

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B1)

(11)特許番号
特許第7346772号
(P7346772)

(45)発行日 令和5年9月19日(2023.9.19)

(24)登録日 令和5年9月8日(2023.9.8)

(51)国際特許分類	F I
C 0 7 C 69/40 (2006.01)	C 0 7 C 69/40
C 0 7 C 69/44 (2006.01)	C 0 7 C 69/44
C 0 7 C 69/50 (2006.01)	C 0 7 C 69/50
C 0 7 C 69/58 (2006.01)	C 0 7 C 69/58
C 0 7 C 69/533 (2006.01)	C 0 7 C 69/533

請求項の数 5 (全28頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2023-536886(P2023-536886)	(73)特許権者 000204181 太陽化学株式会社 三重県四日市市山田町 8 0 0 番
(86)(22)出願日 令和5年2月8日(2023.2.8)	
(86)国際出願番号 PCT/JP2023/004240	(74)代理人 100095832 弁理士 細田 芳徳
審査請求日 令和5年6月16日(2023.6.16)	(72)発明者 今尾 彩恵 三重県四日市市山田町 8 0 0 番 太陽化学株式会社内
(31)優先権主張番号 特願2022-50592(P2022-50592)	(72)発明者 松本 善行 三重県四日市市山田町 8 0 0 番 太陽化学株式会社内
(32)優先日 令和4年3月25日(2022.3.25)	(72)発明者 樋口 智則 三重県四日市市山田町 8 0 0 番 太陽化学株式会社内
(33)優先権主張国・地域又は機関 日本国(JP)	審査官 三須 大樹
早期審査対象出願	最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸をエステル化した化合物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸のエステルであって、下記(A)～(D)を満たす、化合物。

(A) ポリグリセリンの平均重合度が 2 ~ 2 0

(B) 全脂肪酸のうち、炭素数 1 8 ~ 2 2 の不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸の合計割合が 7 0 質量%以上

(C) ポリグリセリンと脂肪酸の質量比(ポリグリセリン:脂肪酸)が 1 : 0 . 7 ~ 1 : 1 . 5

(D) ジカルボン酸の炭素数が 4 ~ 1 2 であり、ポリグリセリンに対するモル比(ジカルボン酸/ポリグリセリン)が 0 . 0 1 ~ 0 . 3 0

10

【請求項 2】

ジカルボン酸が、コハク酸、マレイン酸、アジピン酸、セバシン酸、及びドデカン二酸からなる群より選択される 1 種以上である、請求項 1 記載の化合物。

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 記載の化合物と油剤を含有する、組成物。

【請求項 4】

請求項 1 又は 2 記載の化合物を含有する、化粧品。

【請求項 5】

請求項 3 記載の組成物を含有する、化粧品。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸をエステル化した化合物、該化合物を含有する組成物、並びにこれらを含有する化粧品に関する。

【背景技術】

【0002】

クレンジング化粧品は、様々なタイプがあるが、メイクを落とす効果が高く、且つ容易に洗い流せるオイルタイプが主流である。例えば、(A)；炭素数が8～10の脂肪酸と平均重合度が4～10のポリグリセリンからなるポリグリセリンジ脂肪酸エステルと、(B)；炭素数が18～22の脂肪酸と平均重合度が8～15のポリグリセリンからなるエステル化したポリグリセリンジ脂肪酸エステルと、(C)；油剤、とを含有する油性クレンジング化粧品において、(A)：(B)が12：5～1：1であることを特徴とする油性クレンジング化粧品が提案されている(特許文献1)。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【文献】特開2017-206450号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0004】

しかしながら、特許文献1の油性クレンジング化粧品では、2種類のポリグリセリン脂肪酸エステルを配合する必要があるが、また、眼刺激性に問題がある場合もあることが分かった。従って、更なる改善が求められる。

【0005】

本発明の課題は、眼刺激性が少なく、且つエステル油へ配合した際に分離することなく安定性に優れた新規の化合物を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は下記[1]～[3]に関する。

30

[1] ポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸のエステルであって、下記(A)～(D)を満たす、化合物。

(A) ポリグリセリンの平均重合度が2～20

(B) 全脂肪酸のうち、炭素数18～22の不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸の合計割合が70質量%以上

(C) ポリグリセリンと脂肪酸の質量比(ポリグリセリン：脂肪酸)が1：0.7～1：1.5

(D) ジカルボン酸の炭素数が4～12であり、ポリグリセリンに対するモル比(ジカルボン酸/ポリグリセリン)が0.01～0.30

[2] [1]記載の化合物と油剤を含有する、組成物。

40

[3] [1]記載の化合物又は[2]記載の組成物を含有する、化粧品。

【発明の効果】

【0007】

本発明によれば、眼刺激性が少なく、且つエステル油へ配合した際に分離することなく安定性に優れた新規の化合物を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【0008】

本発明者らが上記課題について鋭意検討したところ、特定のポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸のエステルを用いることで、眼刺激性が少なく、且つエステル油へ配合した際に分離することなく安定性に優れたことを新たに見出した。かかるメカニズムは不明

50

であるが、本発明の化合物における構成脂肪酸中の多くの割合を占める不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸の眼刺激性が低いことが推定される。

【0009】

本発明の化合物は、ポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸のエステルであって、下記(A)～(D)を満たす。

(A) ポリグリセリンの平均重合度が2～20

(B) 全脂肪酸のうち、炭素数18～22の不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸の合計割合が70質量%以上

(C) ポリグリセリンと脂肪酸の質量比(ポリグリセリン：脂肪酸)が1：0.7～1：1.5

(D) ジカルボン酸の炭素数が4～12であり、ポリグリセリンに対するモル比(ジカルボン酸/ポリグリセリン)が0.01～0.30

【0010】

本発明の化合物に係るポリグリセリンの平均重合度は、使用感及び安定性の観点から、2～20、好ましくは3～20、より好ましくは4～10である。本明細書におけるポリグリセリンの平均重合度とは、末端基分析法による水酸基価から算出されるポリグリセリンの平均重合度であり、(式1)及び(式2)から算出した平均重合度である。

(式1) 平均重合度 = $(112.2 \times 10^3 - 18 \times \text{水酸基価}) / (74 \times \text{水酸基価} - 56.1 \times 10^3)$

(式2) 水酸基価 = $(a - b) \times 28.05 / \text{試料の採取量 (g)}$

a：空試験による0.5N水酸化カリウム溶液の消費量(ml)

b：本試験による0.5N水酸化カリウム溶液の消費量(ml)

上記(式1)中の水酸基価は社団法人日本油化学会編「日本油化学会制定 基準油脂分析試験法(I)1996年度版」に準じて(式2)で算出される。」

【0011】

本発明の化合物に係る脂肪酸として、炭素数18～22の不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸(即ち、直鎖の不飽和脂肪酸、分岐鎖の飽和脂肪酸、分岐鎖の不飽和脂肪酸)が挙げられる。本発明の化合物に係る脂肪酸は、使用感及び安定性の観点から、炭素数18～22の不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸の合計割合が、全脂肪酸のうち、70質量%以上であり、好ましくは75～100質量%、より好ましくは85～100質量%である。炭素数18～22の不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸としては、イソステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、リシノレイン酸、エルカ酸などが挙げられ、1種又は2種以上を含有することができる。

【0012】

本発明の化合物に係る脂肪酸としては、炭素数18～22の不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸の他、飽和脂肪酸、ヒドロキシ脂肪酸及びこれらの重合物や共重合物などが挙げられ、好ましくは炭素数が14～24の飽和脂肪酸、炭素数が9～22のヒドロキシ脂肪酸であり、重合物や共重合物における重合度は、好ましくは2～8、より好ましくは5～8である。具体的には、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ヒドロキシステアリン酸、ポリヒドロキシステアリン酸などが挙げられ、1種又は2種以上を含有することができる。これらの脂肪酸は、使用感及び安定性の観点から、全脂肪酸のうち、好ましくは0～30質量%、好ましくは0～25質量%、より好ましくは0～15質量%である。

【0013】

本発明の化合物におけるポリグリセリンと脂肪酸の質量比(ポリグリセリン：脂肪酸)は、使用感及び安定性の観点から、1：0.7～1：1.5であり、好ましくは1：0.7～1：1.2である。

【0014】

本発明の化合物に係るジカルボン酸として、炭素数4～12で直鎖又は分岐鎖の飽和又は不飽和のジカルボン酸が挙げられる。具体的には、コハク酸、マレイン酸、アジピン酸、セバシン酸、ドデカン二酸などが挙げられ、1種又は2種以上を含有することができる。

【0015】

本発明の化合物に係るジカルボン酸のポリグリセリンに対するモル比（ジカルボン酸 / ポリグリセリン）は、使用感及び安定性の観点から、0.01 ~ 0.30であり、好ましくは0.1 ~ 0.27好ましくは0.15 ~ 0.24である。

【0016】

本発明の化合物は、ポリグリセリン脂肪酸エステル一般的な合成法により、上記のポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸とをエステル化反応させることで得ることができ、公知の方法に従ってさらに精製してもよい。例えば、原料となるポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸にアルカリ等の触媒を加え、常圧もしくは減圧下、200以上においてエステル化反応を行うことで製造することが可能である。

10

【0017】

本発明の化合物は、眼刺激性が少なく、且つエステル油へ配合した際に分離することなく安定性に優れるため、エステル油を用いた油性の化粧品に好適に使用することができるが、エステル油以外の油剤を用いた油性化粧品や、乳化化粧品など油性以外の化粧品に使用することもできる。化粧品としては、スキンケア製品、皮膚洗浄料、メイクアップ化粧品、毛髪化粧品など幅広く使用が可能である。例えば、クレンジングオイル、クレンジングオイルジェル、クレンジングバーム、クレンジングミルク、クレンジングリキッド、乳液、ボディミルク、バスオイル、バスミルク、ヘアオイル、ヘアバームなどが挙げられる。なお、本発明の化合物は、化粧品の用途に限定されるものではなく、他の用途において使用されてもよい。

20

【0018】

本発明においては、本発明の化合物と油剤を含有する組成物についても開示するものである。

【0019】

本発明の組成物における本発明の化合物の含有量は、好ましくは0.05 ~ 30質量%、より好ましくは0.05 ~ 25質量%である。

【0020】

本発明の組成物における本発明の化合物の含有量は、油剤100質量部に対して、好ましくは1 ~ 30質量部、より好ましくは2 ~ 25質量部である。

【0021】

本発明の組成物における油剤としては、エステル油、炭化水素油、動植物油、シリコン油、高級アルコール、脂肪酸、ロウなどが挙げられ、好ましくはエステル油、炭化水素油、動植物油である。

30

【0022】

エステル油としては、アジピン酸ジエチルヘキシル、アジピン酸ジイソプロピル、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸ジ2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジヘプチルウンデシル、アボカド油脂肪酸エチル、安息香酸アルキル、イソステアリルグリセリル、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プロピル、イソステアリン酸オクチルドデシル、イソステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソステアリル、イソステアリン酸グリセリル、イソステアリン酸コレステリル、イソノナン酸イソトリデシル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソデシル、イソノナン酸トリデシル、イソパルミチン酸エチルヘキシル、イソペラルゴン酸エチルヘキシル、エチルヘキサ酸セチル、エルカ酸オクチルドデシル、エチルヘキサ酸セトステアリル、エチレングリコール脂肪酸エステル、エルカ酸オクチルドデシル、エチルヘキサ酸アルキル（C14, C16, C18）、エチルヘキサ酸イソセチル、エチルヘキサ酸セテアリル、エチルヘキサ酸ステアリル、エチルヘキサ酸イソステアリル、オリーブ油脂肪酸デシル、オリーブ油脂肪酸オクチルドデシル、オレイン酸エチル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、オレイン酸フィトステリル、（カプリル酸 / カプリン酸）グリセリズ、カプリン酸セチル、カプリル酸セチル、コハク酸ジエチルヘキシル、コハク酸ポリプロピレングリコールオリゴエステル、酢酸ラノリン、ジイソステアリン酸グリセリル、

40

50

ジイソステアリン酸ネオペンチルグリコール、ジカプリル酸プロピレングリコール、ジカプリ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、ジエチルヘキサン酸エチレングリコール、ジオレイン酸エチレングリコール、ジカプリン酸プロピレングリコール、ジメチルエチルヘキサン酸ヘキシルデシル、ジメチルエチルヘキサン酸オクチルドデシル、ジベラルゴン酸プロピレングリコール、ステアリン酸ヘキシルデシル、炭酸ジアルキル、ノナイソステアリン酸デカグリセリル、デカイソステアリン酸デカグリセリル、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ジグリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソステアリン酸ジグリセリル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、トリオレイン酸グリセリル、トリカプリル酸グリセリル、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、乳酸ラウリル、乳酸オクチルドデシル、ネオデカン酸ヘキシルデシル、パルミチン酸イソステアリル、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、パルミチン酸イソセチル、ヒドロキシステアリン酸エチルヘキシル、ミリスチン酸イソトリデシル、ミリスチン酸イソセチル、ミリスチン酸イソステアリル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ラウリン酸イソステアリル、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、ラウリン酸メチルヘプチル、リシノレイン酸オクチルドデシル、リノール酸トコフェロール、リシノール酸オクチルドデシル、リンゴ酸ジイソステアリルなどが挙げられ、好ましくは、エチルヘキサン酸セチル、パルミチン酸エチルヘキシル、トリ(カプリル/カプリン酸)グリセリル、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、ラウリン酸ヘキシルである。

10

20

【0023】

炭化水素油としては、イソドデカン、水添ポリイソブテン、スクワラン、セレシン、パラフィン、プリスタン、流動パラフィン、流動イソパラフィンワセリンなどが挙げられ、好ましくは、流動パラフィンである。

【0024】

動植物油としては、アボガド油、アマニ油、アルガン油、アーモンド油、エゴマ油、オリーブ油、オレンジラフィー油、カカオ脂、キャロット油、キューカンバー油、牛脂、ココナッツ油、グレープシード油、ゴマ油、小麦胚芽油、コメヌカ油、サザンカ油、サフラワー油、シア脂、ダイズ油、タートル油、チョウジ油、茶油、月見草油、ツバキ油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、ハトムギ油、パーム油、パーム核油、ピーナッツ油、ヒマシ油、ヒマワリ油、ヘーゼルナッツ油、マカデミアナッツ油、ミンク油、メドウフォーム油、綿実油、ヤシ油、ローズヒップ油、乳脂、ハトムギ油、ホホバ油、ラベンダー油、卵黄油、米油、ラノリン、ローズマリー油が挙げられ、好ましくは、オリーブ油、サフラワー油、ツバキ油、菜種油、パーム油、ヒマシ油、ヒマワリ油、ホホバ油、ヤシ油である。

30

【0025】

本発明の組成物における油剤の含有量は、用途によって好適範囲が異なる。例えば、油性化粧料用の組成物における油剤の含有量としては、35～99質量%、50～98質量%などとすることができる。また、乳化化粧料用の組成物における油剤の含有量としては、例えば、0.1～20質量%、0.5～15質量%などとすることができる。

【0026】

本発明の組成物は、上記成分以外にポリグリセリン脂肪酸エステルを更に含有することができる。使用感及び安定性の観点から、炭素数18～22の不飽和脂肪酸及び/又は分岐脂肪酸を有するポリグリセリン脂肪酸エステルが好ましい。また、ポリグリセリン脂肪酸エステルのHLBは、好ましくは2～18、より好ましくは5～13である。このようなポリグリセリン脂肪酸エステルとしては、オレイン酸ポリグリセリル-2、セスキオレイン酸ポリグリセリル-2、オレイン酸ポリグリセリル-5、ジオレイン酸ポリグリセリル-5、トリオレイン酸ポリグリセリル-5、ステアリン酸ポリグリセリル-10、オレイン酸ポリグリセリル-10、ジオレイン酸ポリグリセリル-10、ペンタオレイン酸ポリグリセリル-10、ジイソステアリン酸ポリグリセリル-10などが挙げられる。当該ポリグリセリン脂肪酸エステルの含有量は好ましくは0.05～20質量%、より好まし

40

50

くは 0.1 ~ 15 質量% である。

【0027】

本発明の組成物は、用途に応じて、任意に他の成分を更に含有することができる。例えば、化粧品用組成物である場合には、上記各種成分の他、水、界面活性剤、多価アルコール、水性ゲル化剤、油性ゲル化剤、粉体、抗酸化剤、着色剤、キレート剤、清涼剤、増粘剤、植物抽出液、ビタミン類、中和剤、保湿剤、抗炎症剤、pH調整剤、アミノ酸、紫外線吸収剤、防腐剤、抗菌剤、香料など、化粧品に用いることができる任意成分を更に含むことができる。

【0028】

多価アルコールとしては、グリセリン、ジグリセリン、トリグリセリン、ポリグリセリン、1,3-ブチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ペンタンジオール、イソプレングリコール、エリスリトール、ソルビトール、マルチトール、ラクトース、フラクトース、マルトースなどが挙げられ、好ましくは、グリセリン、ジグリセリンである。

10

【0029】

増粘剤としては、(ベヘン酸/エイコサン二酸)グリセリル、(ベヘン酸/エイコサン二酸)ポリグリセリル-10、パルミチン酸デキストリン、ステアリン酸イヌリン、ミリスチン酸デキストリン、オクタデカ(ベヘン酸/ヒドロキシステアリン酸)ポリグリセリル-20などが挙げられる。

20

【0030】

本発明の組成物は、常法により本発明の化合物と油剤を混合して調製することができる。

【0031】

本発明の組成物についても、本発明の化合物と同様、油性の化粧品に好適に使用することができるが、乳化化粧品など油性以外の化粧品に使用することもできる。また、本発明の組成物をそのまま化粧品として使用してもよいし、上記のような任意成分を更に含有させたものを化粧品とすることもできる。なお、本発明の組成物は、化粧品の用途に限定されるものではなく、他の用途において使用されてもよい。

【0032】

本発明の化粧品の製造方法としては、上記各成分を含有させる工程を含む製造方法が挙げられる。ここで、「上記各成分を含有させる工程」とは、予め調製された本発明の組成物を添加する態様の他、上記各成分を個別に配合して調製する態様も含まれる。

30

【0033】

また、本発明では、上記各成分を含有させる工程を含む油性化粧品の眼刺激性を低減する方法、使用感を向上する方法、安定性を向上する方法についても開示するものである。

【実施例】

【0034】

以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0035】

化合物1~17、化合物A~Dの調製

表1~3に示すように、脂肪酸、ジカルボン酸、ポリグリセリンを反応フラスコに入れ、アルカリ触媒を加え、260 でエステル化反応することにより化合物を得た。化合物の酸価はすべて1以下であった。

40

【0036】

化合物E~Gの調製

ジカルボン酸を用いない以外は上記と同様にして、化合物を得た。

【0037】

表1~3における表記については以下のとおりである。

(C18-22不飽和または分岐脂肪酸(1)の項)

50

isoC18 : イソステアリン酸

C18:1 : オレイン酸

(その他脂肪酸(2)の項)

C18 : ステアリン酸

C18OH : ヒドロキシステアリン酸

C18OH(6) : ポリヒドロキシステアリン酸 (重合度 : 6)

(ジカルボン酸の項)

C10:セバシン酸

C4:コハク酸

C6:アジピン酸

【 0 0 3 8 】

10

20

30

40

50

【表 1】

表 1

	化合物1	化合物2	化合物3	化合物4	化合物5	化合物6	化合物7	化合物8	化合物9
ポリグリセリン重合度	4	10	20	2	3	4	4	4	4
C18-22不飽和または分岐脂肪酸 (1)	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18	C18:1	isoC18	isoC18	isoC18
その他脂肪酸 (2)	-	-	-	-	-	-	C18	C18	C18
脂肪酸 (1) : (2) の配合比	100:0	100:0	100:0	100:0	100:0	100:0	98.4:1.6	86.6:13.4	71.9:28.1
ポリグリセリン : 脂肪酸(1)+(2) 質量比	1 : 0.91	1 : 0.79	1 : 0.78	1 : 0.91	1 : 0.90	1 : 0.90	1 : 0.91	1 : 0.93	1 : 0.93
ジカルボン酸	C10	C10	C10	C10	C10	C10	C10	C10	C10
ポリグリセリンに対するジカルボン酸のモル比	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20

【 0 0 3 9 】

10

20

30

40

50

【表 2】

表 2

	化合物10	化合物11	化合物12	化合物13	化合物14	化合物15	化合物16	化合物17
ポリグリセリン重合度	4	4	4	4	4	4	4	4
C18-22不飽和または分岐脂肪酸 (1)	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18
その他脂肪酸 (2)	C18OH	C18OH(6)	-	-	-	-	-	-
脂肪酸 (1) : (2) の配合比	98.3:1.7	97.6:2.4	100:0	100:0	100:0	100:0	100:0	100:0
ポリグリセリン : 脂肪酸(1)+(2) 質量比	1 : 0.91	1 : 0.91	1 : 0.95	1 : 0.93	1 : 0.91	1 : 0.92	1 : 0.90	1 : 1.2
ジカルボン酸	C10	C10	C4	C6	C10	C10	C10	C10
ポリグリセリンに対するジカルボン酸のモル比	0.20	0.20	0.20	0.20	0.05	0.15	0.25	0.20

【 0 0 4 0 】

10

20

30

40

50

【表 3】

	化合物A	化合物B	化合物C	化合物D	化合物E	化合物F	化合物G
表 3							
ポリグリセリン重合度	4	4	4	4	4	2	6
C18-22不飽和または分岐脂肪酸(1)	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18	isoC18	-	-
その他脂肪酸(2)	C18	-	-	-	-	C8	C8
脂肪酸(1) : (2) の配合比	60.0:40.0	100:0	100:0	100:0	100:0	0:100	0:100
ポリグリセリン:脂肪酸(1)+(2) 質量比	1:0.91	1:0.66	1:2	1:0.91	1:0.91	1:1.04	1:0.92
ジカルボン酸	C10	C10	C10	C10	-	-	-
ポリグリセリンに対するジカルボン酸のモル比	0.20	0.20	0.20	0.40	-	-	-

10

20

30

40

【0041】

油性化粧料の調製 1

実施例 1 ~ 17、比較例 1 ~ 7

表 4 ~ 6 に示すように、表 1 ~ 3 で調製した化合物 15 g とエチルヘキサン酸セチル (エキセパールHO/花王株式会社) 85 g を 70 で加熱溶解し、室温まで攪拌冷却して油性化粧料を調製した。

【0042】

油性化粧料の調製 2

実施例 18 ~ 21

表 7 に示すように、表 1 ~ 3 で調製した化合物以外にポリグリセリン脂肪酸エステルを

50

併用した以外は調製 1 と同様にして油性化粧品を調製した。

【 0 0 4 3 】

油性化粧料の調製 3

実施例 2 2

表 8 に示すように、エチルヘキサン酸セチルに代えて、ミリスチン酸イソセチル (NIKKOL ICM-R/日光ケミカルズ) 及び라우リン酸ヘキシル (SR CRODAMOL HL/クロージャパン) を用いた以外は調製 1 と同様にして油性化粧品を調製した。

【 0 0 4 4 】

油性化粧料の調製 4

実施例 2 3 ~ 3 9、比較例 8 ~ 1 4

9 ~ 1 1 に示すように、上記で調製した化合物 1 5 g と流動パラフィン (モレスコホワイト P - 7 0 / 株式会社 MORESCO) 8 5 g を 7 0 で加熱溶解し、室温まで攪拌冷却して油性化粧品を調製した。

【 0 0 4 5 】

油性化粧料の調製 5

実施例 4 0、4 1

表 1 2 に示すように、上記で調製した化合物とポリグリセリン脂肪酸エステル計 1 5 g と、オリーブ油 (CROPURE OL-LQ-(JP)/クロージャパン株式会社) 8 5 g を 7 0 で加熱溶解し、室温まで攪拌冷却して油性化粧品を調製した。

【 0 0 4 6 】

油性化粧料の調製 6

実施例 4 2、4 3

表 1 3 に示すように、上記で調製した化合物とポリグリセリン脂肪酸エステル計 1 5 g と、トリ (カプリル酸 / カプリン酸) グリセリル (サンオイル MCT-7/太陽化学株式会社) 8 5 g を 7 0 で加熱溶解し、室温まで攪拌冷却して油性化粧品を調製した。

【 0 0 4 7 】

油性化粧料の調製 1 ~ 6 で得られた油性化粧品について、安定性、洗い流し時の感触、眼刺激性についてそれぞれ評価を行った。なお、安定性の評価が「 x 」のものについては、洗い流し時の感触及び眼刺激性の評価は行わず「 - 」と記載した。

【 0 0 4 8 】

< 安定性 >

油性化粧料 1 0 g をバイアル瓶 (容量 2 0 m l、内径 2 . 5 c m) に入れ、安定性を下記評価基準で評価した。結果を表 4 ~ 1 3 に示す。

(評価基準)

: 濁りや分離が見られない

x : 分離している

【 0 0 4 9 】

< 洗い流し時の感触 >

油性化粧料 1 g を手の甲に塗布し、3 0 秒間マッサージした後、水ですすいだ直後の肌感触を下記評価基準で評価した。評価は 1 3 名の専門パネラーで行い、1 3 人中 1 0 人以上が と回答したものを「 3」、1 3 人中 8 ~ 9 人が と回答したものを「 2」、1 3 人中 7 人以下が と回答したものを「 1」とした。結果を表 4 ~ 1 1 に示す。

(評価基準)

: べとつきがなく、さっぱりする

: わずかにべとつきが残る

x : べとつく

【 0 0 5 0 】

< 眼刺激性 >

適量の油性化粧品を眼元に馴染ませた時の眼刺激性を下記評価基準で評価した。評価は 1 3 名の専門パネラーで行い、1 3 人中 1 0 人以上が と回答したものを「 3」、1 3 人

10

20

30

40

50

中 8 ~ 9 人が と回答したものを「 2 」、13人中7人以下が と回答したものを「 1 」とした。結果を表 4 ~ 11 に示す。

(評価基準)

○ : 眼が痛くない

○ : わずかに眼が痛い

× : 眼が痛い

【 0 0 5 1 】

実施例 1 及び 2.2 の油性化粧料については、更に、乳化時の白濁度合い、耐水性、乳化粒子径についても確認した。

【 0 0 5 2 】

< 乳化時の白濁度合い >

油性化粧料 0.1 g を人工皮革に塗り広げる。水での洗い流しを想定し、2 g の水を人工皮革に注ぐ。この時の白濁度合いを目視で確認し評価した。結果を表 4、8 に示す。

(評価基準)

3 : 白濁に乳化する

2 : やや白濁に乳化する

1 : 白濁に乳化しない

【 0 0 5 3 】

< 耐水性 >

水で濡れた手での使用を想定し、油性化粧料をバイアル瓶 (容量 20 ml、内径 2.5 cm) に 5 g 入れ、少量ずつ水を添加しながら攪拌を行ったものを調製し、目視にて透明を維持する限界加水率を下記式より求め、下記基準により評価した。結果を表 4、8 に示す。

加水率 (%) = 加水量 (g) / 5 × 100

(評価基準)

○ : 加水率 30 % 以上

○ : 加水率 20 - 30 % 未満

○ : 加水率 10 - 20 % 未満

× : 10 % 未満

【 0 0 5 4 】

< 乳化粒子径 >

油性化粧料をバイアル瓶 (容量 100 ml、内径 3.2 cm) に 1 g 入れた。水を 99 g 添加し 20 回の振とう後、粒度分布計 (BECKMAN COULTER LS 13320) により粒度分布を測定した。求められる平均径を乳化粒子径とした。結果を表 4、8 に示す。

【 0 0 5 5 】

10

20

30

40

50

【 表 4 】

表 4

	実施例1 化合物1	実施例2 化合物2	実施例3 化合物3	実施例4 化合物4	実施例5 化合物5	実施例6 化合物6	実施例7 化合物7	実施例8 化合物8	実施例9 化合物9
化合物の種類									
化合物の配合割合 (質量%)	15	15	15	15	15	15	15	15	15
エチルヘキサノ酸セチルの配合割合 (質量%)	85	85	85	85	85	85	85	85	85
安定性	○	○	○	○	○	○	○	○	○
洗い流し時の感触	3	3	2	1	2	3	3	3	2
眼刺激性	3	3	3	3	3	3	3	3	3
乳化時の白濁度合い	3	-	-	-	-	-	-	-	-
耐水性	◎	-	-	-	-	-	-	-	-
乳化粒子径(μm)	0.40	-	-	-	-	-	-	-	-

【 0 0 5 6 】

10

20

30

40

50

【 表 5 】

表 5

	実施例10	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15	実施例16	実施例17
化合物の種類	化合物10	化合物11	化合物12	化合物13	化合物14	化合物15	化合物16	化合物17
化合物の配合割合 (質量%)	15	15	15	15	15	15	15	15
エチルヘキサン酸セチルの配合割合 (質量%)	85	85	85	85	85	85	85	85
安定性	○	○	○	○	○	○	○	○
洗い流し時の感触	2	3	2	3	1	2	2	2
眼刺激性	3	3	3	3	3	3	3	3

【 0 0 5 7 】

10

20

30

40

50

【表 6】

表 6

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
化合物の種類	化合物 A	化合物 B	化合物 C	化合物 D	化合物 E	化合物 F	化合物 G
化合物の配合割合 (質量%)	15	15	15	15	15	15	15
エチルヘキサノ酸セチルの配合割合 (質量%)	85	85	85	85	85	85	85
安定性	x	x	x	x	x	○	○
洗い流し時の感触	-	-	-	-	-	1	1
眼刺激性	-	-	-	-	-	1	2

【 0 0 5 8 】

10

20

30

40

50

【表 7】

化合物の種類 化合物の配合割合 (質量%)	実施例18		実施例19		実施例20		実施例21	
	化合物1	化合物2	化合物1	化合物2	化合物1	化合物2	化合物1	化合物2
化合物と併用するポリグリセリン脂肪酸エステル	14	14	14	14	9	9	9	9
ポリグリセリン脂肪酸エステルの配合割合 (質量%)	1	1	1	1	6	6	6	6
エチルヘキサン酸セチルの配合割合 (質量%)	85	85	85	85	85	85	85	85
安定性	○	○	○	○	○	○	○	○
洗い流し時の感触	3	3	3	3	3	3	3	3
眼刺激性	3	3	3	3	3	3	3	3

【 0 0 5 9 】

10

20

30

40

50

【表 8】

表 8

	実施例22
化合物の種類	化合物 1
化合物の配合割合 (質量%)	15
ミリスチン酸イソセチルの配合割合 (質量%)	49
ラウリン酸ヘキシルの配合割合 (質量%)	36
安定性	○
洗い流し時の感触	3
眼刺激性	3
乳化時の白濁度合い	3
耐水性	◎
乳化粒子径(μm)	0.49

10

【 0 0 6 0 】

20

30

40

50

【表 9】

表 9

	実施例23	実施例24	実施例25	実施例26	実施例27	実施例28	実施例29	実施例30	実施例31
化合物の種類	化合物1	化合物2	化合物3	化合物4	化合物5	化合物6	化合物7	化合物8	化合物9
化合物の配合割合 (質量%)	15	15	15	15	15	15	15	15	15
流動パラフィンの配合割合 (質量%)	85	85	85	85	85	85	85	85	85
安定性	○	○	○	○	○	○	○	○	○
洗い流し時の感触	3	3	2	1	2	3	3	3	2
眼刺激性	3	3	3	3	3	3	3	3	3

【 0 0 6 1 】

10

20

30

40

50

【表 10】

表 10

	実施例32	実施例33	実施例34	実施例35	実施例36	実施例37	実施例38	実施例39
化合物の種類	化合物10	化合物11	化合物12	化合物13	化合物14	化合物15	化合物16	化合物17
化合物の配合割合 (質量%)	15	15	15	15	15	15	15	15
流動パラフィンの配合割合 (質量%)	85	85	85	85	85	85	85	85
安定性	○	○	○	○	○	○	○	○
洗い流し時の感触	3	3	2	3	1	3	2	2
眼刺激性	3	3	3	3	3	3	3	3

【 0 0 6 2 】

10

20

30

40

50

【表 1 1】

表 1 1

	比較例8	比較例9	比較例10	比較例11	比較例12	比較例13	比較例14
化合物の種類	化合物A	化合物B	化合物C	化合物D	化合物E	化合物F	化合物G
化合物の配合割合 (質量%)	15	15	15	15	15	15	15
流動パラフィンの配合割合 (質量%)	85	85	85	85	85	85	85
安定性	x	x	x	x	x	○	○
洗い流し時の感触	-	-	-	-	-	1	1
眼刺激性	-	-	-	-	-	1	2

【 0 0 6 3 】

10

20

30

40

50

【表 1 2】

表 1 2

	実施例40	実施例41
化合物の種類	化合物1	化合物1
化合物の配合割合 (質量%)	2.5	2.5
化合物と併用するポリグリセリン脂肪酸エステル	オレイン酸ポリグリセリル-2 (HLB : 7.0)	セスキオレイン酸ポリグリセリル-2 (HLB : 5.3)
ポリグリセリン脂肪酸エステルの配合割合 (質量%)	12.5	12.5
オリーブ油の配合割合 (質量%)	85	85
安定性	○	○
洗い流し時の感触	3	3
眼刺激性	3	3

10

【 0 0 6 4】

【表 1 3】

表 1 3

	実施例42	実施例43
化合物の種類	化合物1	化合物1
化合物の配合割合 (質量%)	7	7
化合物と併用するポリグリセリン脂肪酸エステル	オレイン酸ポリグリセリル-2 (HLB : 7.0)	セスキオレイン酸ポリグリセリル-2 (HLB : 5.3)
ポリグリセリン脂肪酸エステルの配合割合 (質量%)	8	8
トリ (カプリル酸 / カプリン酸) グリセリルの配合割合 (質量%)	85	85
安定性	○	○
洗い流し時の感触	3	3
眼刺激性	3	3

20

【 0 0 6 5】

表 4 ~ 8 に示すように、化合物 1 ~ 1 7 を用いた実施例 1 ~ 2 2 の油性化粧品については、いずれも眼刺激性が少なく、且つエステル油へ配合した際に分離することなく安定性に優れるものであった。なお、洗い流し時の感触については、評価が 1 のものであっても使用できる水準のものであった。また、実施例 1 及び 2 2 では、乳化時の白濁度合い、耐水性、乳化粒子径についても良好であったことが確認されており、可視的に使用感が良く、濡れた手で使用でき、洗い流し性に優れることが分かった。また、表 9 ~ 1 3 に示すようにエステル油以外の油剤に対しても使用できることが分かった。

30

【 0 0 6 6】

(処方例)

以下に、本発明の化粧品の処方例を挙げる。本発明はこの処方例によって何ら限定されるものではない。なお、配合量は全て製品全量に対する質量%で表している。

【 0 0 6 7】

【表 1 4】

表 1 4

処方例1：耐水性クレンジングオイル

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1	15
エチルヘキサン酸セチル	84
グリセリン	1

40

【 0 0 6 8】

50

【表 1 5】

表 1 5

処方例2：耐水性クレンジングオイル

原料名	配合割合（質量%）
化合物 1 1	15
エチルヘキサン酸セチル	84
グリセリン	1

【0 0 6 9】

10

【表 1 6】

表 1 6

処方例3：耐水性クレンジングオイル

原料名	配合割合（質量%）
化合物 1	15
エチルヘキサン酸セチル	84
水	1

【0 0 7 0】

20

【表 1 7】

表 1 7

処方例4：耐水性クレンジングオイル

原料名	配合割合（質量%）
化合物 1 1	15
エチルヘキサン酸セチル	84
水	1

【0 0 7 1】

30

【表 1 8】

表 1 8

処方例5：植物性クレンジングオイル

原料名	配合割合（質量%）
化合物 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル	60
ヒマワリ種子油	30

【0 0 7 2】

40

【表 1 9】

表 1 9

処方例6：植物性クレンジングオイル

原料名	配合割合（質量%）
化合物 1 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル	60
ヒマワリ種子油	30

【0 0 7 3】

50

【表 2 0】

表 2 0

処方例7：植物性クレンジングバーム

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
トリ (カプリル酸/カプリン酸) グリセリル	54
ヒマワリ種子油	30
ポリエチレン	6

10

【 0 0 7 4】

【表 2 1】

表 2 1

処方例8：植物性クレンジングバーム

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
トリ (カプリル酸/カプリン酸) グリセリル	54
ヒマワリ種子油	30
ポリエチレン	6

20

【 0 0 7 5】

【表 2 2】

表 2 2

処方例9：バスオイル

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1	15
ミネラルオイル	84
香料	1

30

【 0 0 7 6】

【表 2 3】

表 2 3

処方例10：バスオイル

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1 1	15
ミネラルオイル	84
香料	1

【 0 0 7 7】

【表 2 4】

表 2 4

処方例11：ヘアオイル

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
ツバキ種子油	30
トリ (カプリル酸/カプリン酸) グリセリル	30
ヒマワリ種子油	30

40

50

【 0 0 7 8 】

【 表 2 5 】

表 2 5

処方例12：ヘアオイル

原料名	配合割合（質量%）
化合物 1 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
ツバキ種子油	30
トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル	30
ヒマワリ種子油	30

10

【 0 0 7 9 】

【 表 2 6 】

表 2 6

処方例13：ヘアバーム

原料名	配合割合（質量%）
化合物 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
ツバキ種子油	28
トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル	28
ヒマワリ種子油	28
ポリエチレン	6

20

【 0 0 8 0 】

【 表 2 7 】

表 2 7

処方例14：ヘアバーム

原料名	配合割合（質量%）
化合物 1 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
ツバキ種子油	28
トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル	28
ヒマワリ種子油	28
ポリエチレン	6

30

【 0 0 8 1 】

40

50

【表 2 8】

表 2 8
処方例15 : O/W乳液

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1	1.0
ステアリン酸ポリグリセリル-10	1.0
精製水	78.6
グリセリン	2.0
BG	3.0
カルボマー	0.2
キサンタンガム	0.05
防腐剤	0.15
水酸化カリウム 10%水溶液	1.0
スクワラン	4.0
エチルヘキサン酸セチル	3.5
トリエチルヘキサノイン	3.0
オリーブ油	1.0
セチルアルコール	1.0
ジメチコン	0.5

10

【 0 0 8 2】

【表 2 9】

表 2 9
処方例16 : O/W乳液

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1 1	1.0
ステアリン酸ポリグリセリル-10	1.0
精製水	78.6
グリセリン	2.0
BG	3.0
カルボマー	0.2
キサンタンガム	0.05
防腐剤	0.15
水酸化カリウム 10%水溶液	1.0
スクワラン	4.0
エチルヘキサン酸セチル	3.5
トリエチルヘキサノイン	3.0
オリーブ油	1.0
セチルアルコール	1.0
ジメチコン	0.5

20

30

【 0 0 8 3】

【表 3 0】

表 3 0
処方例 1 7 : 耐水性クレンジングオイル(ナチュラルタイプ)

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1 1	16
ミスチン酸イソセチル	36
オリーブ油	5
トリ (カプリル酸/カプリン酸) グリセリル	35
グリセリン	8

40

50

【 0 0 8 4 】

【 表 3 1 】

表 3 1

処方例 1 8 : 耐水性クレンジングオイル(増粘タイプ)

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1 1	15
ミスチン酸イソセチル	30
ラウリン酸メチルヘプチル	15
トリ (カプリル酸/カプリン酸) グリセリル	35.5
(ヘヘン酸/エイコサン二酸)グリセリル	0.5
グリセリン	4

10

【 0 0 8 5 】

【 表 3 2 】

表 3 2

処方例 1 9 : 植物性クレンジングオイル

原料名	配合割合 (質量%)
化合物 1 1	4
オレイン酸ポリグリセリル-2	6
トリ (カプリル酸/カプリン酸) グリセリル	40
ヒマワリ種子油	40
オクチルドデカノール	10

20

【 0 0 8 6 】

処方例 1 ~ 1 9 の化粧品はいずれも眼刺激性及び安定性に優れ、洗い流し時の感触も良好であった。

【 産業上の利用可能性 】

【 0 0 8 7 】

本発明によれば、眼刺激性が少なく、且つエステル油へ配合した際に分離することなく安定性に優れる新規の化合物を提供することができる。

30

40

50

【要約】

ポリグリセリンと脂肪酸及びジカルボン酸のエステルであって、下記(A)～(D)を満たす、化合物。

(A) ポリグリセリンの平均重合度が2～20

(B) 全脂肪酸のうち、炭素数18～22の不飽和脂肪酸及び分岐脂肪酸の合計割合が70質量%以上

(C) ポリグリセリンと脂肪酸の質量比(ポリグリセリン：脂肪酸)が1：0.7～1：1.5

(D) ジカルボン酸の炭素数が4～12であり、ポリグリセリンに対するモル比(ジカルボン酸/ポリグリセリン)が0.01～0.30

本発明によれば、眼刺激性が少なく、且つエステル油へ配合した際に分離することなく安定性に優れた新規の化合物を提供することができる。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I

A 6 1 K	8/39 (2006.01)	A 6 1 K	8/39
A 6 1 K	8/86 (2006.01)	A 6 1 K	8/86
A 6 1 Q	1/14 (2006.01)	A 6 1 Q	1/14

(56)参考文献

中国特許出願公開第 1 1 1 6 2 0 7 8 0 (C N , A)

特開平 1 0 - 2 6 5 3 2 4 (J P , A)

特開平 7 - 2 2 3 9 2 5 (J P , A)

特開昭 5 6 - 0 4 0 6 0 5 (J P , A)

特開 2 0 1 6 - 1 5 5 8 1 9 (J P , A)

特開昭 5 9 - 0 2 7 8 0 7 (J P , A)

特許第 6 9 7 7 1 9 0 (J P , B 2)

特開平 1 0 - 3 0 5 2 2 2 (J P , A)

特開 2 0 0 6 - 2 7 3 7 5 3 (J P , A)

特開 2 0 0 8 - 0 3 1 1 0 2 (J P , A)

国際公開第 2 0 2 2 / 1 7 2 6 4 5 (W O , A 1)

(58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)

C 0 7 C

A 6 1 K

A 6 1 Q