】

以下、本発明の処方例を挙げて更に説明を行うが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例3-1

入浴剤	配合量(質量%)	
(1)ジメチルポリシロキサン (信越化学株式会社製、KF-96-A6T)	18.5	
(2)スクワラン	5.0	
(3)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)	14.0	
(4)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル (日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWIIS-120)	9.4	
(5)ポリオキシエチレン(14モル) ポリオキシプロピレン(7モル)ジメチルエーテル	23.5	30
(6)香料	0.1	
(7)イオン交換水	29.4	

上記(1)~(7)を、室温で混合し、一相マイクロエマルジョンからなる透明な入浴剤を得た。本入浴剤は浴槽中に添加すると、速やかに油分が薄青色の超微細エマルジョンとして拡散し、翌日浴槽中での油浮きもなかった。

【0075】

実施例3-2

透明リンス	配合量(質量%)	
(1)ジメチルポリシロキサン (信越化学株式会社製、KF-96-A6T)	20.6	40
(2)高重合ジメチルポリシロキサン(信越化学株式会社製、G-20)	2.3	
(3)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)	13.7	
(4)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル (日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWIIS-120)	9.1	
(5)1,3-ブチレングリコール	22.9	
(6)イオン交換水	31.4	

上記(1)~(6)を、室温で混合し、一相マイクロエマルジョンからなる透明リンスを得た。本リンスは指通りが滑らかなものであった。

【0076】

実施例3-3

クレンジングオイル

配合量(質量%)

(1)デカメチルペンタシロキサン (信越化学株式会社製、KF995)	23.3	
(2)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (信越化学株式会社製、シリコーンSC9450)	14.0	
(3)ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリン酸グリセリル (日本エマルジョン株式会社製、エマレックスGWIIS-120)	9.4	
(4)ポリエチレングリコール400	23.5	10
(5)香料	0.1	
(6)イオン交換水	29.4	

上記(1)~(6)を、室温で混合し、一相マイクロエマルジョンからなるクレンジングオイルを得た。本クレンジングオイルはメイク洗浄効果に優れ、特に洗い流しが速かった。

【図面の簡単な説明】

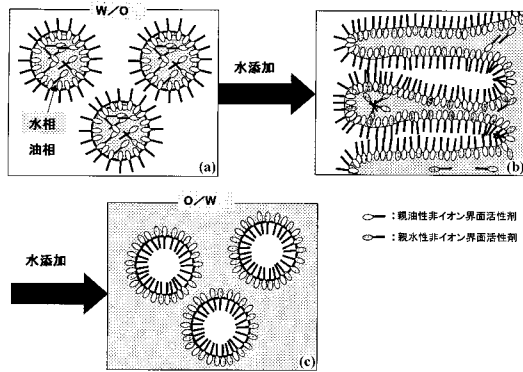
【0077】

【図1】本発明にかかる一相マイクロエマルジョン組成物の生成についての説明図である。

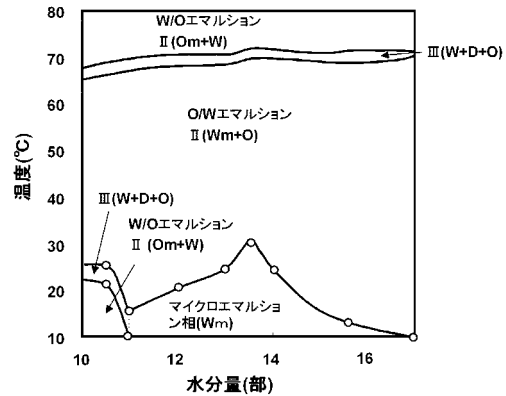
【図2】本発明にかかる実施例1-1において、水添加量と温度とを変化させたときの相平衡図である。

【図3】本発明にかかる実施例1-1により得られた一相マイクロエマルジョン組成物を水中に滴下し、室温で1ヶ月間保存後、光散乱法により粒子径を測定した測定結果である。

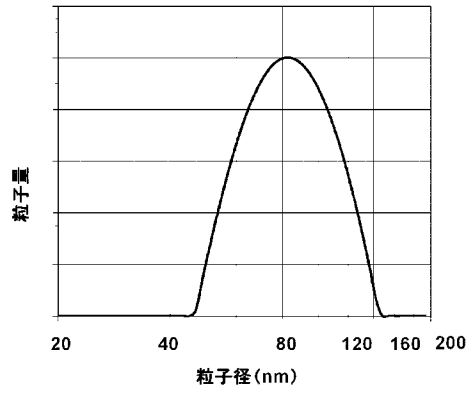
【図1】



【図2】



【 図 3 】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
A 6 1 K 8/33 (2006.01) A 6 1 K 8/33

- (72)発明者 小口 希  
神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号 株式会社資生堂 リサーチセンター(新横浜)内
- (72)発明者 大森 隆司  
神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号 株式会社資生堂 リサーチセンター(新横浜)内
- (72)発明者 中根 俊彦  
神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号 株式会社資生堂 リサーチセンター(新横浜)内

審査官 谷水 浩一

- (56)参考文献 特開平10-120524(JP,A)  
特開2003-003013(JP,A)  
特開平03-128321(JP,A)  
特開昭56-089832(JP,A)  
特開平10-306013(JP,A)  
特開昭58-131127(JP,A)  
特開昭63-107740(JP,A)  
特開昭57-007234(JP,A)  
特開2003-002822(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
B 0 1 J 1 3 / 0 0  
A 6 1 K 8 / 0 0 - 8 / 9 9  
A 6 1 Q 1 / 0 0 - 9 0 / 0 0