

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.  
A61K 8/89 (2006.01)



# [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200580001994.8

[43] 公开日 2007年2月7日

[11] 公开号 CN 1909883A

[22] 申请日 2005.1.6

[21] 申请号 200580001994.8

[30] 优先权

[32] 2004.1.6 [33] JP [31] 001450/2004

[32] 2004.1.6 [33] JP [31] 001451/2004

[86] 国际申请 PCT/JP2005/000068 2005.1.6

[87] 国际公布 WO2005/065630 日 2005.7.21

[85] 进入国家阶段日期 2006.7.6

[71] 申请人 株式会社资生堂

地址 日本东京都

[72] 发明人 宫原令二 鹿子木宏之 小口希

大森隆司 中根俊彦

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
代理人 孙秀武 邹雪梅

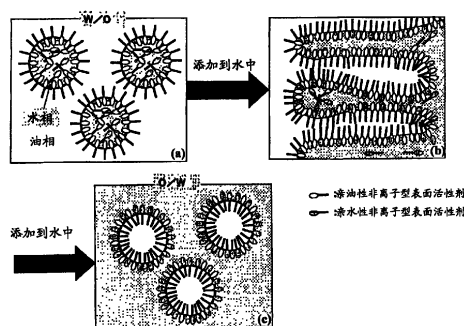
权利要求书 3 页 说明书 28 页 附图 3 页

## [54] 发明名称

单相微乳液组合物、O/W 超微乳液外用剂及其制备方法

## [57] 摘要

本发明提供一种单相微乳液组合物，其通过将 (A) 亲水性非离子型表面活性剂、(B) 亲油性非离子型表面活性剂、(C) 油分、(D) 与上述油分不相容、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度(c. m. c)比在水中的高的水性溶剂、以及(E) 水调整为适当的比例，从而不必使用特别的装置即可容易地制备，而且该单相微乳液组合物稳定性高，且将其添加至水性配方中可作为超微乳液长期稳定地存在。



1.单相微乳液组合物，其特征在于，含有：

(A) 亲水性非离子型表面活性剂、

(B) 亲油性非离子型表面活性剂、

(C) 油分、

(D) 水性溶剂，该水性溶剂与上述油分不相溶，且上述亲水性非离子型表面活性剂在该水性溶剂中的临界胶束浓度 (c.m.c) 比在水中的高，以及

(E) 水。

2. 权利要求 1 所述的单相微乳液组合物，其特征在于，(A) 亲水性非离子型表面活性剂的 HLB 为 13 或以上，(B) 亲油性非离子型表面活性剂的 HLB 为 6 或以下。

3. 权利要求 1 或 2 所述的单相微乳液组合物，其特征在于，(C) 油分的配合量为 10 至 40 质量%。

4. 权利要求 1 至 3 中任意一项所述的单相微乳液组合物，其特征在于，(C) 油分为硅油。

5. 权利要求 4 所述的单相微乳液组合物，其特征在于，(C) 油分为选自十甲基环五硅氧烷、聚二甲基硅氧烷、聚甲基苯基硅氧烷中的 1 种或以上。

6. 权利要求 1 至 5 中任意一项所述的单相微乳液组合物，其特征在于，(D) 水性溶剂的配合量为 5 质量%或以上。

7. 权利要求 1 至 6 中任意一项所述的单相微乳液组合物，其特征在于，(D) 水性溶剂为分子内具有 3 个或以下羟基的水性溶剂。

8. 权利要求 7 所述的单相微乳液组合物，其特征在于，(D) 水性溶剂为选自聚丙二醇·聚乙二醇共聚物或其二甲基醚、聚乙二醇或其烷基醚、聚烯化氧二羧酸酯、1,3-丁二醇、双丙甘醇、异戊二醇、甘油中的 1 种或以上。

9. 单相微乳液组合物的制备方法，其特征在于，具备以下工序：

将 (A) 亲水性非离子型表面活性剂、(B) 亲油性非离子型表面活性剂、(C) 油分、和 (D) 与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度 (c.m.c) 比在水中的高的水性溶剂混合搅拌，制备 W/O (油包水性溶剂型) 乳液的 W/O 乳液制备工

序；和

向该 W/O 乳液中添加 (E) 水，相转变为 O/W 单相微乳液相的 O/W 单相微乳液相转变工序。

10. O/W 超微乳液外用剂，其特征在于，含有：

(A) 亲水性非离子型表面活性剂、

(B) 亲油性非离子型表面活性剂、

(C) 油分、

(D) 水性溶剂，该水性溶剂与上述油分不相溶，且上述亲水性非离子型表面活性剂在该水性溶剂中的临界胶束浓度 (c.m.c) 比在水中的高，以及

(E) 水，

并且，其乳化粒径为 10 至 500nm。

11. O/W 超微乳液外用剂的制备方法，其特征在于，具有下述工序：

将 (A) 亲水性非离子型表面活性剂、(B) 亲油性非离子型表面活性剂、(C) 油分、和 (D) 与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度 (c.m.c) 比在水中的高的水性溶剂混合搅拌，制备 W/O (油包水性溶剂型) 乳液的 W/O 乳液制备工序；

向该 W/O 乳液中，添加 (E) 水，相转变为 O/W 单相微乳液相，从而制备 O/W 单相微乳液的 O/W 单相微乳液制备工序；和

将该 O/W 单相微乳液进一步添加至 (F) 水性配方中，制备 O/W 超微乳液的 O/W 超微乳液制备工序。

12. 权利要求 11 所述的 O/W 超微乳液外用剂的制备方法，其特征在于，(A) 亲水性非离子型表面活性剂的 HLB 为 13 或以上，(B) 亲油性非离子型表面活性剂的 HLB 为 6 或以下。

13. 权利要求 11 或 12 所述的 O/W 超微乳液外用剂的制备方法，其特征在于，(C) 油分的配合量为 10 至 40 质量%。

14. 权利要求 11 至 13 中任意一项所述的 O/W 超微乳液外用剂的制备方法，其特征在于，(C) 油分为硅油。

15. 权利要求 14 所述的 O/W 超微乳液外用剂的制备方法，其特征在于，(C) 油分为选自十甲基环五硅氧烷、聚二甲基硅氧烷、聚甲

基苯基硅氧烷中的1种或以上。

16. 权利要求11至15中任意一项所述的O/W超微乳液外用剂的制备方法，其特征在于，(D)水性溶剂的配合量为5质量%或以上。

17. 权利要求11至16中任意一项所述的O/W超微乳液外用剂的制备方法，其特征在于，(D)水性溶剂为分子内具有3个或以下羟基的水性溶剂。

18. 权利要求17所述的O/W超微乳液外用剂的制备方法，其特征在于，(D)水性溶剂为选自聚丙二醇·聚乙二醇共聚物或其二甲基醚、聚乙二醇或其烷基醚、聚烯化氧二羧酸酯、1,3-丁二醇、双丙甘醇、异戊二醇、甘油中的1种或以上。

## 单相微乳液组合物、O/W超微乳液外用剂及其制备方法

### 相关申请

本申请主张2004年1月6日申请的日本专利申请2004-1450号、2004年1月6日申请的日本专利申请2004-1451号的优先权，在此援引。

### 技术领域

本发明涉及单相微乳液组合物、O/W超微乳液外用剂及其制备方法，特别是涉及单相微乳液组合物制备方法的简便化、组合物的安全性、以及将其添加至水性配方得到的O/W超微乳液外用剂的安全性、稳定性的提高。

### 背景技术

已知以往在化妆品、医药品、农药、水性涂料、蜡、食品等各种领域使用超微乳液制剂，特别是O/W超微乳液制剂被用作外用剂。作为制备这种超微乳液制剂的方法，已知将如下操作得到的单相微乳液配合于水性配方中的方法。

方法一为：在高HLB的非离子表面活性剂水溶液中加入环己烷、环庚烷等烃油，升高温度则在非离子表面活性剂的浊点之前，出现烃油的增容量急剧增大的区域（参照篠田耕三著，《溶液和溶解度》，丸善，1991年，209至225页）。已知，在相图所示的增溶临界温度至浊点的单一液相区域（Iw）中，油在水相中的溶解度急剧增大，形成所谓单相微乳液。但是，以往研究的由非离子表面活性剂-烃类得到的单相微乳液区域，在保持其亲水性-亲油性的非常窄的温度区域（数℃至10℃左右）在热力学上是稳定的，但稍微超出该温度区域则体系出现混浊，结果分离成两相。因此，这种单相微乳液应用于化妆品、药品领域是非常困难的。

方法二为：将阴离子表面活性剂和戊醇、己醇、辛醇等助表面活性剂组合，使体系达到亲水-亲油平衡，在该非常窄的范围内利用烃油的增容量急剧增大的区域。方法三为：向亲油性非离子型表面活性剂

和特定的离子型表面活性剂、或亲油性非离子型表面活性剂和离子型表面活性剂的组合中加入电解质，从其组成中在体系达到亲水-亲油平衡的非常窄的比例的范围内，利用烃油的增容量急剧增大的区域（参照篠田耕三、西條宏之，油化学，35，308至314页（1986），特开昭58-128311号公报，特开昭58-131127号公报）。另外，作为方法四，已知将硅油和硅氧烷类表面活性剂、亲水性表面活性剂组合，调整亲水-亲油平衡的方法（参照特开平10-120524号公报）。

但是，用这些方法，虽然对温度的稳定性高，但得到的单相微乳液的热力学稳定存在的组成非常有限，脱离该范围则会发生混浊、分离，因此，有实际产品的配方受到很大限制，或被复杂化的问题。另外，离子型表面活性剂、助表面活性剂的配合在对人体的安全性、刺激性方面有问题。

另外，已知对含有水和油的流体混合物施加强剪切的力，使微乳液粒子微细化而得到超微乳液的方法（参照特开昭63-12654号公报，特开平1-293131号公报）。这些是使用例如ゴ-リン型高压匀浆器等装置，利用高压将样品从窄的缝隙间挤出，通过转变至常压时的空化作用和乱流将分散粒子微细化的方法。另外，还提出了新型的高压乳化装置，但用高压乳化装置如将乳化压力设定得很高则处理时的基准温度上升，因此常常影响乳液的稳定性（参照特公平2-976526号公报，特开平11-47580号公报）。

另外，还提出了用超声波照射等处理的方法，但是使用超声波时大规模制造困难。如上，通过物理方法制备超微乳液时，由于需要很大的能量，因此需要高压乳化装置这样的特别装置。

## 发明内容

因此，研究者的课题为开发一种单相微乳液组合物，其不使用以往的特别装置即可容易地制备，安全性高、且添加于水性配方时可作为超微乳液长期稳定存在。

鉴于上述问题，本发明人进行了深入研究，结果发现：通过将（A）亲水性非离子型表面活性剂、（B）亲油性非离子型表面活性剂、（C）油分、（D）与上述油分不相容的水性溶剂，其中上述亲水性非离子型表面活性剂在该水性溶剂中的临界胶束浓度（c.m.c）比在水中的高，

以及(E)水调整为适当的比例,即可不使用特别的装置,而仅通过在室温下混合、搅拌而制备热力学稳定的单相微乳液相。并且发现将这样得到的单相微乳液组合物添加在水性配方中,可得到稳定性优异的粒径为10至500nm的O/W超微乳液,从而完成了本发明。

即,本发明的第一方面为单相微乳液组合物,其特征在于,含有(A)亲水性非离子型表面活性剂、(B)亲油性非离子型表面活性剂、(C)油分、(D)与上述油分不相溶的水性溶剂,其中上述亲水性非离子型表面活性剂在该水性溶剂中的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高,以及(E)水。

且,在上述单相微乳液组合物中,(A)亲水性非离子型表面活性剂的HLB为13或以上,(B)亲油性非离子型表面活性剂的HLB为6或以下是适宜的。另外,在上述单相微乳液组合物中,(C)油分的配合量为10至40质量%为宜。且,在上述单相微乳液组合物中,(C)油分为硅油为宜。且,在上述单相微乳液组合物中,(C)油分为选自十甲基环五硅氧烷、聚二甲基硅氧烷、聚甲基苯基硅氧烷中的1种或以上为宜。

另外,在上述单相微乳液组合物中,(D)水性溶剂为分子中具有3个或以下羟基的水性溶剂为宜。在上述单相微乳液组合物中,(D)水性溶剂为选自聚丙二醇·聚乙二醇共聚物或其二甲基醚、聚乙二醇或其烷基醚、聚氧化烯二羧酸酯、1,3-丁二醇、双丙甘醇、异戊二醇(isoprene glycol)、甘油中的1种或以上为宜。

另外,本发明的第二方面为单相微乳液组合物的制备方法,其特征在于具有下述步骤:将(A)亲水性非离子型表面活性剂、(B)亲油性非离子型表面活性剂、(C)油分、(D)与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高的水性溶剂混合搅拌,制备W/O乳液的W/O乳液制备工序;和将(E)水添加至该W/O乳液中,使相转变为O/W单相微乳液相的O/W单相微乳液相转变工序。

本发明的第三方面为O/W超微乳液外用剂,其特征在于,含有(A)亲水性非离子型表面活性剂、(B)亲油性非离子型表面活性剂、(C)油分、(D)与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度(c.m.c)比其在水中的高的水性溶剂、以

及(E)水,乳化粒径为10至500nm。

另外,本发明的第四方面为O/W超微乳液外用剂的制备方法,其特征在于具有下述工序:将(A)亲水性非离子型表面活性剂、(B)亲油性非离子型表面活性剂、(C)油分、(D)与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高的水性溶剂混合搅拌,制备W/O(油包水性溶剂型)乳液的W/O乳液制备工序;将(E)水添加至该W/O乳液中,使相转变为O/W单相微乳液相,制备O/W单相微乳液的O/W单相微乳液制备工序;和将该O/W单相微乳液进一步添加至(F)水性配方,调制O/W超微乳液的O/W超微乳液制备工序。

另外,在上述的O/W超微乳液外用剂的制备方法中,(A)亲水性非离子型表面活性剂的HLB为13或以上,(B)亲油性非离子型表面活性剂的HLB为6或以下是适宜的。另外,在上述O/W超微乳液外用剂的制备方法中,(C)油分的配合量为10至40质量%为宜。且,在上述O/W超微乳液外用剂的制备方法中,(C)油分为硅油为宜。在上述O/W超微乳液外用剂的制备方法中,(C)油分为选自十甲基环五硅氧烷、聚二甲基硅氧烷、聚甲基苯基硅氧烷中的1种或以上为宜。

在上述O/W超微乳液外用剂的制备方法中,(D)水性溶剂为分子中具有3个或以下羟基的水性溶剂为宜。另外,在上述O/W超微乳液外用剂的制备方法中,(D)水性溶剂为选自聚丙二醇·聚乙二醇共聚物或其二甲基醚、聚乙二醇或其烷基醚、聚氧化烯二羧酸酯、1,3-丁二醇、双丙甘醇、异戊二醇、甘油中的1种或以上为宜。

## 发明效果

本发明的单相微乳液组合物不使用高压乳化装置这样的特别装置即可容易地制备,且对人体的安全性高。进一步,通过将本发明的单相微乳液组合物添加至水性配方中,可容易地制备长期稳定的O/W超微乳液外用剂,这样得到的O/W超微乳液外用剂的粒径虽然非常小,为10至500nm,但稳定性好。

## 附图说明



[图 1]说明本发明的单相微乳液组合物生成的图。

[图 2]本发明的实施例 1-1 中,改变水添加量和温度时的相平衡图。

[图 3]将本发明的实施例 1-1 得到的单相微乳液组合物滴加至水中,在室温下保存 1 个月后,通过光散射法测定粒径的测定结果。

### 具体实施方式

以下详细说明本发明的构成。

本发明的单相微乳液组合物的特征在于,其含有(A)亲水性非离子型表面活性剂、(B)亲油性非离子型表面活性剂、(C)油分、(D)与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高的水性溶剂、以及(E)水。

本发明的 O/W 超微乳液外用剂的特征在于,其含有(A)亲水性非离子型表面活性剂、(B)亲油性非离子型表面活性剂、(C)油分、(D)与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高的水性溶剂、以及(E)水,乳化粒径为 10 至 500nm。

另外,在本发明中,“单相微乳液”是指在水/表面活性剂/油体系中,透明或半透明、由单一液相(油分完全增溶而成的胶束水溶液相、或水分完全增溶的胶束油溶液相)构成、且热力学稳定的体系的组合物。另外,在本发明中,“超微乳液”是指在水/表面活性剂/油体系中,由两种液相构成的乳化体系(油相乳化在水相中的体系、或水相乳化在油相中的体系),乳化粒子微细化至透明或半透明的程度,热力学不稳定体系的组合物。

上述“单相微乳液”和“超微乳液”均为透明或半透明的组合物,仅凭外观难以区别,但是例如一旦将温度升至高温,然后恢复至原来的温度时,如恢复至相同状态则为“单相微乳液”(热力学稳定),如果没有恢复至相同状态则为“超微乳液”(热力学不稳定),这样即可明确区别二者。

对本发明使用的(A)亲水性非离子型表面活性剂没有特别限定,优选在水性溶剂中透明地发生胶束溶解的,特别是 HLB 为 13 或以上的。作为本发明使用的(A)亲水性非离子型表面活性剂的例子,可列举聚氧乙烯脂肪酸甘油酯、聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物、聚氧乙烯

山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧乙烯烷基醚、麦芽糖醇羟基脂肪族烷基醚、烷基化多糖、烷基糖苷、蔗糖脂肪酸酯等。

对本发明使用的(B)亲油性非离子型表面活性剂没有特别限定,优选在水性溶剂中不发生胶束溶解的,特别是HLB为6或以下的。作为本发明使用的(B)亲油性非离子型表面活性剂的例子,可列举聚氧乙烯脂肪酸甘油酯、聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物、脂肪酸山梨糖醇酐酯、聚氧乙烯山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧乙烯烷基醚、聚乙二醇脂肪酸酯、烷酰基二乙醇酰胺、脂肪酸异丙醇酰胺等。

对本发明使用的(A)亲水性非离子型表面活性剂和(B)亲油性非离子型表面活性剂的质量比没有特别限定,优选为3:7至7:3。如超出该比例,则有时生成稳定的单相微乳液的区域非常窄。(A)亲水性非离子型表面活性剂和(B)亲油性非离子型表面活性剂的浓度没有特别限定,但优选相对于1份(C)油分,(A)亲水性非离子型表面活性剂和(B)亲油性非离子型表面活性剂的合计量为0.5至2份。小于0.5份时,由于表面活性剂少,有时得不到稳定性高的单相微乳液,而超过2份则由于表面活性剂量过多,从安全性上考虑不优选。

对本发明使用的(C)油分没有特别限定,可适当使用例如硅油、烃油、酯油等,另外,也可以将这些的2种或以上混合使用。作为本发明使用的(C)油分,可优选使用硅油。作为硅油的例子,可列举聚二甲基硅氧烷、环甲基硅氧烷、聚二苯基硅氧烷、聚烷基硅氧烷等,可以将这些的2种或以上混合使用。对本发明使用的(C)油分的浓度没有特别限定,一般优选为组合物总量的10至40质量%。如超过40质量%,则难以得到稳定性高的单相微乳液。

本发明使用的(D)水性溶剂必须为与(C)油分不相溶、且(A)亲水性非离子型表面活性剂在该水性溶剂中的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高的水性溶剂。当该(D)水性溶剂与上述(C)油分相溶,或(A)亲水性非离子型表面活性剂在该水性溶剂中的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中低时,即使其他条件都满足,也得不到稳定的单相微乳液相。另外,本发明的临界胶束浓度(c.m.c)是指在25℃的温度条件下测定的临界胶束浓度(c.m.c)。

作为本发明使用的(D)水性溶剂,只要是上述那样的溶剂,则没有特别的限定,可根据(C)油分和(A)亲水性非离子型表面活性剂

的种类从公知的水性溶剂中适当选择使用。在此，水性溶剂是指与水相溶的在室温下为液态的物质，可列举例如一元醇类、多元醇类、酮类、醛类、醚类、胺类、低级脂肪酸类、聚乙二醇类或其衍生物等。

另外，在任意的水性溶剂中，对于(A)亲水性非离子型表面活性剂在该水性溶剂中的临界胶束浓度(c.m.c)是否比在水中的高，可通过在该水性溶剂中、和水中的二种条件下测定(A)亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度(c.m.c)，将二者的临界胶束浓度(c.m.c)进行比较来确定。但是，对于水性溶剂，大多数情况下在单独的水性溶剂中测定亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度(c.m.c)是非常困难的。这种情况下，制备在水中添加适量该水性溶剂的水性溶剂-水溶液，在该水性溶剂-水溶液中和水(单独)中的二种条件下测定(A)亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度(c.m.c)，将二者进行比较即可。(A)亲水性非离子型表面活性剂在水性溶剂-水溶液中的临界胶束浓度(c.m.c)值比在水中的临界胶束浓度(c.m.c)值高时，可确定该水性溶剂为(A)亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高的水性溶剂。

更具体地，例如，调制10%的任意的水性溶剂溶解于水中得到的水性溶剂-水溶液，当(A)亲水性非离子型表面活性剂在该10%水性溶剂-水溶液中的临界胶束浓度(c.m.c)值比在水中的临界胶束浓度(c.m.c)值高0.01g/100g或以上时，可确定该水性溶剂为(A)亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高的水性溶剂。

例如，(A)亲水性非离子型表面活性剂为聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯时，在聚氧乙烯(14摩尔)聚氧丙烯(7摩尔)二甲基醚10%水溶液中的临界胶束浓度(c.m.c)为0.51g/100g，在水中的临界胶束浓度(c.m.c)为0.26g/100g，由于高0.25g/100g，因此可以说聚氧乙烯(14摩尔)聚氧丙烯(7摩尔)二甲基醚为(A)亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的高的水性溶剂。

另外，作为本发明使用的(D)水性溶剂，优选该水性溶剂中的(A)亲水性非离子型表面活性剂临界胶束浓度(c.m.c)越高越好。具体而言，优选10%水性溶剂-水溶液中的(A)亲水性非离子型表面活性剂临界胶束浓度(c.m.c)值比在水中的临界胶束浓度(c.m.c)值高

0.01g/100g 或以上, 更优选 0.04g/100g 或以上, 进一步优选 0.10g/100g 或以上。如果该 (D) 水性溶剂中的 (A) 亲水性非离子型表面活性剂临界胶束浓度 (c.m.c) 与水中的临界胶束浓度 (c.m.c) 之差过小, 则单相微乳液相的稳定区域狭窄, 有时体系会变得不稳定。

另外, 作为本发明使用的 (C) 油分和 (D) 水性溶剂的组合, (D) 水性溶剂不与 (C) 油分相容是必需的。作为这种组合, 可列举例如, (C) 油分为聚二甲基硅氧烷时, 作为 (D) 水性溶剂, 为聚丙二醇·聚乙二醇共聚物或其二甲基醚、聚乙二醇或其乙基醚、1,3-丁二醇、双丙甘醇、异戊二醇等; (C) 为环二甲基硅氧烷 (5 聚体) 时, 作为 (D) 水性溶剂, 为聚丙二醇·聚乙二醇共聚物或其二甲基醚、聚乙二醇或其乙基醚等; (C) 为聚甲基苯基硅氧烷时, 作为 (D) 水性溶剂, 为聚丙二醇·聚乙二醇共聚物或其二甲基醚、1,3-丁二醇、甘油等。

作为本发明使用的 (D) 水性溶剂, 具体地可列举分子内具有 3 个或以下羟基的水性溶剂, 更具体地, 可列举聚丙二醇·聚乙二醇共聚物或其烷基醚、聚乙二醇或其烷基醚、聚氧化烯二羧酸酯、1,3-丁二醇、双丙甘醇、异戊二醇、1,2-戊二醇、1,2-己二醇、2-甲基-1,3-丙醇、乙基卡必醇、1,2-丁二醇、甘油等, 可根据 (C) 油分和 (A) 亲水性非离子型表面活性剂的种类从这些当中适当选择使用。另外, 作为本发明的 (D) 水性溶剂, 可以将这些的 2 种或以上组合使用。另一方面, 分子内具有 4 个或以上羟基的水溶性物质通常在室温下为固体, 大多不能用作本发明的 (D) 水性溶剂。另外, 对本发明使用的 (D) 水性溶剂的配合量没有特别限定, 相对于组合物总量, 优选配合 5 质量%或以上。如果不到 5 质量%, 则稳定的单相微乳液相区域非常窄。

对本发明使用的 (E) 水的配合量没有特别限定, 但是必需根据使用的 (A) 至 (D) 的种类或配合量适当调节配合量, 使在单相微乳液形成的区域内。另外, (A) 亲水性非离子型表面活性剂在 (D) 水性溶剂中的临界胶束浓度 (c.m.c) 越高, 则有形成单相微乳液相所必需的 (E) 水的量越多的倾向。

另外, 将含有上述 (A) 至 (E) 作为必需成分的 O/W 单相微乳液进一步添加在 (F) 水性配方中, 可得到本发明的 O/W 超微乳液外用剂。本发明使用的 (F) 水性配方只要是水或以水性溶剂为主介质的配方, 则没有特别限定, 除了水或水性溶剂以外, 也可以以不对稳定性

产生影响的范围的配合量配合通常用于化妆品、医药品等的成分。

另外，本发明的 O/W 超微乳液外用剂的最终水配合量为单相微乳液生成所用的 (E) 水的配合量和 (F) 水性配方中所含水的配合量的和。对本发明所用水的总配合量没有特别限定，相对于 O/W 超微乳液外用剂总量，一般优选为 30 至 99 质量%。

以下，以本发明的单相微乳液组合物、和 O/W 超微乳液外用剂的一般制备方法为例，对本发明的原理进行简单说明。

#### 制法例

1) 将 (A) 亲水性非离子型表面活性剂、(B) 亲油性非离子型表面活性剂、(C) 油分、(D) 与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度 (c.m.c) 比在水中的高的水性溶剂混合搅拌，得到 (C) 油分为外相、(D) 水性溶剂为内相的 W/O (油包水性溶剂型) 乳液。

2) 边搅拌上述 W/O 乳液，边缓缓加入 (E) 水，则发生向以 (C) 油分为内相的 O/W 单相微乳液相的相转变。并且，在该相转变发生的那一量附近，如停止 (E) 水的添加，则生成热力学稳定的 O/W 单相微乳液组合物。

3) 将上述 O/W 单相微乳液添加至 (F) 水性配方中，得到粒径为 10 至 500nm 的 O/W 超微乳液外用剂。

#### 原理

1) 如果将 (A) 亲水性非离子型表面活性剂、(B) 亲油性非离子型表面活性剂、(C) 油分、(D) 与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的临界胶束浓度 (c.m.c) 比在水中的高的水性溶剂混合搅拌，则生成 (C) 油分为外相、(D) 水性溶剂为内相的 W/O (油包水性溶剂型) 乳液 (图 1(a))。

在此，通常 (A) 亲水性非离子型表面活性剂吸附于水相-油相界面，但是该 (A) 亲水性非离子型表面活性剂在 (D) 水性溶剂中的临界胶束浓度 (c.m.c) 高，可以单分子溶解于 (D) 水性溶剂中，因此妨碍了向水相-油相界面的吸附。另一方面，(B) 亲油性非离子型表面活性剂即使 (D) 水性溶剂存在也会吸附于水相-油相界面。因此，水相仅由 (D) 水性溶剂构成时，可以认为几乎以仅 (B) 亲油性非离子型表面活性剂吸附于水相-油相界面的状态形成 W/O 乳液。

2) 接着, 如向上述 W/O 乳液中缓缓加入 (E) 水, 则 (E) 水和 (D) 水性溶剂相容, 水相中的 (E) 水含量渐渐增加。由此, 由于 (A) 亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度 (c.m.c) 比 (D) 水性溶剂低的 (E) 水的含量增加, 水相整体的 (A) 亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度 (c.m.c) 渐渐降低。于是, 起初以单分子形态溶解于仅由 (D) 水性溶剂构成的水相中的 (A) 亲水性非离子型表面活性剂, 由于临界胶束浓度 (c.m.c) 的降低, 变得不能以单分子形态溶解于水相中, 而渐渐吸附于水相-油相界面。于是, 随着吸附于水相-油相界面的 (A) 亲水性非离子型表面活性剂量的增加, 最终当吸附于水相-油相界面的 (A) 亲水性非离子型表面活性剂和 (B) 亲油性非离子型表面活性剂到达某特定的量比时, 体系达到亲水性-亲油性平衡, 成为油相-表面活性剂相-水相的 3 相 (图 1 (b))。此时, 认为体系的亲水-亲油平衡变均等时, (C) 油分的增容量最大。

如再加 (E) 水, 则最终发生向 (C) 油分完全增溶于水相中的胶束水溶液的单液相, 即 O/W (水包油型) 单相微乳液相的相转变, 生成本发明的 O/W 单相微乳液组合物。(图 1 (c))。

3) 接着, 将如上所述得到的 O/W 单相微乳液组合物添加至 (F) 水性配方中, 于是该 O/W 单相微乳液的乳化粒子保持着微小的粒径而分散于水性配方中, 得到粒径为 10 至 500nm 的 O/W 超微乳液外用剂。得到的 O/W 超微乳液外用剂虽然粒径非常小, 但可在宽的温度范围长期稳定存在。

本发明的单相微乳液组合物和 O/W 超微乳液外用剂大致通过以上作用机理生成。另外, 制备单相微乳液组合物时, 可以认为达到体系的亲水-亲油平衡时, 油分的增容量最大化, 同时水分在油相中的增容量也最大。因此, 通过以适当的比例混合上述 (A) 至 (E) 的各成分, 也可生成热力学稳定的 W/O 单相微乳液组合物。因此, 本发明的单相微乳液组合物并不限定于 O/W 型、W/O 型任何一方, 可根据目的选择优选的任意一方制备。

另外, 本发明的单相微乳液组合物的乳化粒径可通过 (E) 水的添加量等适当调整, 通常, 可生成粒径为 10 至 500nm 的单相微乳液组合物。另外, 在本发明的单相微乳液组合物中, 一旦通过与上述制备例同样操作制备单相微乳液组合物, 得知可形成单相微乳液相的 (A) 至

(E)的适当的量比,以后可仅通过根据该量比同时配合(A)至(E)各成分,混合、搅拌,而容易地制备单相微乳液组合物。

如上得到的单相微乳液组合物乳化时不需用高压乳化装置那样的特别装置,仅通过在室温混合、搅拌即可容易地制备。另外,由于仅通过对人体刺激性比较小的非离子型表面活性剂乳化,因此安全性好。

将如上所述得到的O/W单相微乳液组合物添加至(F)水性配方中,于是该O/W单相微乳液组合物的乳化粒子保持着微小的粒径而分散于水性配方中,可得到稳定的O/W超微乳液外用剂。如上得到的O/W超微乳液外用剂虽然粒径非常小,但可在宽的温度范围长期稳定存在。

因此,本发明的单相微乳液组合物可直接用作例如沐浴剂、漂洗剂、清洁油等。另外,也可将O/W单相微乳液组合物配合于水性配方中,作为O/W超微乳液外用剂。另外,由于本发明的单相微乳液组合物为热力学可逆的相,如密封可长时间保存,制造美容液等O/W超微乳液外用剂时,可仅通过将本发明的O/W单相微乳液在室温添加至水性配方液中,混合、搅拌而制成制剂,因此可大大简化以往采用的O/W超微乳液外用剂的制造工序。

另外,如上得到的O/W超微乳液外用剂也是本发明的范畴。本发明的O/W超微乳液外用剂可在例如可适用于皮肤、头发等部位的皮肤化妆品、洗发用品、皮肤洗涤剂、护发品等中使用。

在本发明的单相微乳液组合物和O/W超微乳液外用剂中,除了上述必需成分以外,可配合不影响稳定性范围的配合量的通常在药品、化妆品中使用的成分。作为可配合的成分,可列举例如下述物质:

鳄梨油、澳洲坚果油、玉米油、橄榄油、菜子油、月见草油、蓖麻油、向日葵油、茶子油、米糠油、霍霍巴油、可可脂、椰子油、角鲨烯、牛脂、木蜡、蜂蜡、小烛树蜡、巴西棕榈蜡、鲸蜡、羊毛脂、液体石蜡、聚氧乙烯(8摩尔)油醇醚、单油酸甘油酯等油分。辛醇、月桂醇、肉豆蔻醇、十六烷醇、胆固醇、植物甾醇等高级醇。癸酸、月桂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、硬脂酸、山萘酸、羊毛脂脂肪酸、亚油酸、亚麻酸等高级脂肪酸。

聚乙二醇及其烷基醚、甘油、山梨糖醇、木糖醇、麦芽糖醇、粘

多糖、透明质酸、硫酸软骨素、脱乙酰壳多糖等保湿剂。甲基纤维素、乙基纤维素、阿拉伯胶、聚乙烯醇等增粘剂。乙醇、1,3-丁二醇等有机溶剂。丁基羟基甲苯、生育酚、肌醇六磷酸等抗氧化剂。苯甲酸、水杨酸、山梨酸、对羟基苯甲酸酯（对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸丁酯等）、六氯酚等抗菌防腐剂。甘氨酸、丙氨酸、缬氨酸、亮氨酸、丝氨酸、苏氨酸、苯丙氨酸、酪氨酸、天冬氨酸、天门冬酰胺、谷氨酰胺、牛磺酸、精氨酸、组氨酸等氨基酸及盐酸盐。酰基肌氨酸（例如月桂酰肌氨酸钠）、谷胱甘肽、柠檬酸、苹果酸、酒石酸、乳酸等有机酸。

维生素 A 及其衍生物、维生素 B6 盐酸盐、维生素 B6 三棕榈酸盐、维生素 B6 二辛酸盐、维生素 B2 及其衍生物、维生素 B12、维生素 B15 及其衍生物等维生素 B 类；抗坏血酸、抗坏血酸磷酸酯（盐）、抗坏血酸二棕榈酸酯等维生素 C 类； $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚、维生素 E 乙酸盐、维生素 E 烟酸盐等维生素 E 类；维生素 D 类；维生素 H；泛酸；双硫乙胺等维生素类。烟酰胺、烟酸苄酯、 $\gamma$ -谷维素、尿囊素、甘草酸（盐）、甘草亭酸及其衍生物、日柏醇、粘苡菌素、红没药醇、桉油醇、百里酚、肌醇、皂草苷类（柴胡皂苷、人参皂苷、丝瓜皂苷、无患子皂苷等）、泛酰乙基醚、乙炔雌二醇、凝血酸、凤箱树素、胎盘提取物等各种药物。

用有机溶剂、醇、多元醇、水、水性醇等提取羊蹄、苦参、萍蓬草、橙、鼠尾草、百里香、蓍草、锦葵、川芎、当药、当归、トウヒ、桦、木贼、丝瓜、七叶树、虎耳草、山金车花、百合、艾蒿、芍药、芦荟、梔子、扁柏等得到的天然提取物。硬脂基三甲基氯化铵、氯苄烷胺、月桂氧化胺等阳离子表面活性剂。依地酸二钠、依地酸三钠、柠檬酸钠、聚磷酸钠、偏磷酸钠、葡糖酸等金属封锁剂。

另外，还可以在不损害稳定性的范围内适当配合香料、擦洗剂等。

## 实施例 1

以下，例示本发明的单相微乳液、以及 O/W 超微乳液外用剂的实施例，对本发明进行更详细地说明，但本发明并不限于此。另外，在下述实施例中，临界胶束浓度是在 25℃ 的温度条件下测定的值。

### 1. 单相微乳液组合物的制备



### 实施例 1-1

1) 将配合 4 份聚氧乙烯 (20 摩尔) 异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制, エマレックス GWIS-120 (HLB14)) 作为 (A) 亲水性非离子型表面活性剂、6 份聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450: HLB5) 作为 (B) 亲油性非离子型表面活性剂、10 份聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、シリコン KF96-A6T) 作为 (C) 油份、聚氧乙烯 (14 摩尔) 聚氧丙烯 (7 摩尔) 二甲基醚 10 份作为 (D) 水性溶剂得到的组合物混合搅拌。

另外, 上述 (D) POE (14) POP (7) 二甲基醚与 (C) 聚二甲基硅氧烷不相溶, 而且, 上述 (A) POE (20) 异硬脂酸甘油酯在 10% (D) POE (14) POP (7) 二甲基醚水溶液中的临界胶束浓度 (c.m.c) 为 0.51g/100g, 比在水中的临界胶束浓度 0.26g/100g 高 0.25g/100g。

结果, 得到 POE (14) POP (7) 二甲基醚为内相、聚二甲基硅氧烷为外相的 W/O (油包水性溶剂型) 乳液。

2) 接着, 边搅拌上述 1) 得到的 W/O 乳液, 边慢慢添加 (E) 水。

结果, 当添加 12 份至 15 份水时, 组合物成为透明或淡蓝色的 O/W 单相微乳液相。

上述实施例 1-1 组合物的相随水添加量和温度的变化如图 2 所示。由图 2 的相平衡图可知, 上述实施例 1-1 得到的组合物为热力学可逆的单相微乳液相 (W<sub>m</sub>)。另外, 由图 2 还可知, 在上述实施例 1-1 中, 添加 13.5 份左右的水时得到的 O/W 单相微乳液组合物在 0 至 30℃ 这一包括室温的宽的温度区域为稳定的单相微乳液相。

进一步, 将 1g 在上述实施例 1-1 中添加 13.5 份水时得到的 O/W 单相微乳液组合物滴加到 49g 水中时, 得到半透明的超微乳液。将得到的超微乳液在室温保存 1 个月后, 用光散射法测定粒径, 结果如图 3 所示。由图 3 可知, 将上述实施例 1-1 得到的 O/W 单相微乳液组合物分散到水中时, 是保持着平均粒径约 80nm 的微小粒径分散在水中的, 并且, 该超微乳液可在室温下长期稳定存在。

### 实施例 1-2

除使用 10 份 1,3-丁二醇作为 (D) 水性溶剂以外, 其他与实施例 1-1 同样操作。

另外, 上述 (D) 1,3-丁二醇与 (C) 聚二甲基硅氧烷不相溶, 而

且,上述(A) POE(20)异硬脂酸甘油酯在10%(D)1,3-丁二醇水溶液中的临界胶束浓度(c.m.c)为0.29g/100g,比在水中的临界胶束浓度0.26g/100g高0.03g/100g。

结果,当添加1.82份(E)水时,得到稳定的O/W单相微乳液相的组合物。另外,将得到的O/W单相微乳液组合物1g滴加到49g水中时,得到半透明的超微乳液。

#### 实施例 1-3

除使用10份异戊二醇作为(D)水性溶剂以外,其他与实施例1-1同样操作。

另外,上述(D)异戊二醇与(C)聚二甲基硅氧烷不相溶,而且,上述(A) POE(20)异硬脂酸甘油酯在10%(D)异戊二醇水溶液中的临界胶束浓度(c.m.c)为0.30g/100g,比在水中的临界胶束浓度0.26g/100g高0.04g/100g。

结果,当添加1.89份(E)水时,得到稳定的O/W单相微乳液相的组合物。另外,将得到的O/W单相微乳液组合物1g滴加到49g水中时,得到半透明的超微乳液。

#### 实施例 1-4

除使用10份双丙甘醇作为(D)水性溶剂以外,其他与实施例1-1同样操作。

另外,上述(D)双丙甘醇与(C)聚二甲基硅氧烷不相溶,而且,上述(A) POE(20)异硬脂酸甘油酯在10%(D)双丙甘醇水溶液中的临界胶束浓度(c.m.c)为0.36g/100g,比在水中的临界胶束浓度0.26g/100g高0.10g/100g。

结果,当添加3.00份(E)水时,得到稳定的O/W单相微乳液相的组合物。另外,将得到的O/W单相微乳液组合物1g滴加到49g水中时,得到半透明的超微乳液。

#### 实施例 1-5

除使用10份聚乙二醇(400摩尔)作为(D)水性溶剂以外,其他与实施例1-1同样操作。

另外,上述(D)聚乙二醇(400摩尔)与(C)聚二甲基硅氧烷不相溶,而且,上述(A) POE(20)异硬脂酸甘油酯在10%(D)聚乙二醇(400摩尔)水溶液中的临界胶束浓度(c.m.c)为0.45g/100g,比

在水中的临界胶束浓度 0.26g/100g 高 0.19g/100g。

结果，当添加 7.83 份 (E) 水时，得到稳定的 O/W 单相微乳液相的组合物。另外，将得到的 O/W 单相微乳液组合物 1g 滴加到 49g 水中时，得到半透明的超微乳液。

#### 比较例 1-1

除未使用 (A) 亲水性非离子型表面活性剂以外，其他与实施例 1-1 同样操作。

结果，成为 W/O 乳液相的组合物，而没有得到单相微乳液相的组合物。另外，将得到的 W/O 乳液 1g 滴加到 49g 水中，也没有得到透明或半透明的超微乳液。

#### 比较例 1-2

除未使用 (B) 亲油性非离子型表面活性剂以外，其他与实施例 1-1 同样操作。

结果，成为 W/O 乳液相的组合物，而没有得到单相微乳液相的组合物。另外，将得到的 W/O 乳液 1g 滴加到 49g 水中，也没有得到透明或半透明的超微乳液。

#### 比较例 1-3

除未使用 (D) 水性溶剂以外，其他与实施例 1-1 同样操作。

结果，当添加 0.91 份 (E) 水时，虽然发生向 O/W 相的相转变，但成为层状液晶相组合物，而没有得到单相微乳液相的组合物。另外，将得到的层状液晶相组合物 1g 滴加到 49g 水中，也没能得到透明或半透明的超微乳液。

#### 比较例 1-4

除使用 10 份甘油作为 (D) 水性溶剂以外，其他与实施例 1-1 同样操作。

另外，上述 (D) 甘油与 (C) 聚二甲基硅氧烷不相溶，而且，上述 (A) POE (20) 异硬脂酸甘油酯在 10% (D) 甘油 (400 摩尔) 水溶液中的临界胶束浓度 (c.m.c) 为 0.25g/100g，比在水中的临界胶束浓度 0.26g/100g 低 0.01g/100g。

结果，当添加 7.83 份 (E) 水时，虽然发生向 O/W 相的相转变，但成为层状液晶相组合物，没有得到单相微乳液相的组合物。另外，即使将得到的层状液晶相组合物 1g 滴加到 49g 水中，也没能得到透明

或半透明的超微乳液。

将上述实施例 1-1 至 1-5 以及比较例 1-1 至 1-4 的试验结果与各种组合物的配合组成一起总结于下表 1 中。另外，评价内容如下。

#### 单相微乳液组合物的生成

确认实施例 1-1 至 1-5 以及比较例 1-1 至 1-4 生成的乳液组合物是否形成单相微乳液相。

○形成单相微乳液相。

×未形成单相微乳液相。

#### 超微乳液的生成（添加到水中时）

将实施例 1-1 至 1-5 以及比较例 1-1 至 1-4 生成的乳液组合物 1g 添加到 49g 离子交换水中，搅拌，确认是否生成超微乳液。

○生成透明或半透明的超微乳液。

×未生成透明或半透明的超微乳液。

[表 1]

	实施例					比较例			
	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-1	1-2	1-3	1-4
(A) POE(20)异硬脂酸甘油酯: HLB14	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	-	4.0	4.0	4.0
(B) POE 聚甲基硅氧烷共聚物: HLB5	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0		6.0	6.0
(C) 聚二甲基硅氧烷	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
(D) POE(14)POP(7)二甲基醚 1,3-丁二醇	6.0	-	-	-	-	6.0	6.0	-	-
异戊二醇	-	6.0	-	-	-	-	-	-	-
双丙甘醇	-	-	6.0	-	-	-	-	-	-
聚乙二醇 400	-	-	-	6.0	-	-	-	-	-
甘油	-	-	-	-	6.0	-	-	-	6.0
(E) 水	12.5	1.82	1.89	3.00	7.83			0.91	9.63
生成单相微乳液组合物	○	○	○	○	○	×	×	×	×
生成超微乳液(添加至水中时)	○	○	○	○	○	×	×	×	×

如上述表 1 所示，使用本发明的 (A) 至 (E) 的实施例 1-1 至 1-5 均得到良好的单相微乳液相的组合物。而且，将实施例 1-1 至 1-5 得到的单相微乳液组合物添加至水中时，可以得到透明性良好的超微乳液。

与此相对，没有配合 (A) 亲水性非离子型表面活性剂的比较例

1-1、没有配合(B)亲油性非离子型表面活性剂的比较例1-2、以及没有配合(D)水性溶剂的比较例1-3虽然进行了同样的操作,但没有形成单相微乳液相。

另外,使用甘油作为(D)水性溶剂的比较例1-4也没有形成单相微乳液相。

可以认为是下述原因:(A)POE(20)异硬脂酸甘油酯在甘油中的临界胶束浓度(c.m.c)比在水中的低,水相中的(A)亲水性非离子型表面活性剂的临界胶束浓度(c.m.c)不因(E)水的添加而降低,因此吸附于水相-油相界面的(A)亲水性非离子型表面活性剂与(B)亲油性非离子型表面活性剂的平衡无法均等,从而发生向O/W相的相转变。

而且,即使将比较例1-1至1-4得到的乳液添加到水中,也没有得到透明性良好的超微乳液。

另外,对将上述实施例1-1至1-5的单相微乳液组合物添加到水中得到的超微乳液在各种温度条件下进行了经时稳定性的评价,结果总结于下表2。另外,评价内容如下。

#### 水中的经时稳定性

将得到的单相微乳液组合物1g添加到49g离子交换水中,搅拌,在各种温度条件下放置一个月,通过下述评价基准评价经时稳定性。

- ◎: 外观完全未见变化
- : 外观稍稍变化(混浊)
- △: 观察到油浮
- ×: 完全分离

[表 2]

水中经时稳定性	实施例				
	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5
· 0℃, 1个月	◎	◎	◎	◎	◎
· 室温, 1个月	◎	◎	◎	◎	◎
· 37℃, 1个月	◎	◎	◎	◎	◎
· 50℃, 1个月	○	◎	◎	◎	◎
· M1cycle, 1个月	◎	◎	◎	◎	◎

如上述表 2 所示，通过将采用本发明的 (A) 至 (E) 的实施例 1-1 至 1-5 的单相微乳液组合物添加至水中得到的超微乳液都在宽的温度区域长期稳定，经时稳定性好。

由上可知，调节 (A) 亲水性非离子型表面活性剂、(B) 亲油性非离子型表面活性剂、(C) 油分、(D) 与上述油分不相溶、且上述亲水性非离子型表面活性剂在其中的的临界胶束浓度 (c.m.c) 比在水中的高的水性溶剂、和 (E) 水为适当的比例，由此可制备热力学稳定的单相微乳液相，而且，将得到的单相微乳液添加到水中时，可得到稳定性优异的超微乳液。

## 2. O/W 超微乳液外用剂的制备

接着，本发明人使用上述实施例 1-1 的单相微乳液 2g，添加到普通的美容液的水性配方 48g 中，由此制备 O/W 超微乳液的美容液，对透过率、经时稳定性进行了评价。将最终的配合组成和评价结果一并列于表 2。评价内容如下。

### 透过率

使用 Color-Eye7000A (マクベス公司制造)，测定得到的美容液的透过率 ( $\Delta E\%$ )。

### 经时稳定性

将得到的美容液 50g 装至容器中，在室温下放置 1 个月，利用下述评价基准，评价经时稳定性。

- ◎：外观完全未见变化
- ：外观稍稍变化 (混浊)
- △：观察到油浮
- ×：完全分离

[表 3]

美容液	配合量(质量%)
1,3-丁二醇	2.88
甘油	1.92
离子交换水	93.44
羧基乙烯基聚合物	0.0288
氢氧化钾	0.0096
聚二甲基硅氧烷	0.92
聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物	0.552
POE(20)异硬脂酸甘油酯	0.368
POE(14)POP(7)二甲基醚	0.92
透过率 ( $\Delta E\%$ )	85.0
经时稳定性(室温, 1个月)	◎

由上述表 3 可知, 将实施例 1-1 的 O/W 单相微乳液组合物添加至水性配方中得到的美容液透明性高, 经时稳定性也好。

由上可知, 通过将本发明的 O/W 单相微乳液添加到 (F) 水性配方中, 可制成透明性、稳定性优良的 O/W 超微乳液外用剂。

## 实施例 2

以下, 列举本发明单相微乳液组合物的其他实施例, 进一步说明本发明, 但本发明并不限于此。

### 实施例 2-1

	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、シリコン KF96-A6T)	31.4
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	18.9
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制, エマレックス GWIS-120)	12.6
(4)1,3-丁二醇	31.4
(5)离子交换水	5.7

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,即得到以聚二甲基硅氧烷为外相的单相微乳液。

#### 实施例 2-2

	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、シリコン KF96-A6T)	31.4
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	18.8
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制,エマレックス GWIS-120)	12.5
(4)异戊二醇	31.4
(5)离子交换水	5.9

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,即得到以聚二甲基硅氧烷为外相的单相微乳液。

#### 实施例 2-3

	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、シリコン KF96-A6T)	30.3
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	18.2
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制,エマレックス GWIS-120)	12.1
(4)双丙甘醇	30.3
(5)离子交换水	9.1

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,即得到以聚二甲基硅氧烷为外相的单相微乳液。

#### 实施例 2-4

	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷	26.4



(信越化学株式会社制、シリコン KF96-A6T)	
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物	15.9
(信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯	10.6
(日本エマルジョン株式会社, エマレックス GWIS-120)	
(4)聚乙二醇 400	26.4
(5)离子交换水	20.7

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,得到聚二甲基硅氧烷为外相的单相微乳液。

#### 实施例 2-5

	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷	23.5
(信越化学株式会社制、シリコン KF96-A6T)	
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物	14.1
(信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯	9.4
(日本エマルジョン株式会社制, エマレックス GWIS-120)	
(4)聚氧乙烯(14摩尔)聚氧丙烯(7摩尔)二甲基醚	23.5
(5)离子交换水	29.4

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,即得到以聚二甲基硅氧烷为外相的单相微乳液。

#### 实施例 2-6

	配合量(质量%)
(1)十甲基五硅氧烷	25.3
(信越化学株式会社制、KF995)	
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物	12.6
(信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯	12.6
(日本エマルジョン株式会社制, エマレックス	

**GWIS-120)**

(4)聚乙二醇 400	25.3
(5)离子交换水	24.1

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,即得到以十甲基五硅氧烷为外相的单相微乳液。

## 实施例 2-7

	配合量(质量%)
(1)十甲基五硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF995)	23.3
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	11.7
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制,エマレックス GWIS-120)	11.7
(4)聚氧乙烯(14摩尔)聚氧丙烯(7摩尔)二甲基醚	23.3
(5)离子交换水	30.1

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,即得到以十甲基五硅氧烷为外相的单相微乳液。

## 实施例 2-8

	配合量(质量%)
(1)聚甲基苯基硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF-56)	32.0
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	19.2
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制,エマレックス GWIS-120)	12.8
(4)1,3-丁二醇	32.0
(5)离子交换水	3.9

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,即得到以聚甲基苯基硅氧烷为外相的单相微乳液。

### 实施例 2-9

	配合量(质量%)
(1)聚甲基苯基硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF-56)	30.9
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	18.5
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制, エマレックス GWIS-120)	12.3
(4)1,3-丁二醇	30.9
(5)离子交换水	7.4

仅将上述(1)至(5)在室温混合、放置,即得到以聚甲基苯基硅氧烷为外相的单相微乳液。

### 实施例 3

以下,列举本发明的单相微乳液组合物的配方例进一步说明,但本发明并不限于此。

#### 实施例 3-1

沐浴剂	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF-96-A6T)	18.5
(2)角鲨烷	5.0
(3)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	14.0
(4)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制, エマレックス GWIS-120)	9.4
(5)聚氧乙烯(14摩尔)聚氧丙烯(7摩尔)二甲基 醚	23.5
(6)香料	0.1
(7)离子交换水	29.4

将上述(1)至(7)在室温下混合,得到由单相微乳液构成的透

明沐浴剂。如将本沐浴剂添加至浴槽中，则油分迅速扩散为淡蓝色的超微乳液，次日浴槽中也没有油浮。

### 实施例 3-2

透明漂洗剂	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF-96-A6T)	20.6
(2)高聚合聚二甲基硅氧烷(信越化学株式会社制、G-20)	2.3
(3)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	13.7
(4)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制、エマレックス GWIS-120)	9.1
(5)1,3-丁二醇	22.9
(6)离子交换水	31.4

将上述(1)至(6)在室温下混合，得到由单相微乳液构成的透明漂洗剂。本漂洗剂触感光滑。

### 实施例 3-3

清洁油	配合量(质量%)
(1)十甲基五硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF995)	23.3
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	14.0
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制、エマレックス GWIS-120)	9.4
(4)聚乙二醇 400	23.5
(5)香料	0.1
(6)离子交换水	29.4

将上述(1)至(6)在室温下混合，得到由单相微乳液构成的清洁油。本清洁油化妆洗涤效果优异，特别是冲洗快。

### 实施例 4

以下，列举本发明的 O/W 超微乳液外用剂的配方例进行进一步说明，但本发明并不限于此。

#### 实施例 4-1

美容液	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF96-A6T)	1.2
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	0.76
(3)聚氧乙烯(20 摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制，エマレックス GWIS-120)	0.5
(4)1,3-丁二醇	3.0
(5)甘油	4.0
(6)羧基乙烯基聚合物	0.03
(7)氢氧化钾	0.01
(8)凝血酸	0.1
(9)香料	0.1
(10)离子交换水	90.31

搅拌成份(1)至(4)，慢慢加入离子交换水，得到透明的微乳液后，将其加入(5)至(10)的美容液基剂中，得到美容液。所得美容液稳定，且使用感湿润。

#### 实施例 4-2

乳油	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF96-A6T)	3.14
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	1.88
(3)聚氧乙烯(20 摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制，エマレックス GWIS-120)	1.25
(4)异戊二醇	3.14
(5)甘油	5.0

(6)羧基乙烯基聚合物	1.0
(7)氢氧化钾	0.3
(8)春黄菊提取液	0.1
(9)香料	0.1
(10)离子交换水	84.09

搅拌成份(1)至(4),慢慢加入离子交换水,得到透明的微乳液后,将其加入(5)至(10)的乳油基剂中,得到乳油。所得乳油稳定,且使用感湿润。

#### 实施例 4-3

洗液	配合量(质量%)
(1)十甲基环五硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF-995)	12.1
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	1.88
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制,エマレックス GWIS-120)	1.25
(4)聚乙二醇 400	6.0
(5)月桂酰 N-甲基牛磺酸钠	0.5
(6)香料	0.1
(7)离子交换水	68.7

搅拌成份(1)至(4),慢慢加入离子交换水,得到透明的微乳液后,将其加入(5)至(7)的洗液基剂中,得到洗液。所得洗液稳定,且使用感湿润。

#### 实施例 4-4

漂洗剂	配合量(质量%)
(1)聚二甲基硅氧烷 (信越化学株式会社制、KF96-A6T)	2.06
(2)高聚合聚二甲基硅氧烷(信越化学株式会社制、G20)	0.23
(3)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制、シリコン SC9450)	1.37

(4)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制, エマレックス GWIS-120)	0.91
(5)1,3-丁二醇	2.29
(6)高聚合度二甲基硅氧烷·甲基(氨基丙基)硅氧 烷共聚物	0.2
(7)硬化菜子油醇	3.0
(8)甘油	3.5
(9)3-甲基-1,3-丁二醇	5.0
(10)羟基硬脂酸	0.5
(11)2-乙基己酸十六烷基酯	1.0
(12)异壬酸异壬酯	0.5
(13)センサマ-(ナルコ公司制, CI-50)	0.2
(14)硬脂酸二甲基氨基丙基酰胺	1.0
(15)マ-コ-ト 550(カルゴン公司制造)	1.0
(16)L-谷氨酸	0.5
(17)苯氧基乙醇	0.5
(18)卵磷脂	0.1
(19)香料	0.1
(20)色素	0.1
(21)离子交换水	79.6

搅拌成份(1)至(5), 慢慢加入离子交换水, 得到透明的微乳液后, 将其加入(6)至(21)的漂洗剂基剂中, 得到漂洗剂。所得漂洗剂稳定, 且触感顺滑。

#### 实施例 4-5

洗面剂	配合量(质量%)
(1)十甲基环五硅氧烷 (信越化学株式会社制, KF-995)	0.25
(2)聚氧乙烯·聚甲基硅氧烷共聚物 (信越化学株式会社制, シリコン SC9450)	0.13
(3)聚氧乙烯(20摩尔)异硬脂酸甘油酯 (日本エマルジョン株式会社制, エマレックス)	0.13

**GWIS-120)**

<b>(4)聚乙二醇 400</b>	<b>0.25</b>
<b>(5)甘油</b>	<b>6.0</b>
<b>(6)双丙甘醇</b>	<b>4.0</b>
<b>(7)异硬脂酸</b>	<b>2.0</b>
<b>(8)月桂酸</b>	<b>8.0</b>
<b>(9)肉豆蔻酸</b>	<b>9.0</b>
<b>(10)二异硬脂酸聚乙二醇酯</b>	<b>4.0</b>
<b>(11)椰子油脂肪酸二乙醇酰胺</b>	<b>2.5</b>
<b>(12)椰子油脂肪酸肌氨酸三乙醇胺</b>	<b>10.0</b>
<b>(13)2-烷基-N-羧甲基-N-羟乙基咪唑啉内铵盐</b>	<b>13.0</b>
<b>(14)氯化二甲基亚甲基吡啶鎓液</b>	<b>0.5</b>
<b>(15)三乙醇胺</b>	<b>12.4</b>
<b>(16)氯化钠</b>	<b>0.5</b>
<b>(17)依地酸三钠</b>	<b>0.01</b>
<b>(18)香料</b>	<b>0.1</b>
<b>(19)离子交换水</b>	<b>27.61</b>

搅拌成份(1)至(4),慢慢加入离子交换水,得到透明的微乳液后,将其加入(5)至(19)的洗面剂基剂中,得到洗面剂。所得洗面剂稳定,且使用感湿润。



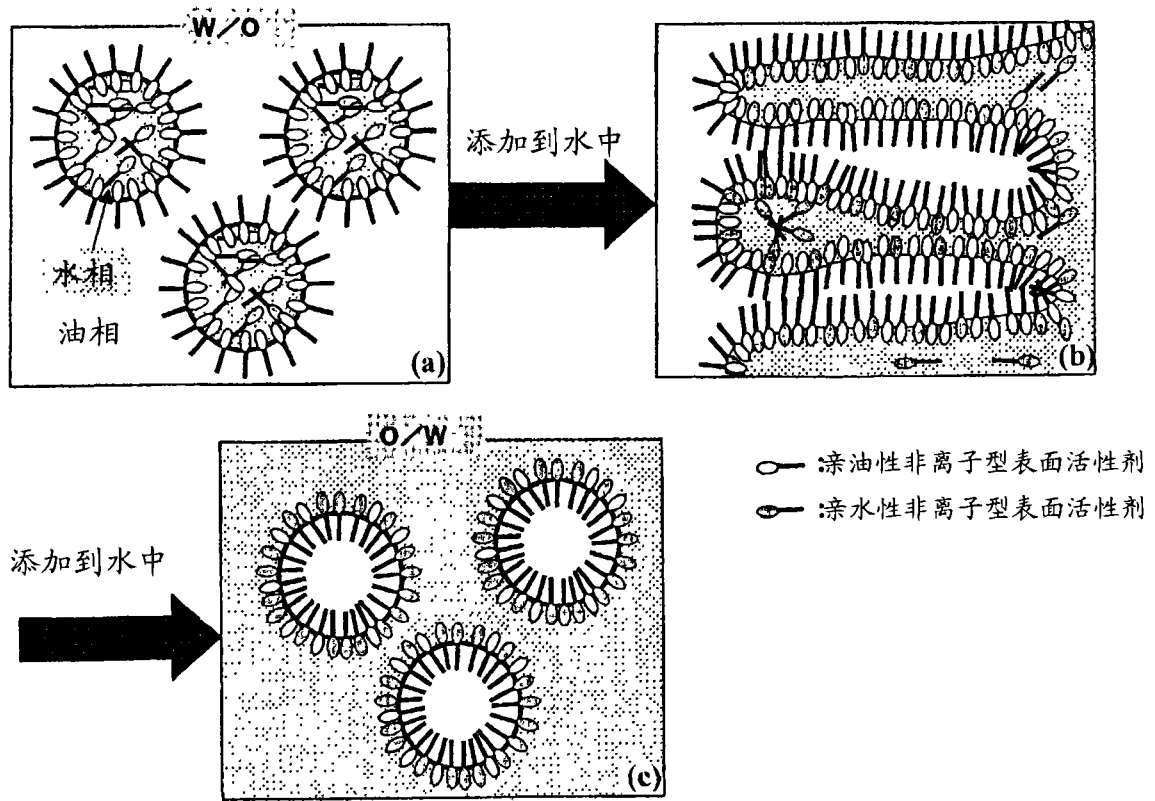


图 1

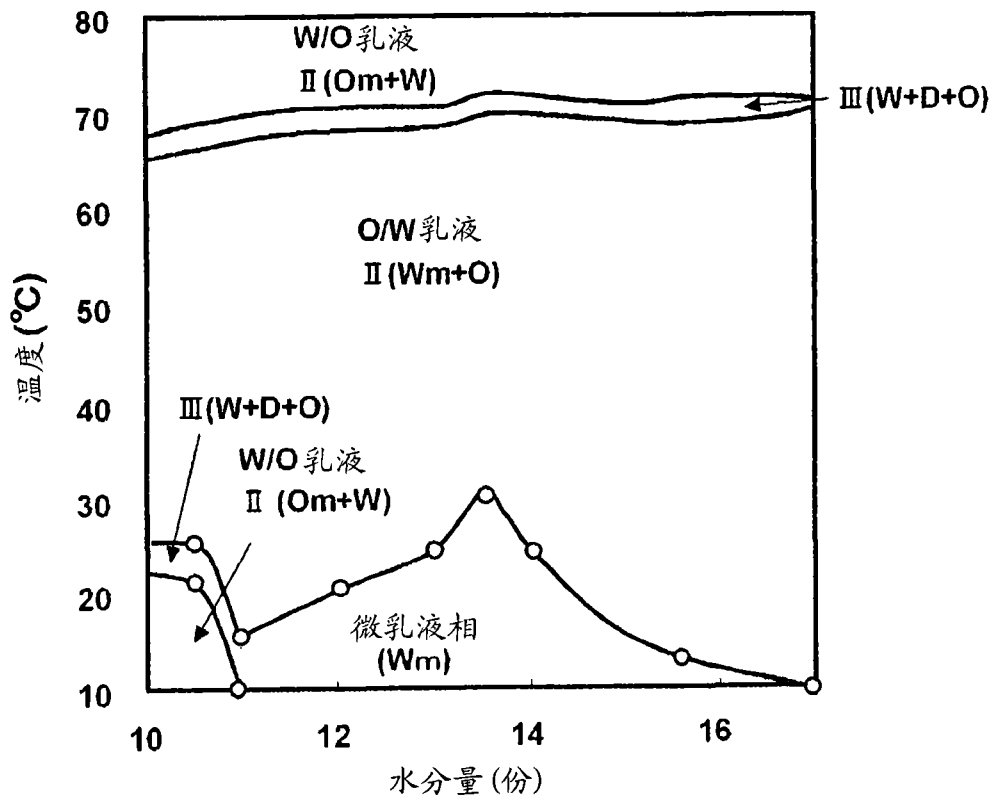


图 2

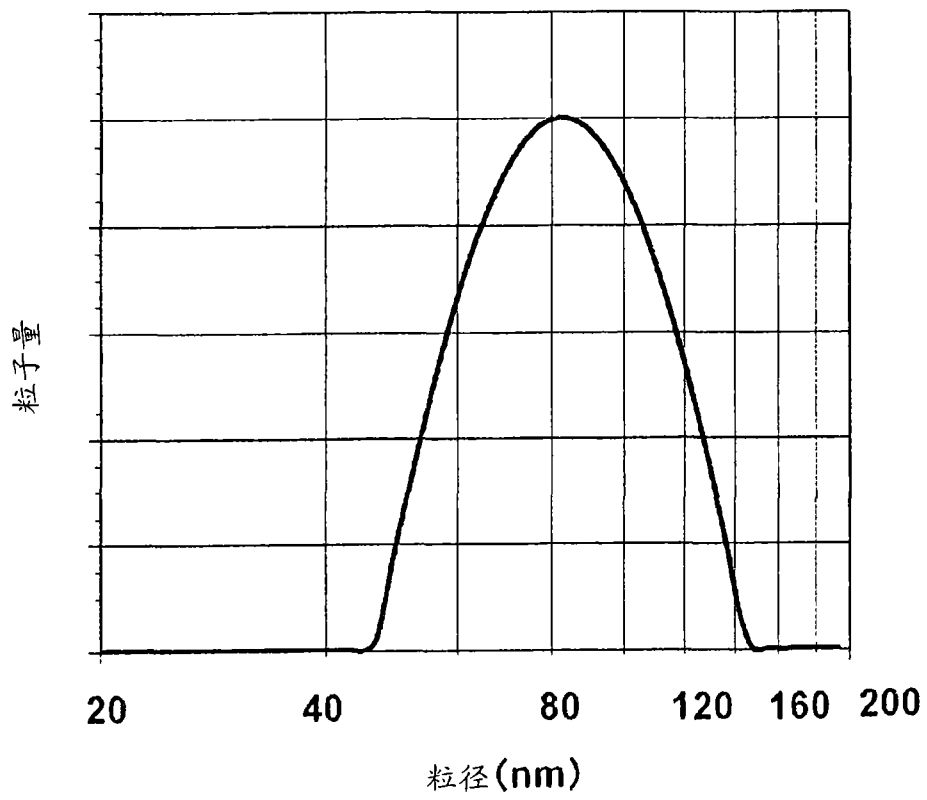


图 3