

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3824340号  
(P3824340)

(45) 発行日 平成18年9月20日(2006.9.20)

(24) 登録日 平成18年7月7日(2006.7.7)

(51) Int. Cl.

A 6 1 K 8/89 (2006.01)

F I

A 6 1 K 8/89

請求項の数 3 (全 12 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平7-277121                  (22) 出願日 平成7年9月29日(1995.9.29)                  (65) 公開番号 特開平9-95433                  (43) 公開日 平成9年4月8日(1997.4.8)                  審査請求日 平成13年5月16日(2001.5.16)                  審判番号 不服2003-15526(P2003-15526/J1)                  審判請求日 平成15年8月11日(2003.8.11)</p>	<p>(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 100090527                  弁理士 館野 千恵子                  (72) 発明者 中村 忠司                  神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地                  株式会社資生堂 第一リサーチセンター                  内                  (72) 発明者 伊藤 建三                  神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地                  株式会社資生堂 第一リサーチセンター                  内</p>
---	--

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 油中水型乳化化粧品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 平均粒径2.0~5.0 μmで粒径分布1~15 μmのオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体と(B) 平均粒径0.2 μm以下の疎水化シリカ粉体とからなり、(A) 対 (B) の割合が重量比で1:0.1~1:5である混合粉体と、(C) 動植物油、流動パラフィン、スクワラン、脂肪酸エステル類、極性オイル、シリコン油から選ばれる油と、(D) ソルビタン脂肪酸エステル類、グリセロール脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリエーテル系シリコン活性剤から選ばれ、HLBが7以下の乳化剤と、(E) 水とからなることを特徴とする油中水型乳化化粧品。

【請求項2】

(A) + (B) からなる混合粉体対(C) 油の割合が重量比で1:5~1:30である請求項1記載の油中水型乳化化粧品。

【請求項3】

(A) + (B) + (C) の配合量が9.0~90.0重量%、(D) HLBが7以下の乳化剤の配合量が0.1~5.0重量%、(E) 水の配合量が9.0~90.0重量%である請求項2記載の油中水型乳化化粧品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は油中水型乳化化粧品に関し、さらに詳細には、外相の粘度を高めることなく、良

好な乳化状態を呈し、温度や経時による変化がなく、のびのよい良好な使用感を有する油中水型乳化化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】

従来、油中水型乳化化粧料は、外相（油相）の粘度を高くし、固形・半固形型油分を配合することで安定性の高いものを得ていたため、油っぽく・べたつく使用感となり、化粧料としての評価は低かった。しかしその後、比較的多くの水相を含有し、かつ油相中の固形・半固形油分を大幅に少なくすることの可能な乳化法として、特開昭53-21393号「油中水型乳化剤組成物」、特開昭61-129033号「油中水型乳化組成物」などが開発された。しかしながら、これらの乳化組成物を含有する乳化化粧料も同様に外相の粘度を高くして安定性の高いものを得ていたため、肌への塗布時に伸びが悪く、さっぱり感が足りないという欠点があった。このため、外相の粘度を低くしても安定性が良好であり、伸びがよく、使用感の良好な油中水型乳化化粧料の開発が望まれていた。

10

【0003】

【課題を解決するための手段】

本発明は前記従来の技術の課題に鑑みなされたものであり、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、吸油性が高い粉体でありかつ粒径の異なる粉体を特定の重量比で組み合わせた混合粉体と油とを用いることで外相の粘度を高めることなく、伸びのよい使用感で、かつ安定性が良好な油中水型乳化化粧料が得られることを見出し、本発明を完成した。

【0004】

すなわち本発明は、(A)平均粒径2.0~5.0 $\mu\text{m}$ で粒径分布1~15 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体と(B)平均粒径0.2 $\mu\text{m}$ 以下の疎水化シリカ粉体とからなり、(A)対(B)の割合が重量比で1:0.1~1:5である混合粉体と、(C)油と、(D)HLBが7以下の乳化剤と、(E)水とからなることを特徴とする油中水型乳化化粧料である。

20

【0005】

以下本発明の構成について詳述する。

本発明の(A)成分である平均粒径2.0~5.0 $\mu\text{m}$ で粒径分布1~15 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体の詳細は特公平4-66446号公報、特開平2-243612号公報および特公平4-17162号公報に記載されており、市販品としては、例えば、トレフィルE-505C、トレフィルE-506C(東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社製商品名)が挙げられる。

30

【0006】

また、(B)成分である平均粒径0.2 $\mu\text{m}$ 以下の疎水化シリカ粉体は、表面の親水性水酸基をトリメチルシリル化あるいはジメチルシリル化されたもので、具体的には、トリメチルシリル化されたものでは、AEROSIL R813(日本アエロジル株式会社製商品名)、ジメチルシリル化されたものではAEROSIL R972、R974(日本アエロジル株式会社製商品名)などが挙げられる。

【0007】

(A)成分および(B)成分は、混合して用いられ、その範囲は、(A)対(B)の割合が重量比で1:0.1~1:5、更に好ましくは1:0.1~1:3である。(A)と(B)の混合比が(A)1に対し(B)0.1未満であれば安定性的に悪い傾向となり、5以上であれば、使用感触的にべたつきを生じる。

40

【0008】

本発明に配合される(C)成分の油分としては、動植物油としてアボガド油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、月見草油、ミンク油、ホホバ油、ナタネ油、ヒマシ油、ヒマワリ油、カカオ油、ヤシ油、コメヌカ油、オリーブ油、ラノリン、スクワレン等の天然動植物油脂類、流動パラフィン、スクワラン、ミリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸イソプロピル、2エチルヘキサン酸グリセロール、トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル、テトラ2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリット

50

等の脂肪酸エステル類、ジエチレングリコールモノプロピルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンペンタエリスリトールエーテル、ポリオキシプロピレンブチルエーテル、リノール酸エチル等の極性オイル、その他ジメチルポリシロキサン、環状ジメチルポリシロキサンなどのシリコン油などを挙げることができる。

これらの油分は、上記混合粉末(A) + (B)と(C)の割合が1 : 5 ~ 1 : 30(重量比)、さらに好ましくは1 : 6 ~ 1 : 20(重量比)で配合することが望ましい。(A) + (B) 1に対し(C) 5未満の場合、および30を超えた場合はいずれも乳化安定性が悪くなる傾向がある。本発明において、(A) + (B) + (C)の配合量は、90.0 ~ 99.0重量%が望ましい。

#### 【0009】

本発明の油中水型乳化化粧料中に配合される(D)成分のHLBが7以下の乳化剤としては、ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノオレート、ソルビタンモノイソステアレート、ソルビタントリステアレートなどのソルビタン脂肪酸エステル類、グリセロールモノステアレート、グリセロールモノオレート、グリセロールイソステアレートなどのグリセロール脂肪酸エステル類、POE(5)、POE(7.5)、POE(10)硬化ヒマシ油などのポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリエーテル系のシリコン活性剤などが挙げられる。その配合量は、系全体の0.1 ~ 5.0重量%が好ましい。

#### 【0010】

本発明の(E)成分である水は、系中に90.0 ~ 99.0重量%配合される。

#### 【0011】

本発明の油中水型乳化化粧料には、前記必須成分の他に、パラアミノ安息香酸、ホモメチル-7N-アセチルアラントイラニレート、ブチルメトキシベンゾイルメタン、ジ-パラメトキシケイヒ酸-モノ-2-エチルヘキサ酸グリセリル、アミルサリシレート、オクチルシンナメート、2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン等の紫外線吸収剤、グリセリン、1,3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、ソルビトール、キシレトール、マルチトール等の保湿剤、メチルセルロース、アラビアガム、ポリビニルアルコール、モンモリロナイト、ラポナイト等の増粘剤、ブチルヒドロキシトルエン、トコフェロール、フィチン酸等の酸化防止剤、安息香酸、サリチル酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル(エチルパラベン、ブチルパラベン等)、ヘキサクロロフェン等の抗菌防腐剤、アシルサルコシン酸例えばラウロイルコシンナトリウム)、グルタチオン、クエン酸、リンゴ酸、酒石酸、乳酸等の有機酸、ビタミンAおよびその誘導体、ビタミンB<sub>6</sub>塩酸塩、ビタミンB<sub>6</sub>トリパルミテート、ビタミンB<sub>6</sub>ジオクタノエート、ビタミンB<sub>2</sub>およびその誘導体、ビタミンB<sub>12</sub>、ビタミンB<sub>15</sub>およびその誘導体等のビタミンB類、アスコルビン酸、アスコルビン酸硫酸エステル(塩)、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等のビタミンC類、 $\alpha$ -トコフェロール、 $\beta$ -トコフェロール、 $\gamma$ -トコフェロール、ビタミンE-アセテート、ビタミンE-ニコチネート等のビタミンE類、ビタミンD類、ビタミンH、パントテン酸、パントテチン等のビタミン類、ニコチン酸アミド、ニコチン酸ベンジル、 $\alpha$ -オリザノール、アラントイン、グリチルリチン酸(塩)、グリチルレチン酸およびその誘導体、ヒノキチオール、ムシジン、ピサポロール、ユーカリプトール、チモールイノシトール、パントテルエチルエーテル、エチニルエストラジオール、セファランジン、プラセンタエキス等の各種薬剤、ギシギシ、クララ、コウホネ、オレンジ、セージ、ノコギリ草、ゼニアオイ、センキュウ、センブリ、タイム、トウキ、トウヒ、パーチ、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、サワラ等の、有機溶媒、アルコール、多価アルコール、水、水性アルコール等で抽出した天然エキス、色素など本発明の効果を損なわない範囲で配合することができる。

#### 【0012】

##### 【実施例】

次に、本発明を実施例および比較例によりさらに詳細に説明する。なお、%とあるのは、全て重量%を意味する。実施例に先立ち、本発明で用いた評価法を説明する。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 1 3 】

## 〔 評価法 〕

女性専門パネル約 10 人により以下の評価基準に基づいて使用性の評価を行った。

## (1) 使用感

## 1 肌上でののび

：非常にのびがよい。

：のびがよい。

：ややのびがよい。

×：のびが悪い。

## 2 べたつき

：非常にべたつきが少ない。

：べたつきが少ない。

：ややべたつく。

×：べたつく。

10

## 【 0 0 1 4 】

## (2) 乳化安定性

クリームを、それぞれ 50 、 37 、 室温および 0 で 1 ヶ月間放置し、その安定性を評価した。

：外観異常なし。

：一部でわずかに油浮きしている。

：油浮きしている。

×：分離している。

20

## 【 0 0 1 5 】

実施例 1 ~ 6 、 比較例 1 ~ 8

表 1 ~ 表 3 に記載した配合処方により乳液を調製し、使用感および乳化安定性を評価した。その結果を表 4 に示す。なお、オルガノポリシロキサンエスター球状粉体としては、トレフィル E - 505 C を用いた。

## 【 0 0 1 6 】

## 【 表 1 】

成分 (%)	実施例						
	1	2	3	4	5	6	
スクワラン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
ワセリン	—	—	—	—	—	—	10
マイクロクリスタリンワックス	—	—	—	—	—	—	
ミリスチン酸イソプロピル	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
2-エチルヘキサン酸セチル	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
有機ナノシリカエラストマー球状粉体	2.0	3.5	2.0	0.5	3.0	0.2	
ジメチルシリル化シリカ粉体	1.0	0.5	2.0	2.5	2.0	0.7	
グリセロールイソステアレート (HLB=4)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	20
L-グルタミン酸モノナトリウム	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部	
ジプロピレングリコール	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
ベントン38	—	—	—	—	—	—	

【0017】

【表2】

30

成分 (%)	比較例						
	1	2	3	4	5	6	
スクワラン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
ワセリン	5.0	5.0	—	—	—	—	10
マイクロクリスタリンワックス	5.0	2.0	—	—	—	—	
ミリスチン酸イソプロピル	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
2-エチルヘキサン酸セチル	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
セカノールシリカエラストマー球状粉体	—	—	7.0	3.0	—	—	
ジメチルシリル化シリカ粉体	—	—	—	—	6.0	2.0	
グリセロールイソステアレート (HLB=4)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	20
L-グルタミン酸モノナトリウム	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部	
ジプロピレングリコール	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
ベントン38	—	2.0	—	—	—	—	

【 0 0 1 8 】

【 表 3 】

30

成分 (%)	比較例		
	7	8	
スクワラン	10.0	10.0	
ワセリン	—	—	10
マイクロクリスタリンワックス	—	—	
ミリスチン酸イソプロピル	5.0	5.0	
2-エチルヘキサン酸セチル	10.0	10.0	
デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0	5.0	
メカニカルシリカナノ粒子球状粉体	2.0	0.3	
ジメチルシリル化シリカ粉体	0.1	2.0	
グリセロールイソステアレート (HLB=4)	3.0	3.0	20
L-グルタミン酸モノナトリウム	1.0	1.0	
精製水	残部	残部	
ジプロピレングリコール	10.0	10.0	
ベントン38	—	—	

【0019】

【表4】

30

評価	(1)使用感		(2)乳化安定性				
	肌上でののび	べたつき	0℃	室温	37℃	50℃	
実施例 1	◎	◎	◎	◎	◎	◎	10
実施例 2	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例 3	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例 4	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
実施例 5	◎	◎	○	◎	◎	○	
実施例 6	◎	○	◎	◎	◎	○	
比較例 1	△	△	△	△	△	×	20
比較例 2	△	△	◎	◎	○	○	
比較例 3	△	◎	◎	◎	○	△	
比較例 4	○	◎	○	○	○	△	
比較例 5	×	×	○	◎	○	△	
比較例 6	△	△	○	◎	○	△	
比較例 7	◎	◎	○	○	○	△	
比較例 8	○	○	◎	◎	○	△	

30

【 0 0 2 0 】



## 実施例7 保湿クリーム

(1) 精製水	残部	
(2) 食塩	1.0	重量%
(3) 乳酸Na	1.0	
(4) プロピレングリコール	10.0	
(5) 流動パラフィン	15.0	
(6) セチル-2-エチルヘキサノエート	10.0	10
(7) ペンタエリスリトール		
テトラ-2-エチルヘキサノエート	3.0	
(8) メチルフェニルポリシロキサン	3.0	
(9) デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0	
(10) トレフィルE-505C	2.5	
(11) アエロジルR972	2.0	
(12) グリセロールモノオレート(HLB=5.5)	3.5	20
(13) ビタミンE-アセテート	適量	
(14) メチルパラベン	適量	
(15) 香料	適量	

(製法)

(5),(6),(7),(8),(9),(12),(13),(15)を室温にて混合した油相に、(10),(11)の粉体を徐添しながら均一に分散を行う。その後、(1)に(2),(3)を溶解したものに、(4)に(14)を溶解したものを加えた水相を前記油相に徐添し、ホモミキサーで均一分散後、乳化粒子を整え、保湿クリームを得る。

【0021】

## 実施例8 乳液

	残部	
(1) 精製水		
(2) 食塩	0.5	重量%
(3) グルタミン酸Na	0.5	
(4) プロピレングリコール	8.0	
(5) スクワレン	10.0	
(6) ペンタエリスリトール		10
テトラ-2-エチルヘキサノエート	15.0	
(7) メチルフェニルポリシロキサン	5.0	
(8) オクタメチルシクロテトラシロキサン	5.0	
(9) トレフィルE-505C	1.5	
(10) アエロジルR972	0.5	
(11) ジメチルポリシロキサリキシルリ重合体(HLB=3)	3.0	
(12) アスコルビン酸リン酸マグネシウム	適量	20
(13) メチルパラベン	適量	
(14) 香料	適量	

(製法)

(5),(6),(7),(8),(11),(14)を室温にて混合した油相に、(9),(10)の粉体を徐添しながら均一に分散を行う。その後、(1)に(2),(3),(12)を溶解したものに、(4)に(13)を溶解したものを加えた水相を前記油相に徐添し、ホモミキサーで均一分散後、乳化粒子を整え、乳液を得る。

【0022】

30

## 実施例9 日焼け防止用乳液

	残部	
(1) 精製水		
(2) ポリエチレングリコール6000	1.0	重量%
(3) プロピレングリコール	8.0	
(4) ペンタエリスリトール		
テトラ-2-エチルヘキサノエート	10.0	
(5) セチル-2-エチルヘキサノエート	5.0	10
(6) スクワラン	5.0	
(7) スクワラン	5.0	
(8) トレフィルE-506C	1.5	
(9) アエロジルR972	0.5	
(10) ジメチル <sup>®</sup> リシキサル <sup>®</sup> リキジアル <sup>®</sup> の重合体(HLB=3)	3.0	
(11) オクチルメトキシシンナメート	適量	
(12) 2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン	適量	20
(13) メチルパラベン	適量	
(14) 香料	適量	

## (製法)

(4),(5),(6),(7),(10),(14)を室温にて混合した油相に、(4)の一部に溶解した(11),(12)を混合し、(8),(9)の粉体を徐添しながら均一に分散を行う。その後、(1)に(2)を溶解したものに、(3)に(13)を溶解したものを加えた水相を前記油相に徐添しホモミキサーで均一分散後、乳化粒子を整え、日焼け防止用乳液を得る。

## 【0023】

## 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、良好な乳化状態を呈し、温度や経時による変化がなく、のびのよい良好な使用感を有する油中水型乳化化粧料を得ることができる。

---

フロントページの続き

合議体  
審判長 塚中 哲雄  
審判官 弘實 謙二  
審判官 谷口 博

- (56)参考文献 特開平03 - 072942 (JP, A)  
特開平07 - 061907 (JP, A)  
特開平03 - 261707 (JP, A)  
特開平06 - 040847 (JP, A)  
特開平02 - 243612 (JP, A)  
特開昭61 - 194009 (JP, A)  
特開昭63 - 313710 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)  
A61K8/89