(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 6 月 28 日(28.06.2012)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2012/086579 A1

(51) 国際特許分類:
A61K 8/894 (2006.01) *A61K 8/29* (2006.01)
A61K 8/06 (2006.01) *A61K 8/34* (2006.01)
A61K 8/19 (2006.01) *A61K 8/92* (2006.01)
A61K 8/25 (2006.01) *A61Q 1/12* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2011/079328

(22) 国際出願日: 2011 年 12 月 19 日(19.12.2011)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2010-283916 2010 年 12 月 21 日(21.12.2010) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社 資生堂(SHISEIDO COMPANY, LTD.) [JP/JP]; 〒1048010 東京都中央区銀座７丁目５番５号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 宗 頼子(MUNE, Yoriko) [JP/JP]; 〒2248558 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 Kanagawa (JP). 秦 英夫(HATA, Hideo) [JP/JP]; 〒2248558 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 Kanagawa (JP). 田中 香織(TANAKA, Kaori) [JP/JP]; 〒5330004 大阪府大阪市東淀川区小松２丁目１７番４５号 株式会社資生堂 大阪工場内 Osaka (JP).

(74) 代理人: 岩橋 祐司(IWAHASHI Yuji); 〒2210045 神奈川県横浜市神奈川区神奈川２－１８－１６ Kanagawa (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,

[続葉有]

(54) **Title**: W/O EMULSION TYPE COSMETIC

(54) 発明の名称 : Ｗ／Ｏ乳化化粧料

[図1]

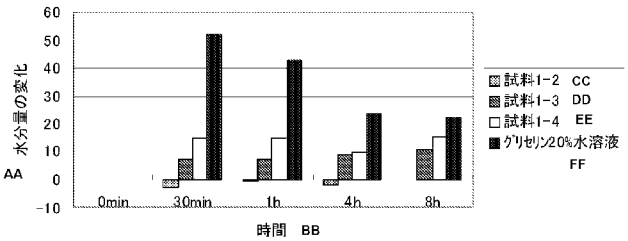


FIG. 1:
AA Change in moisture content
BB Time
CC Sample 1-2
DD Sample 1-3
EE Sample 1-4
FF 20% aqueous glycerin solution

(57) **Abstract**: Provided is a W/O emulsion type cosmetic containing a powder, said W/O emulsion type cosmetic having a high glycerin content, showing a high moisturizing effect with little stickiness and having a high emulsion stability. The W/O emulsion type cosmetic comprises: (A) 0.1-5 mass% of a polyoxyalkylene/alkyl co-modified silicone; (B) 0.1-5 mass% of a polyoxyalkylene modified silicone, provided that the amount of component (B) is 0.2-3 times by mass as much as the amount of component (A); (C) 0.1-60 mass% of the powder; (D) 3-50 mass% of a volatile oil component; (E) 10-35 mass% of glycerin; and (F) water. In addition, the W/O emulsion type cosmetic preferably contains at least one kind of a non-volatile oil component selected from the group consisting of di(2-ethylhexyl) succinate, methylphenylpolysiloxane and dimethylpolysiloxane. Furthermore, the W/O emulsion type cosmetic preferably contains an organic modified clay mineral and glycerin that is siliconized at both terminals.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2012/086579 A1

MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

粉末配合W／O乳化化粧料においてグリセリンを高配合し、保湿効果が高く、べたつきがなく、乳化安定性に優れるW／O乳化化粧料を提供する。本発明のW／O乳化化粧料は、次の成分（Ａ）～（Ｆ）を含有する：（Ａ）ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンが０．１～５質量％；（Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーンが０．１～５質量％であり、且つ（Ａ）に対して０．２～３倍質量；（Ｃ）粉体が０．１～６０質量％；（Ｄ）揮発性油分が３～５０質量％；（Ｅ）グリセリンが１０～３５質量％；及び（Ｆ）水。さらに、コハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン及びジメチルポリシロキサンからなる群から選ばれる少なくとも１種の不揮発性油分を含有することが好適である。また、有機変性粘土鉱物及び両末端シリコーン化グリセリンを含有することが好適である。

明　細　書

発明の名称 ： Ｗ／Ｏ乳化化粧料

関連出願

[0001] 本出願は、２０１０年１２月２１日付け出願の日本国特許出願第２０１０－２８３９１６号の優先権を主張しており、ここに折り込まれるものである。

技術分野

[0002] 本発明はＷ／Ｏ乳化化粧料、特に多量のグリセリンを配合した、保湿効果に優れ、べたつきがなく、乳化安定性にも優れるＷ／Ｏ乳化化粧料に関する。

背景技術

[0003] Ｗ／Ｏ乳化物は、Ｏ／Ｗ乳化物に比して化粧料持ちがよいことから、化粧料、特に、ファンデーションなどのメークアップ化粧料や日焼け止め化粧料において汎用されている。近年では、ファンデーションや日焼け止め化粧料などにおいてもスキンケア効果のあるものが求められており、例えば保湿効果の高いものが求められている。

[0004] グリセリンは、化粧料に配合される代表的な保湿剤である。しかしながら、グリセリンを高配合すると著しくべたついてしまうという問題があった。特に、Ｗ／Ｏ乳化化粧料は油相を連続相としているため、水相を連続相とするＯ／Ｗ乳化化粧料に比べて油分によるべたつきも大きいため、Ｗ／Ｏ乳化化粧料にグリセリンを高配合することはこれまで避けられていた。

[0005] また、ファンデーションや日焼け止め化粧料などは粉末成分が多量に配合されているが、このような化粧料にグリセリンを配合しても、化粧水や乳液などの粉末成分がほとんど含まれていない化粧料に比べるとグリセリンによる保湿効果が十分発揮されないという問題もあった。また、グリセリンを高配合して保湿効果を高めようとすれば、上記のようにべたつきを生じてしまう。

また、W／O乳化化粧料にグリセリンを高配合した場合の乳化安定性も重要である。

[0006] 特許文献１には、特定の紫外線吸収剤と、ジメチルポリシロキサンと、モノエステル油と、シリコーン鎖分岐型アルキル・ポリオキシエチレン変性シリコーンとを含有し、紫外線防御効果、肌へなじみ、耐水性、乳化安定性がよく、べたつきのないW／O型日焼け止め化粧料が記載されている。しかしながら、保湿効果については検討されておらず、グリセリンを高配合することについても全く記載がない。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：ＷＯ２００７／０９１４９０

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、前記背景技術に鑑みなされたものであり、その目的は、グリセリンを高配合し、保湿効果が高く、べたつきがなく、乳化安定性に優れるW／O乳化化粧料を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0009] 前記課題を解決するために、本発明者らが鋭意検討を行った結果、粉体を配合したW／O乳化化粧料において、多量のグリセリンとともに特定の成分を用いることで、保湿効果が高く、しかもべたつきのない乳化安定性に優れるW／O乳化化粧料が得られることが判明した。さらに、特定の不揮発性油分を併用すると、べたつきのなさや乳化安定性を損なうことなく、グリセリンによる保湿効果をさらに向上させることができることも見出した。また、多量のグリセリンによって高温保存で粘度が低下したり、経時的に粉体の凝集を生じる場合があること、特定成分の配合によりこのような粘度低下を抑制し、粉末の分散安定性を改善できることも見出し、本発明を完成するに至った。

[0010] すなわち、本発明は、下記成分（Ａ）～（Ｆ）を含有することを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料を提供する：

（Ａ）ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンが０．１～５質量％；

（Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーンが０．１～５質量％であり、且つ（Ａ）に対して０．２～３倍質量；

（Ｃ）粉体が０．１～６０質量％；

（Ｄ）揮発性油分が３～５０質量％；

（Ｅ）グリセリンが１０～３５質量％；及び

（Ｆ）水。

[0011] また、本発明は、前記Ｗ／Ｏ乳化化粧料において、さらにコハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン及びジメチルポリシロキサンからなる群から選ばれる少なくとも１種の不揮発性油分を含有することを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料を提供する。

また、本発明は、前記Ｗ／Ｏ乳化化粧料において、コハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン及びジメチルポリシロキサンからなる群から選ばれる少なくとも１種の不揮発性油分が、合計で、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中５～２０質量％であることを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料を提供する。

[0012] また、本発明は、前記何れかに記載のＷ／Ｏ乳化化粧料において、さらに有機変性粘土鉱物と、両末端シリコーン化グリセリンと、を含有することを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料を提供する。

また、本発明は、前記Ｗ／Ｏ乳化化粧料において、有機変性粘土鉱物がＷ／Ｏ乳化化粧料中０．０５～２質量％、両末端シリコーン化グリセリンがＷ／Ｏ乳化化粧料中１～２．５質量％であることを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料を提供する。

発明の効果

[0013] 本発明によれば、粉末を配合したＷ／Ｏ乳化化粧料において、特定成分と

ともにグリセリンを高配合することにより、非常に高い保湿効果を有し、べたつきのなさ、乳化安定性にも優れるＷ／Ｏ乳化化粧料を得ることができる。さらに特定の非揮発性油分を配合することにより、べたつきのなさや乳化安定性を損なうことなくグリセリンの保湿効果をさらに向上することができる。また、有機変性粘土鉱物及び両末端シリコーン化グリセリンを配合することにより、高温保存時の粘度低下を抑制でき、また、粉体の分散安定性にも寄与する。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]本発明にかかるＷ／Ｏ乳化化粧料、ならびに２０％グリセリン水溶液（比較例）の塗布直前に対する角質水分量の経時的変化を示す図である。

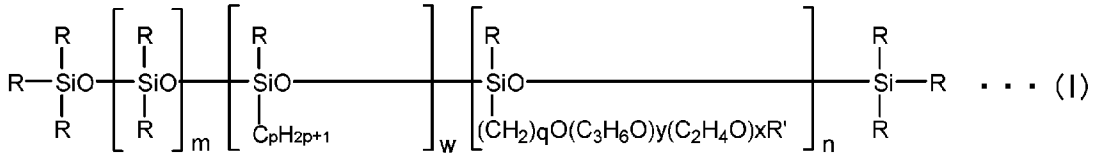
[図2]各種不揮発性油分を配合した場合の塗布直前に対する角質水分量の経時的変化を示す図である。

[図3]不揮発性油分としてコハク酸ジ２－エチルヘキシルを配合したＷ／Ｏファンデーションの塗布直前に対する角質水分量の経時的変化を示す図である。

発明を実施するための形態

[0015] （Ａ）ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーン

本発明において用いられるポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンは、直鎖又は分岐鎖のオルガノポリシロキサンを主骨格として、側鎖にポリオキシアルキレン基と炭素数４以上のアルキル基とを有するものであり、例えば、下記一般式（Ｉ）で示されるものが挙げられる。

[0016] 

[0017] 一般式（Ｉ）において、

Ｒは炭素数１～３のアルキル基又はフェニル基（好ましくはメチル基）；

R’は水素又は炭素数１～１２のアルキル基（好ましくは水素）；

ｐは６～３０（好ましくは１０～１８、特に好ましくは１２～１６）；

ｑは１～５０（好ましくは３）；

ｍは１～１００；

ｎ、ｗ、ｘはそれぞれ１～５０；

ｙは０～５０

である。ポリオキシエチレン、ポリオキシプロピレンの付加順序は特に制限されず、また、ランダム状、ブロック状の何れでもよい。

[0018] 一般式（Ｉ）のポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンの好適な例の一つとして、ＡＢＩＬ　ＥＭ９０（セチルジメチコンコポリオール、独Ｇｏｌｄｓｃｈｍｉｔ社製）が挙げられる。

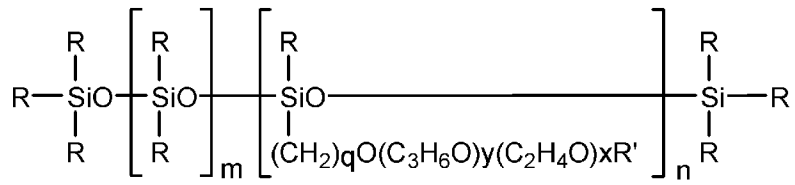
上記一般式（Ｉ）において、オルガノポリシロキサン主骨格が、別のオルガノポリシロキサン鎖を側鎖に有していてもよい。このようなポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンの好適な例の一つとして、ＫＦ－６０３８（ラウリルＰＥＧ－９ポリジメチルシロキシエチルジメチコン、信越化学工業（株）製）が挙げられる。

[0019] ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンは、グリセリンによるべたつき、特に塗布後のべたつきを抑制する。配合量が少なすぎるとその効果が十分得られないことがあるので、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンは、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中０．１質量％以上、さらには０．５質量％以上、特に１質量％以上であることが好適である。一方、過剰に配合してもそれに見合った効果の向上は得られないので、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンはＷ／Ｏ乳化化粧料中５質量％以下、さらには３質量％以下、特に２質量％以下が好適である。

[0020] （Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーン

本発明において用いられるポリオキシアルキレン変性シリコーンは、直鎖又は分岐鎖のオルガノポリシロキサンを主骨格として、側鎖にポリオキシアルキレン基を有するものであり、例えば、下記一般式（ＩＩ）で示されるも

のが挙げられる。

[0021] 

・・・（II）

[0022] 一般式（ＩＩ）において、

Ｒは炭素数１～３のアルキル基又はフェニル基（好ましくはメチル基）；

Ｒ’は水素又は炭素数１～１２のアルキル基（好ましくは水素又はメチル基）；

ｑは１～５０（好ましくは３）；

ｍは１～１００；

ｎ、ｘはそれぞれ１～５０；

ｙは０～５０

である。ポリオキシエチレン、ポリオキシプロピレンの付加順序は特に制限されず、また、ランダム状、ブロック状の何れでもよい。

[0023] 一般式（ＩＩ）のポリオキシアルキレン変性シリコーンの好適な例の一つとして、ＫＦ－６０１７（ＰＥＧ－１０ジメチコン、信越化学工業（株）製）、が挙げられる。

上記一般式（ＩＩ）において、オルガノポリシロキサン主骨格が、別のオルガノポリシロキサン鎖を側鎖に有していてもよい。このようなポリオキシアルキレン変性シリコーンの好適な例の一つとして、ＫＦ－６０２８（ＰＥＧ－９ポリジメチルシロキシエチルジメチコン、信越化学工業（株）製）が挙げられる。

[0024] ポリオキシアルキレン変性シリコーンは乳化安定性に寄与する。その配合量はＷ／Ｏ乳化化粧料中０．１質量％以上、さらには０．５質量％以上、特に１質量％以上が好ましい。またポリオキシアルキレン変性シリコーンの配合量はＷ／Ｏ乳化化粧料中５質量％以下、さらには４質量％以下、特に３質量％以下が好ましい。Ｗ／Ｏ乳化化粧料中のポリオキシアルキレン変性シリ

コーンが少なすぎると乳化安定性が不十分となり、多すぎると塗布中にべたつきを生じることがある。また、ポリオキシアルキレン変性シリコーンは、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンに対して０．２～３倍質量、さらには０．５～２倍質量であることが好ましい。ポリオキシアルキレン変性シリコーンの配合量が少なすぎると乳化安定化効果が十分に得られず、一方、過剰に配合するとポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンによるグリセリンのべたつき抑制効果が損なわれることがある。

[0025] （Ｃ）粉体

本発明において用いる粉体は、化粧料に通常使用されるものであれば特に制限されず、１種又は２種以上を用いることができる。例えば、タルク、カオリン、セリサイト、白雲母、酸化チタンなどの無機白色顔料、酸化鉄（ベンガラ）、チタン酸鉄などの無機赤色系顔料、黄酸化鉄、黄土などの無機黄色系顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレットなどの無機紫色系顔料、酸化クロム、水酸化クロム、コバルトチタン酸などの無機緑色系顔料、群青、紺青などの無機青色系顔料、酸化チタンコーテッド雲母、酸化チタンコーテッドオキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビスマス、酸化チタンコーテッドタルク、魚鱗箔、着色酸化チタンコーテッド雲母などのパール顔料、アルミニウムパウダー、カッパーパウダーなどの金属粉末顔料、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、バーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪藻土、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、αー酸化鉄、水和酸化鉄、シリカ、ヒドロキシアパタイトなどの無機粉末、ナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、微結晶性セルロース、シリコーンパウダーなどの有機粉末等が挙げられる。また、微粒子酸化チタンや微粒子酸化亜鉛などの紫外線防御粉末や、有機粉末に無機粉末を被覆した複合粉末なども挙げられる。

なお、本発明においては、各種粉末が、金属セッケン、シリコーン類、脂肪酸エステルなど公知の方法で疎水化処理されたものを用いるのが好ましい

。

[0026] 本発明の効果は、粉末の配合量がW／O乳化化粧料中０．１質量％以上、典型的には１質量％以上、さらには５質量％以上で顕著となる。粉体の上限は特に制限されず、製品に応じて適宜設定可能であるが、通常はW／O乳化化粧料中６０質量％以下、典型的には５０質量％以下である。

[0027] （Ｄ）揮発性油分

本発明において用いられる揮発性油分としては、低沸点（常圧における沸点２６０℃以下）のイソパラフィン系炭化水素油やシリコーン油が挙げられ、１種又は２種以上を用いることができる。

低沸点イソパラフィン系炭化水素油としては、例えばイソドデカンが挙げられる。

低沸点シリコーン油としては、Ｓｉ数４～６の環状ジメチルポリシロキサン、Ｓｉ数２～５の鎖状ジメチルポリシロキサンが挙げられる。

[0028] 揮発性油分はグリセリンよるべたつき、特に塗布中のべたつきを抑制する。配合量が少なすぎるとその効果が十分に発揮されないことがあるので、揮発性油分はW／O乳化化粧料中３質量％以上、さらには５質量％以上、特に１０質量％以上であることが好適である。一方、過剰に配合しても増量に見合った効果が得られないので、揮発性油分はW／O乳化化粧料中５０質量％以下、さらには４０質量％以下、特に３０質量％以下とすることが好適である。

[0029] （Ｅ）グリセリン

本発明においては、グリセリンが少なすぎると保湿効果が十分発揮されないので、W／O乳化化粧料中１０質量％以上、さらには１５質量％以上、特に２０質量％以上とすることが好適である。一方、過剰に配合してもそれに見合った効果の向上は得られないので、グリセリンはW／O乳化化粧料中３５質量％以下、さらには３０質量％以下、特に２５質量％以下とすることが好適である。

[0030] （Ｆ）水

本発明において、水の配合量は特に制限されるものではなくＷ／Ｏ乳化化粧料を製造可能な範囲で設定可能である。通常は、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中５～５０質量％、典型的には１０～４０質量％、好ましくは１５～３５質量％である。

[0031] 本発明のＷ／Ｏ乳化化粧料は、上記成分（Ａ）～（Ｆ）を必須成分として含むものであるが、目的に応じて、その他の成分を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。

[0032] （Ｇ）不揮発性油分

本発明においては、コハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン、及びジメチルポリシロキサンからなる群から選ばれる少なくとも１種の不揮発性油分を配合することにより、グリセリンによる保湿効果をさらに向上させることができる。これら特定の不揮発性油分は、上記必須成分によるべたつき抑制効果や乳化安定化効果を損なわない。

[0033] これら特定の不揮発性油分は、合計で、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中１質量％以上、さらには、２質量％以上、特に５質量％以上とすることが好適である。配合量が少なすぎるとこれら不揮発性油分による効果十分得られないことがある。一方、過剰に配合してもそれに見合った効果の向上は得られないので、これら特定の不揮発性油分は、合計で、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中２０質量％以下、さらには１５質量％以下、特に１０質量％以下とすることが好ましい。

[0034] なお、本発明の効果を損なわない限りにおいて、上記コハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルポリシロキサン以外の不揮発性油分を配合することは可能である。例えば、炭化水素、エステル油、植物性油脂、動物性油脂、高級アルコール、高級脂肪酸等が挙げられる。コハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルポリシロキサン以外の不揮発性油分は、通常はＷ／Ｏ乳化化粧料中１０質量％以下、さらには８質量％以下、特に５質量％以下とすることが好ましい。

[0035] 炭化水素としては、流動パラフィン、パラフィン、スクワラン、スクワレ

ン、オゾケライト、プリスタン、セレシン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス等が挙げられる。

[0036] エステル油としては、ミリスチン酸イソプロピル、オクタン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、オレイン酸デシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、酢酸ラノリン、ステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソセチル、１２－ヒドロキシステアリン酸コレステリル、ジ２－エチルヘキサン酸エチレングリコール、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、モノイソステアリン酸Ｎ－アルキルグリコール、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２－ヘプチルウンデカン酸グリセリン、トリ２－エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、トリオクタン酸グリセリン、トリイソパルミチン酸グリセリン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、セチル２－エチルヘキサノエート、テトラ２－エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、トリ２－エチルヘキサン酸グリセリン、２－エチルヘキシルパルミテート、トリミリスチン酸グリセリン、トリ２－ヘプチルウンデカン酸グリセライド、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、オレイン酸オレイル、アセトグリセライド、パルミチン酸２－ヘプチルウンデシル、アジピン酸ジイソブチル、Ｎ－ラウロイル－Ｌ－グルタミン酸－２－オクチルドデシルエステル、アジピン酸ジ－２－ヘプチルウンデシル、エチルラウレート、セバシン酸ジ－２－エチルヘキシル、ミリスチン酸２－ヘキシルデシル、パルミチン酸２－ヘキシルデシル、アジピン酸ジ２－ヘキシルデシル、セバシン酸ジイソプロピル、クエン酸トリエチル等が挙げられる。

[0037] 植物性油脂としては、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、オリーブ油、ナタネ油、ゴマ油、ヒマシ油、落花生油、アーモンド油、大豆油、茶実油、ホホバ油、胚芽油等が挙げられる。

動物性油脂としては、タートル油、卵黄油、ミンク油等が挙げられる。

[0038] 高級アルコールとしては、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、オクチルドデカノール、デシルテトラデカノール、ホホバアルコール、セチルアルコール、ミリスチルアルコール等が、高級脂肪酸としては、オレイン酸、イソステアリン酸、リノール酸、リノレイン酸、エイコサペンタエン酸、ドコサヘキサエン酸、パルミチン酸、ステアリン酸等が挙げられる。

[0039] また、油分として、水への溶解度に優れ、多量の水を吸収（抱水）することのできる所謂「抱水性油分」を配合することもできる。抱水性油分とは、水を抱え込んで保持する性質を有する油分であり、特に抱水力１００％以上、すなわち自重以上の水を保持できるものが好ましい。

抱水性油分としては、ヘキサオキシステアリン酸ジペンタエリトリット、テトラ（ベヘン酸／安息香酸／エチルヘキサン酸）ペンタエリスリット、マカデミアナッツ油脂肪酸フェトステリル、Ｎ－ラウロイル－Ｌ－グルタミン酸ジ（フェトステリル、２－オクチルドデシル）、トリイソステアリン酸グリセリン、マカデミアナッツ油ポリグリセリル－６エステルズベヘネート等が挙げられる。

[0040] また、油分として、ＰＯＥ・ＰＯＰ共重合体ジアルキルエーテルを配合することもできる。ＰＯＥ・ＰＯＰ共重合体ジアルキルエーテルのアルキル基は同一でも異なっていてもよい炭素数１～４のアルキル基であり、好ましくはメチル、エチルであり、特に好ましくはメチルである。ＰＯＥ基はＰＯＥ基とＰＯＰ基の合計に対して２０～８０重量％であることが好ましい。ＰＯＥ・ＰＯＰはランダム型、ブロック型の何れでもよいが、好ましくはランダム型である。このようなＰＯＥ・ＰＯＰ共重合体ジアルキルエーテルは、例えば、特開２００４－８３５４１号公報、特開２００６－２６５１３５号公報などに記載されている。

[0041] 例えば、ＰＯＥ（９）ＰＯＰ（２）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（７）ＰＯＰ（１２）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（１４）ＰＯＰ（７）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（１７）ＰＯＰ（４）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（１０）ＰＯＰ（１０）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（６）ＰＯＰ（１４）ジメチルエーテル

、ＰＯＥ（１５）ＰＯＰ（５）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（２５）ＰＯＰ（２５）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（２７）ＰＯＰ（１４）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（５５）ＰＯＰ（２８）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（３６）ＰＯＰ（４１）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（９）ＰＯＢ（２）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（１４）ＰＯＢ（７）ジメチルエーテル、ＰＯＥ（１０）ＰＯＰ（１０）ジエチルエーテル、ＰＯＥ（１０）ＰＯＰ（１０）ジプロピルエーテル、ＰＯＥ（１０）ＰＯＰ（１０）ジブチルエーテル等が挙げられる。

[0042] （Ｈ）有機変性粘土鉱物及び（Ｉ）両末端シリコーン化グリセリン

また、本発明のＷ／Ｏ乳化化粧料はグリセリンを多量に配合しているため、高温保存した場合に経時的に粘度が低下することがあり、その傾向はグリセリン配合量が多くなるほど顕著になる。

このような粘度低下は、有機変性粘土鉱物と両末端シリコーン化グリセリンとを配合することにより抑制することができる。また、グリセリン配合量が多くなると粉末の分散安定性が低下することがあるが、有機変性粘土鉱物と両末端シリコーン化グリセリンとの併用はこのような粉末の分散安定性にも寄与する。

[0043] 有機変性粘土鉱物としては、水膨潤性粘土鉱物（例えばモンモリロナイト、サポナイト、ヘクトライト、ベントナイトなど）の結晶層間に介在する変換性カチオンを有機極性化合物や有機カチオン（例えば、第４級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤）で置換したものが挙げられる。具体的には、ジメチルジステアリルアンモニウムヘクトライト（＝クオタニウム－１８ヘクトライト）、ジメチルジステアリルアンモニウムベントナイト（＝クオタニウム－１８ベントナイト）、ベンジルジメチルステアリルアンモニウムヘクトライトや、ジオクタデシルジメチルアンモニウムモンモリロナイト、オクタデシルジメチルベンジルアンモニウムモンモリロナイト、ジヘキサデシルジメチルアンモニウムモンモリロナイト等が挙げられる。

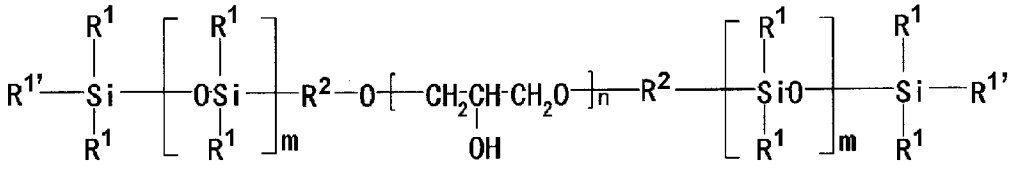
[0044] 有機変性粘土鉱物は、例えば「ベントン３８」（＝クオタニウム－１８ヘクトライト）、「ベントン３４」（＝クオタニウム－１８ベントナイト）、

「ベントン２７」（＝ベンジルジメチルステアリルアンモニウムヘクトライト）（いずれもエレメンティススペシャリティーズ（英）社製）、「クレイトーン４０」、「クレイトーンＳＯ」（いずれもサザン・クレイ社製）等として市販されており、商業的に入手可能である。有機変性粘土鉱物は１種または２種以上を用いることができる。

[0045] 本発明においては、平均厚さ０．１μｍ以下、平均長径が０．５～５０μｍの板状粒子である有機変性粘土鉱物を用いることがその効果の点で好ましい。上記のような市販の有機変性粘土鉱物は通常平均厚さ２μｍ以上の凝集体であるが、油分中、湿式ビーズミルなどにより機械的剪断力及び／又は衝撃力によって剥離処理することにより、平均厚さ０．１μｍ以下、平均長径が０．５～５０μｍの有機変性粘土鉱物板状粒子が分散した高分散体を得ることができる（特開２００９－４０７２０号公報参照）。本発明においては、このように油分中に高分散された状態の有機変性粘土鉱物が好適に用いられる。高分散体を形成する油分は特に制限されないが、前記揮発性油分は好適な高分散体形成用油分の一つである。

[0046] 本発明において用いる両末端シリコーン化グリセリンは、グリセリン又はポリグリセリンの両末端ＯＨ基の水素原子が直鎖型のオルガノポリシロキシアルキル基で置換されたものであり、例えば、下記一般式（ＩＩＩ）で示されるものが挙げられる。

[0047] 一般式（ＩＩＩ）：



[0048] 一般式（ＩＩＩ）中、Ｒ[1]、Ｒ[1]’はそれぞれ独立して炭素数１～１２の直鎖又は分岐アルキル基、もしくはフェニル基であり、Ｒ[2]はそれぞれ独立して炭素数２～１１のアルキレン基であり、ｍはそれぞれ独立して１０～１２０の数、ｎは１～１１の数である。

両末端シリコーン化グリセリンの基本構造はＢＡＢ型トリブロック共重合体である。

[0049] Ｒ[1]は、好ましくはメチル基またはフェニル基、さらに好ましくはメチル基である。

Ｒ[1]’は、好ましくは炭素数１～８のアルキル基であり、さらに好ましくは炭素数３～６のアルキル基である。

Ｒ[2]は、好ましくは炭素数２～６、さらに好ましくは２～４のアルキレン基である。

ｍは、好ましくはそれぞれ独立して４０～８０、さらに好ましくは５０～７０である。

ｎは、好ましくは１～５、さらに好ましくは２～４である。

[0050] 上記一般式（ＩＩＩ）の両末端シリコーン化グリセリンの製造は、公知の方法により製造可能である。例えば、（ポリ）グリセリンジアリルエーテルと片末端水素化ジメチルポリシロキサンの混合液中に塩化白金酸イソプロピルアルコール溶液を加え、これを加熱・反応させ、ここに塩酸水溶液を添加し、過熱加水分解した後、重曹水を加えて中和した後、精製し、エバポレーションして得ることができる。ただしこの製造方法に限定されるものでない。

[0051] 有機変性粘土鉱物は、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中０．０５～２質量％、さらには０．１～１質量％であることが好ましい。有機変性粘土鉱物が少なすぎると粘土低下抑制効果や粉末分散安定化効果が十分得られないことがあり、多すぎると粘度が過剰に高くなったり、べたつき感を生じる傾向がある。

また、両末端シリコーン化グリセリンはＷ／Ｏ乳化化粧料中１～２．５質量％、さらには１～２質量％であることが好ましい。両末端シリコーン化グリセリンが少なすぎると、粘土低下抑制効果や粉末分散安定化効果が十分得られないことがあり、多すぎるとべたつき感を生じる傾向がある。

[0052] その他成分

本発明のＷ／Ｏ乳化化粧料には、本発明の効果を損なわない限り、化粧料

に一般的に使用されるその他の成分を適宜配合することも可能である。

例えば、界面活性剤、アルコール類、保湿剤、紫外線吸収剤、増粘剤、金属イオン封鎖剤、各種水溶性高分子、ｐＨ調整剤、酸化防止剤、防腐剤、香料などの他、消炎剤、ビタミン類、アミノ酸類、動植物抽出物、皮膚栄養・賦活剤等の薬剤などが挙げられる。

[0053] 製品形態

本発明にかかるＷ／Ｏ乳化化粧料の製品形態は特に制限されず、粉体配合のＷ／Ｏ乳化化粧料が通常採用されている製品に応用することができる。好適な例としては、ファンデーション、化粧下地、頬紅、アイライナー、アイブロウなどのメークアップ化粧料；日焼け止め化粧料などが挙げられ、広範囲の肌に塗布される化粧料であるファンデーション、化粧下地、日焼け止め化粧料には特に有用である。

実施例

[0054] 以下、具体例を挙げて本発明をさらに説明するが、これらは本発明を限定するものではない。なお、以下の試験例で用いた変性シリコーンは次の通りである。ＰＯＥはポリオキシエチレン、ＰＯＰはポリオキシプロピレンを意味する。配合量は特に指定のない限り質量％で示す。

[0055] ＜（Ａ）ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーン＞

・変性シリコーンＡ１：

ラウリル基とＰＯＥ基とで変性された分岐鎖ジメチルポリシロキサン［ＫＦ－６０３８、信越化学工業（株）製］

・変性シリコーンＡ２：

セチル基と、ＰＯＥ・ＰＯＰ基とで変性された直鎖ジメチルポリシロキサン［ＡＢＩＬ　ＥＭ
９０、独Ｇｏｌｄｓｃｈｍｉｔ社製］

[0056] ＜（Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーン＞

・変性シリコーンＢ１：

ＰＯＥ基で変性された直鎖ジメチルポリシロキサン［ＫＦ－６０１７、

信越化学工業（株）製］

・変性シリコーンＢ２：

ＰＯＥ基で変性された分岐鎖ジメチルポリシロキサン［ＫＦ－６０２８、信越化学工業（株）製］

[0057] また、本発明で用いた試験方法は次の通りである。

（保湿効果試験）

上腕内側部に試料を２ｍｇ／ｃｍ^{2}塗布し、塗布直前及び塗布後８時間に、皮膚水分測定器コルネオメーター（Ｃｏｒｎｅｏｍｅｔｅｒ：独Ｃｏｕｒａｇｅ＋Ｋｈａｚａｋａ社製）により、角質水分量を測定した（Ｎ＝５）。

各試料について、（塗布後８時間の角質水分量）－（塗布直前の角質水分量）で求めた角質水分変化量（平均値）から、次の基準で保湿効果を評価した。角質水分変化量が高いほど、保湿効果（肌の水分保持能力）が高いと評価できる。

ＡＡ：角質水分変化量が２０以上

Ａ＋：角質水分変化量が１５以上２０未満

Ａ　：角質水分変化量が１０以上１５未満

Ｂ　：角質水分変化量が　５以上１０未満

Ｃ　：角質水分変化量が５未満

[0058]（べたつき）

２０名のパネルにより、試料を塗布した場合に「べたつかない」と評価したパネルの数により、下記の基準で評価した。

Ａ：１４名以上

Ｂ：８～１３名

Ｃ：７名以下

[0059]（乳化安定性）

試料を２０℃で４週間静置した後の外観を肉眼観察し、下記の基準で評価した。

Ａ：乳化粒子の分離や凝集などの外観変化が認められない。

Ｂ：乳化粒子の分離や凝集などの外観変化が僅かに認められる。

Ｃ：乳化粒子の分離や凝集などの外観変化が認められる。

[0060] 試験例１　保湿効果、べたつきのなさ、乳化安定性

表１の組成でＷ／Ｏファンデーションを調製し、試験を行った。

[0061] [表1]

成分	試料							
	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8
ﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍﾟﾝﾀｼﾛｷｻﾝ	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46
ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(1mm^2/s，25℃)	10	10	10	10	10	10	10	10
ﾄﾞﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍｷｻｼﾛｷｻﾝ	10	10	10	10	10	10	10	10
変性ｼﾘｺｰﾝA1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	3	—
変性ｼﾘｺｰﾝB1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	—	3
ｼﾞｲｿｽﾃｱﾘﾝ酸ｼﾞｸﾞﾘｾﾘﾙ	1	1	1	1	1	—	1	1
10%有機変性ﾍｸﾄﾗｲﾄ高分散体*	2	2	2	2	2	—	2	2
微粒子酸化チタン	—	5	5	5	5	5	5	5
酸化チタン	—	9	9	9	9	9	9	9
黄酸化鉄	—	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87
赤酸化鉄	—	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08
黒酸化鉄	—	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135
ナイロン粉末	—	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
グリセリン	5	5	10	20	30	20	20	20
グルタミン酸ナトリウム	1	1	1	1	1	1	1	1
フェノキシエタノール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
水	to 100	To 100	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100
保湿効果	A	C	A	A+	A+	A+	A+	A+
べたつきのなさ(塗布中)	A	A	A	A	A	A	A	A
べたつきのなさ(塗布後)	A	A	A	A	A	A	A	C
乳化安定性	A	A	A	A	A	A	C	A

*デカメチルシクロペンタシロキサンに有機変性ヘクトライト[ベントン38VCG(エレメンティススペシャリティーズ(英)社)]を10質量%濃度となるように添加し、同体積の直径1mmガラスビーズを媒体にしてビーズミル処理し、平均厚み0．１μm以下、平均長径0．5～50μmにしたもの(特開2009－40720号公報参照)。以下同様。

[0062] (製法)

油性成分（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、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、ジイソステアリン酸ジグリセリル）と変性シリコーンとをホモミキサーを用いて混合し（室温、９０００ｒｐｍ）、これに有機変性ヘクトライト高分散体を加えて混合し（室温、９０００ｒｐｍ）、さらに粉体を加えて混合し分散液を得る（室温、９０００ｒｐｍ）。別に、水性成分（グリセリン、グルタミン酸ナトリウム、フェノキシエタノール、水）を混合・溶解し、これを前記分散液に添加してホモミキサーで乳化し（室温、９０００ｒｐｍ）、脱気してＷ／Ｏ乳化化粧料を得る。

[0063] 表１のように、粉体無配合の場合には、グリセリンが５質量％程度でも保湿効果が得られる（試料１－１）。

これに対して、粉体を配合している場合には、保湿効果を得るためにはグリセリンが１０質量％以上必要であった（試料１－２～１－６）。また、グリセリンとともに、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンとポリオキシアルキレン変性シリコーンとを用いた場合には、グリセリンを１０質量％以上配合していてもべたつきがなく、乳化安定性も良好であったが、ポリオキシアルキレン変性シリコーンなしでは乳化安定性が著しく低下してしまい（試料１－７）、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンなしでは塗布後のべたつきが著しかった（試料１－８）。

従って、グリセリンを１０質量％以上配合するとともに、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンとポリオキシアルキレン変性シリコーンとを併用することが重要であることが理解される。

[0064] 図１は、前記試料１－２～１－４、ならびに２０％グリセリン水溶液（比較例）の塗布直前に対する角質水分量の経時的変化を示している。

図１からもわかるように、粉末を配合したＷ／Ｏ乳化化粧料において保湿効果を十分得るためには、グリセリンを１０質量％以上、さらには１５質量％以上、特に２０質量％以上配合することが好適である。なお、グリセリンを過剰に配合してもそれに見合った効果の増大は得られなかった。よって、グリセリンの配合量は３５質量％以下、さらには３０質量％以下、特に２５

質量%以下とすることが好適である。

[0065] 試験例２　ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーン

さらに、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンの配合量について検討を行った。

[0066] [表2]

成分	試料					
	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6
ﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍﾟﾝﾀｼﾛｷｻﾝ	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46
ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(1mm^2/s, 25℃)	10	10	10	10	10	10
ﾄﾞﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍｷｻｼﾛｷｻﾝ	10	10	10	10	10	10
変性ｼﾘｺｰﾝ A1	—	0.1	1	3	5	—
変性ｼﾘｺｰﾝ A2	—	—	—	—	—	1.5
変性ｼﾘｺｰﾝ B1	3	0.1	1	3	5	1.5
ｼﾞｲｿｽﾃｱﾘﾝ酸ｼﾞｸﾞﾘｾﾘﾙ	1	1	1	1	1	1
10%有機変性ﾍｸﾄﾗｲﾄ高分散体*	2	2	2	2	2	2
微粒子酸化チタン	5	5	5	5	5	5
酸化チタン	9	9	9	9	9	9
黄酸化鉄	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87
赤酸化鉄	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08
黒酸化鉄	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135
ナイロン粉末	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
グリセリン	20	20	20	20	20	20
グルタミン酸ナトリウム	1	1	1	1	1	1
フェノキシエタノール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
水	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100
保湿効果	A＋	A＋	A＋	A＋	A＋	A＋
べたつきのなさ(塗布中)	A	A	A	A	A	A
べたつきのなさ(塗布後)	C	B	A	A	A	A
乳化安定性	A	B	A	A	A	A

[0067] 表２のように、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンの配合量が少ないと、塗布後の肌のべたつきが十分抑制できないことがある。よって、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンはＷ／Ｏ乳化化粧料

中０．１質量％以上、さらには０．５質量％以上、特に１質量％以上とすることが好適である。一方、過剰に配合してもそれに見合った効果の向上は得られないので、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンはＷ／Ｏ乳化化粧料中５質量％以下、さらには３質量％以下、特に２質量％以下とすることが好適である。

[0068] 試験例３　ポリオキシアルキレン変性シリコーン

ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンの配合量を変えて検討を行った。

[0069]

[表3]

成分	試料						
	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-6	3-7
ﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍﾟﾝﾀｼﾛｷｻﾝ	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46	7.46
ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(1mm^2/s, 25℃)	10	10	10	10	10	10	10
ﾄﾞﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍｷｻｼﾛｷｻﾝ	10	10	10	10	10	10	10
変性ｼﾘｺｰﾝ A1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
変性ｼﾘｺｰﾝ B1	—	0.3	0.8	3	5.2	6	—
変性ｼﾘｺｰﾝ B2	—	—	—	—	—	—	1
ｼﾞｲｿｽﾃｱﾘﾝ酸ｼﾞｸﾞﾘｾﾘﾙ	1	1	1	1	1	1	1
10%有機変性ﾍｸﾄﾗｲﾄ高分散体*	2	2	2	2	2	2	2
微粒子酸化チタン	5	5	5	5	5	5	5
酸化チタン	9	9	9	9	9	9	9
黄酸化鉄	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87
赤酸化鉄	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08
黒酸化鉄	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135
ナイロン粉末	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
グリセリン	20	20	20	20	20	20	20
グルタミン酸ナトリウム	1	1	1	1	1	1	1
フェノキシエタノール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
水	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100
保湿効果	A＋	A＋	A＋	A＋	A＋	A＋	A＋
べたつきのなさ(塗布中)	A	A	A	A	B	C	A
べたつきのなさ(塗布後)	A	A	A	A	B	C	A
乳化安定性	C	B	A	A	A	A	B

[0070] 表３のように、（Ａ）ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンに対して（Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーンが少ないと、乳化安定性が不十分となることがあり、過剰であるとポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンの配合によるグリセリンの塗布後のべたつき抑制効果が損なわれることがある。

このようなことから、（Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーンは（Ａ）ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンに対して、０．２～３

倍質量、さらには０．５～２倍質量の範囲で配合することが好適である。

また、（Ｂ）／（Ａ）が上記範囲内であっても、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中の（Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーンが少なすぎると乳化安定性が不十分となり、多すぎると塗布中にべたつきを生じることがある。よって、（Ｂ）の配合量はＷ／Ｏ乳化化粧料中０．１以上、さらには０．５質量％以上、特に１質量％以上が好ましい。また（Ｂ）の配合量はＷ／Ｏ乳化化粧料中５質量％以下、さらには４質量％以下、特に３質量％以下が好ましい。

[0071] 試験例４　揮発性油分

さらに、揮発性油分の配合量を変えて検討を行った。

[0072]

[表4]

成分	試料				
	4-1	4-2	4-3	4-4	4-5
ﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍﾟﾝﾀｼﾛｷｻﾝ	0.1	0.4	1	3	10
ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(1mm^2/s, 25℃)	0.1	0.4	1	3	10
ﾄﾞﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍｷｻｼﾛｷｻﾝ	0.1	0.4	1	3	10
ｺﾊｸ酸ｼﾞ 2-ｴﾁﾙﾍｷｼﾙ	5	5	5	5	5
変性ｼﾘｺｰﾝ A1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
変性ｼﾘｺｰﾝ B1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
ｼﾞｲｿｽﾃｱﾘﾝ酸ｼﾞｸﾞﾘｾﾘﾙ	1	1	1	1	1
10%有機変性ﾍｸﾄﾗｲﾄ高分散体*	2	2	2	2	2
微粒子酸化チタン	5	5	5	5	5
酸化チタン	9	9	9	9	9
黄酸化鉄	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87
赤酸化鉄	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08
黒酸化鉄	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135
ナイロン粉末	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
グリセリン	20	20	20	20	20
グルタミン酸ナトリウム	1	1	1	1	1
フェノキシエタノール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
水	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100
保湿効果	A＋	A＋	A＋	A＋	A＋
べたつきのなさ(塗布中)	C	B	A	A	A
べたつきのなさ(塗布後)	A	A	A	A	A
乳化安定性	B	B	A	A	A

[0073] 表４のように、揮発性油分が少なすぎると塗布中にべたつきが感じられることがあった。よって、揮発性油分はＷ／Ｏ乳化化粧料中３質量％以上、さらには５質量％以上、特に１０質量％以上配合することが好適である。一方、揮発性油分を過剰に配合してもそれに見合った効果の向上は期待できない。また、過剰に配合しようとすると、他の成分の配合量が制限されることになる。よって、揮発性油分はＷ／Ｏ乳化化粧料中５０質量％以下、さらには４０質量％以下、特に３０質量％以下とすることが好適である。

[0074] 試験例５　不揮発性油分

不揮発性油分を配合した場合の保湿効果を調べた。試験に用いた試験組成Ａは下記表５の通りである。

[0075] [表5]

試験組成Ａ（Ｗ／Ｏファンデーション）：

成分	質量%
ﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍﾟﾝﾀｼﾛｷｻﾝ	7.46
ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(1mm^2/s，25℃)	10
被験油分	10
変性ｼﾘｺｰﾝ A1	1.5
変性ｼﾘｺｰﾝ B1	1.5
ｼﾞｲｿｽﾃｱﾘﾝ酸ｼﾞｸﾞﾘｾﾘﾙ	1
10%有機変性ﾍｸﾄﾗｲﾄ高分散体＊	2
微粒子酸化チタン	5
酸化チタン	9
黄酸化鉄	2.87
赤酸化鉄	1.08
黒酸化鉄	0.135
ナイロン粉末	7.5
グリセリン	5
グルタミン酸ナトリウム	1
フェノキシエタノール	0.5
水	to 100

[0076] 図２は、各被験油分を用いたＷ／Ｏ乳化化粧料の塗布直前に対する角質水分量の経時的変化を示している（比較例：ドデカメチルシクロヘキサシロキサン）。

図２からわかるように、不揮発性油分の配合により、角質水分量が増加する傾向が認められ、特に幾つかの不揮発性油分で顕著な増加が認められた。なお、グリセリンを配合しない場合には、これら不揮発性油分を配合しても角質水分量は塗布直前と比べてほとんど変化しなかった。よって、不揮発性油分自体には保湿効果は全くない。詳細なメカニズムは不明であるが、粉末存在下でもグリセリンが十分その保湿効果を発揮するように不揮発性油分が

機能している可能性が考えられる。

[0077] さらに、図２で角質水分量の増加が大きかった不揮発性油分を用いてW／O乳化化粧料（前記試験組成Aでグリセリン１０質量%配合）を調製し、べたつき、乳化安定性を調べた。また、のびの軽さについても比較した。結果を表６に示す。

[0078] [表6]

被験油分	乳化安定性	のびの軽さ*	べたつきのなさ（塗布中）	べたつきのなさ（塗布後）
ｺﾊｸ酸ｼﾞ 2-ｴﾁﾙﾍｷｼﾙ	A	A＋	A	A
ﾒﾁﾙﾌｪﾆﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ（15mm^2/s，25℃）	A	A	A	A
ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ（6mm^2/s，25℃）	A	A	A	A
流動パラフィン	C	B	B	B
セバシン酸ジイソプロピル	B	B	B	B
ﾄﾘ-2-ｴﾁﾙﾍｷｻﾝ酸ｸﾞﾘｾﾘﾙ	B	B	B	B
ﾋﾟﾊﾞﾘﾝ酸ﾄﾘﾌﾟﾛﾋﾟﾚﾝｸﾞﾘｺｰﾙ	B	A	A	A
ｹｲ皮酸 2-ｴﾁﾙﾍｷｼﾙ	B	B	B	B

*20名のパネルにより、試料を肌に塗布した時ののびが「軽い」と評価したパネルの数から、下記の基準で評価した。

A＋：18名以上、 A：14～17名、B：8～13名、 C：7名以下。

[0079] 表６のように、コハク酸ジ２－エチルヘキシル、ジメチルポリシロキサン、あるいはメチルフェニルポリシロキサンでは、べたつきがなく乳化安定性にも優れ、また、のびも軽く、使用性に優れていた。しかし、それ以外の不揮発性油分では、油分によるべたつきを生じたり、のびが重くなったり、乳化安定性を低下させてしまうことがあった。

従って、本発明においては、コハク酸ジ２－エチルヘキシル、ジメチルポリシロキサン、及びメチルフェニルポリシロキサンから選ばれる少なくとも１種の不揮発性油分を配合することが好適である。

代表例として、コハク酸ジ２－エチルヘキシルを配合したW／Oファンデーションの塗布直前に対する角質水分量の変化を図３に示す。図３の各試料

の組成は下記表７の通りである。何れの試料においても、コハク酸ジ２－エチルヘキシルを配合しなかった場合に比べて保湿効果が向上し、べたつきがなく、のびが軽く、乳化安定性に優れるものであった。

[0080] [表7]

成分	試料					
	7-1	7-2	7-3	7-4	7-5	7-6
ﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍﾟﾝﾀｼﾛｷｻﾝ	7.26	12.26	7.46	7.26	12.26	7.46
ﾄﾞﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍｷｻｼﾛｷｻﾝ	–	–	10	–	–	10
ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(1mm^2/s,25℃)	10	10	10	10	10	10
ｺﾊｸ酸ｼﾞ 2-ｴﾁﾙﾍｷｼﾙ	10	5	–	10	5	–
変性ｼﾘｺｰﾝ A1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
変性ｼﾘｺｰﾝ B1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
ｼﾞｲｿｽﾃｱﾘﾝ酸ｼﾞｸﾞﾘｾﾘﾙ	1	1	1	1	1	1
10%有機変性ﾍｸﾄﾗｲﾄ高分散体*	2	2	2	2	2	2
微粒子酸化チタン	5	5	5	5	5	5
酸化チタン	9	9	9	9	9	9
黄酸化鉄	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87	2.87
赤酸化鉄	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08
黒酸化鉄	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135	0.135
ナイロン粉末	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
グリセリン	10	10	10	20	20	20
グルタミン酸ナトリウム	1	1	1	1	1	1
フェノキシエタノール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
水	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100
保湿効果**	AA	A＋	A	AA	AA	A＋
べたつきのなさ(塗布中)	A	A	A	A	A	A
べたつきのなさ(塗布後)	A	A	A	A	A	A
のびの軽さ	A＋	A＋	A＋	A＋	A＋	A＋
乳化安定性	A	A	A	A	A	A

**塗布後5時間の角質水分量で評価した。

[0081] これらの結果からもわかるように、上記特定の不揮発性成分が少なすぎるとその効果が十分発揮されない。よって、コハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルポリシロキサンは、合計で、W／

Ｏ乳化化粧料中１質量％以上、さらには２質量％以上、特に５質量％以上とすることが好適である。一方、上記特定の不揮発性成分を過剰に配合してもそれに見合った効果の向上は得られないので、コハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルポリシロキサンは、合計で、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中２０質量％以下、さらには１５質量％以下、特に１０質量％以下とすることが好適である。

[0082] 試験例６　有機変性粘土鉱物及び両末端シリコーン化グリセリン

上記のように、粉体を配合したＷ／Ｏ乳化化粧料において、多量のグリセリンとともに（Ａ）ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーン、（Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーン、及び揮発性油分を配合することで、保湿効果が非常に高く、べたつきのない乳化安定性の良好なＷ／Ｏ乳化化粧料を得ることができ、さらに特定の不揮発性油分を配合することで、べたつきのなさや乳化安定性を損なうことなくグリセリンの保湿効果をより高めることができた。

そこで、Ｗ／Ｏ乳化化粧料の粘度安定性についても検討を行った。試験方法は次の通りである。

[0083] （粘度安定性）

試料を５０℃で静置保存し、２週間後、４週間後に粘度を測定した。調整直後の粘度（V_0）に対する５０℃静置保存後の粘度（V_t）の低下率を次式により算出し、下記の基準で粘度安定性を評価した。粘度は３０℃で、芝浦システム株式会社製、単一円筒型回転粘度計（ローターＮｏ．４）により測定した。

粘度低下率％＝［（V_0－V_t）／V_0］×１００

Ａ：粘度低下率が２５％未満

Ｂ：粘度低下率が２５％以上４０％未満

Ｃ：粘度低下率が４０％以上５０％未満

Ｄ：粘度低下率が５０％以上

[0084]

[表8]

	試料 8-1	試料 8-2	試料 8-3
ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(2mm^2/s，25℃)	9.46	9.46	9.46
ｵｸﾁﾙﾒﾄｷｼｼﾝﾅﾒｰﾄ	2	2	2
ｺﾊｸ酸ｼﾞ 2-ｴﾁﾙﾍｷｼﾙ	4	4	4
変性ｼﾘｺｰﾝ A1	2	2	2
変性ｼﾘｺｰﾝ B1	2	2	2
ｼﾞｲｿｽﾃｱﾘﾝ酸ｼﾞｸﾞﾘｾﾘﾙ	1	1	1
10%有機変性ﾍｸﾄﾗｲﾄ高分散体**	5	5	5
微粒子酸化チタン	5	5	5
酸化チタン	9	9	9
黄色酸化鉄	2.87	2.87	2.87
赤酸化鉄	1.08	1.08	1.08
黒酸化鉄	0.135	0.135	0.135
ナイロン粉末	7.5	7.5	7.5
グリセリン	10	20	35
1,3-ブチレングリコール	7	7	7
EDTA-3Na・2H_2O	0.2	0.2	0.2
フェノキシエタノール	0.5	0.5	0.5
イオン交換水	to 100	to 100	to 100
保湿効果	A	AA	AA
べたつきのなさ(塗布中)	A	A	A
べたつきのなさ(塗布後)	A	A	A
乳化安定性	A	A	A
粘度(mPa・s)			
調製直後	35750	35250	31300
50℃×2W	35250	23750	14750
50℃×4W	25000	18150	11500
粘度低下率(%)			
50℃×4W	30	49	63
評価	B	C	D

**分散媒をｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(2mm^2/s，25℃)とした以外は表1に同じ

[0085] 表８のように、何れのＷ／Ｏファンデーションも保湿効果やべたつきのな

さ、乳化安定性には優れているものの、５０℃の高温で保存すると粘度が低下する傾向が認められ、この傾向はグリセリン濃度が高い程顕著であった。

そこで、このような高温保存による粘度低下の抑制について検討を行った。また、粉体の分散安定性についても次の方法で調べた。

[0086]（粉体の分散安定性）

５０ｍｌのスクリュー管（直径３ｃｍ）に試料を約３０ｍｌ入れて閉栓し、室温及び５０℃にて１ヶ月静置し、肉眼観察により下記の基準で粉体の分散性を評価した。

Ａ：色じま（黄色スジや赤色ムラ）が認められない。

Ｂ：色じま（黄色スジや赤色ムラ）がわずかに認められる。

Ｃ：色じま（黄色スジや赤色ムラ）が認められる。

[0087]

[表9]

	試料									
	9-1	9-2	9-3	9-4	9-5	9-6	9-7	9-8	9-9	9-10
ジメチルポリシロキサン(2mm²/s, 25℃)	9.46	8.96	8.96	8.96	8.96	8.96	8.96	8.96	8.96	8.96
オクチルメトキシシンナメート	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
コハク酸ジ2-エチルヘキシル	3	4	3	3	3	3	3	3	3	3
メチルフェニルポリシロキサン(15mm²/s, 25℃)	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
変性シリコーン A1	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
変性シリコーン B1	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
10%有機変性ヘクトライト高分散体**	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
12.5%有機変性ヘクトライト高分散体***		4	4	4	4	4	4	4	4	4
ジイソステアリン酸ジグリセリル	1	—	—	—	0.25	—	—	0.5	—	—
両末端シリコーン化グリセリン*	—	1	—	—	0.75	0.75	0.75	0.5	0.5	0.5
セスキイソステアリン酸ソルビタン	—	—	1	—	—	0.25	—	—	0.5	—
イソステアリン酸	—	—	—	0.5	—	—	0.25	—	—	0.5
微粒子酸化チタン	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
酸化チタン	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9
黄色酸化鉄	2.87	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97
赤酸化鉄	1.08	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54
黒酸化鉄	0.135	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
ナイロン粉末	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
グリセリン	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
1,3ブチレングリコール	7	8	8	8	8	8	8	8	8	8
フェノキシエタノール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
デヒドロ酢酸ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
EDTA-3Na・2H$_2$O	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
イオン交換水	to100	to100	to100	to100	to100	to100	to100	to100	to100	to100
保湿効果	AA	AA	AA	AA	AA	AA	AA	AA	AA	AA
べたつきのなさ(塗布中)	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
べたつきのなさ(塗布後)	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
乳化安定性	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
粘度(mPa・s)										
調製直後	35250	39100	39350	42600	35650	35000	35000	36250	37500	39000
50℃×2W	23750	34250	24050	22150	27350	27200	23600	26000	25900	22850
50℃×4W	18150	30750	19000	22250	22800	23650	20000	20450	21950	19900
粘度低下率(%)										
50℃×4W	49	21	52	48	36	32	43	44	41	49
評価	C	A	D	C	B	B	C	C	C	C
粉体分散安定性										
室温	A	A	B	B	A	B	B	A	B	B
50℃	A	A	B	B	A	B	B	A	B	B

*ビスブチルジメチコンポリグリセリルー3[一般式(III)において、R_1'=ブチル、R_1=メチル、R_2=プロピレン、m=60、n=3]

**分散媒をジメチルポリシロキサン(2mm²/s, 25℃)とした以外は表1に同じ

***分散媒をジメチルポリシロキサン(2mm²/s, 25℃)とし、有機変性ヘクトライト濃度を12.5質量%とした以外は表1に同じ

[0088] 表9のように、両末端シリコーン化グリセリンを1質量%以上配合した場合には、高温保存時の粘度低下が顕著に抑制され、しかも、粉体の分散安定性にも優れるW/O乳化化粧料が得られた。

[0089] 本発明者らがさらに検討を行なったところ、下記表１０に示すように、両末端シリコーン化グリセリンを配合した場合であっても有機変性粘土鉱物を配合しなかった場合には上記のような粘度低下抑制効果は得られず、また、粉体の分散安定性にも劣っていた（試料１０－６）。また、有機変性粘土鉱物を配合した場合であっても両末端シリコーン化グリセリンを配合しなかった場合には、やはり上記のような粘度低下抑制効果は得られず、また、粉体の分散安定性にも劣っていた（試料１０－１）。

このようなから、高温保存時の粘度低下抑制効果、粉体の分散安定化効果は、両末端シリコーン化グリセリンと有機変性粘土鉱物との相互作用により発揮されるものと考えられた。

[0090]

[表10]

	試料								
	10-1	10-2	10-3	10-4	10-5	10-6	10-7	10-8	10-9
ジメチルポリシロキサン(2mm²/s, 25℃)	9.96	9.46	8.96	7.96	7.46	12.96	12.46	11.96	0
オクチルメトキシシンナメート	2	2	2	2	2	2	2	2	2
コハク酸ジ2-エチルヘキシル	3	3	3	3	3	3	3	3	3
メチルフェニルポリシロキサン(15mm²/s, 25℃)	3	3	3	3	3	3	3	3	3
変性シリコーンA1	2	2	2	2	2	2	2	2	2
変性シリコーンB1	2	2	2	2	2	2	2	2	2
10%有機変性ヘクトライト高分散体**	—	—	—	—	—	—	0.5	1	20
12.5%有機変性ヘクトライト高分散体***	4	4	4	4	4	—	—	—	—
両末端シリコーン化グリセリン*	—	0.5	1	2	2.5	1	1	1	1
微粒子酸化チタン	5	5	5	5	5	5	5	5	5
酸化チタン	9	9	9	9	9	9	9	9	9
黄色酸化鉄	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97	2.97
赤酸化鉄	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54
黒酸化鉄	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
ナイロン粉末	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
グリセリン	20	20	20	20	20	20	20	20	20
1,3ブチレングリコール	8	8	8	8	8	8	8	8	8
フェノキシエタノール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
デヒドロ酢酸ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
EDTA-3Na・2H$_2$O	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
イオン交換水	to100	to100	to100	To100	to100	to100	to100	to100	to100
保湿効果	AA	AA	AA	AA	AA	AA	AA	AA	AA
べたつきのなさ(塗布中)	A	A	A	A	B	A	A	A	B
べたつきのなさ(塗布後)	A	A	A	A	B	A	A	A	B
乳化安定性	A	A	A	A	A	A	A	A	A
粘度低下率評価(50℃×4W)	C	B	A	A	A	C	B	A	A
粉体分散安定性									
室温	C	A	A	A	A	C	B	A	A
50℃	C	A	A	A	A	C	B	A	A

*ビスブチルジメチコンポリグリセリル-3[一般式(III)において、R_1'=ブチル、R_1=メチル、R_2=プロピレン、m=60、n=3]

**分散媒をジメチルポリシロキサン(2mm²/s, 25℃)とした以外は表1に同じ

***分散媒をジメチルポリシロキサン(2mm²/s, 25℃)とし、有機変性ヘクトライト濃度を12.5質量%とした以外は表1に同じ

[0091] 表１０からもわかるように、両末端シリコーン化グリセリンの配合量が少なくなると高温保存時の粘度低下抑制効果が不十分となり、粉体の分散安定性も低下する。一方、配合量が多くなるとべたつきを生じるようになるので、両末端シリコーン化グリセリンはＷ／Ｏ乳化化粧料中１～２．５質量%、さらには１～２質量%とすることが好適である。

また、有機変性粘土鉱物の配合量が少なくなると高温保存時の粘度低下抑制効果が不十分となり、粉体の分散安定性も低下する。一方、配合量が多く

なるとべたつきを生じる傾向があることから、有機変性粘土鉱物の配合量はＷ／Ｏ乳化化粧料中０．０５～２質量％、さらには０．１～１質量％が好ましい。

請求の範囲

[請求項1] 下記成分（Ａ）～（Ｆ）を含有することを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料：

（Ａ）ポリオキシアルキレン・アルキル共変性シリコーンが０．１～５質量％；

（Ｂ）ポリオキシアルキレン変性シリコーンが０．１～５質量％であり、且つ（Ａ）に対して０．２～３倍質量；

（Ｃ）粉体が０．１～６０質量％；

（Ｄ）揮発性油分が３～５０質量％；

（Ｅ）グリセリンが１０～３５質量％；及び

（Ｆ）水。

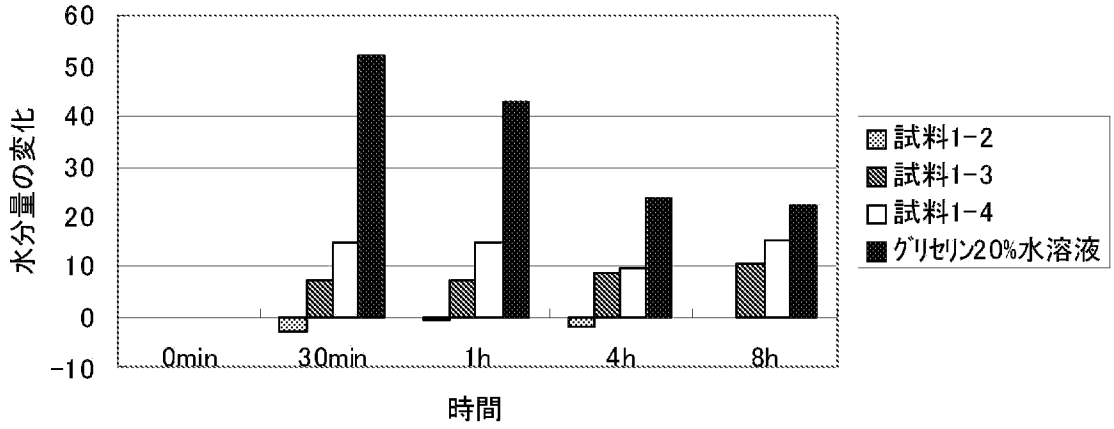
[請求項2] 請求項１記載のＷ／Ｏ乳化化粧料において、さらにコハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン及びジメチルポリシロキサンからなる群から選ばれる少なくとも１種の不揮発性油分を含有することを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料。

[請求項3] 請求項２記載のＷ／Ｏ乳化化粧料において、コハク酸ジ２－エチルヘキシル、メチルフェニルポリシロキサン及びジメチルポリシロキサンからなる群から選ばれる少なくとも１種の不揮発性油分が、合計で、Ｗ／Ｏ乳化化粧料中１～２０質量％であることを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料。

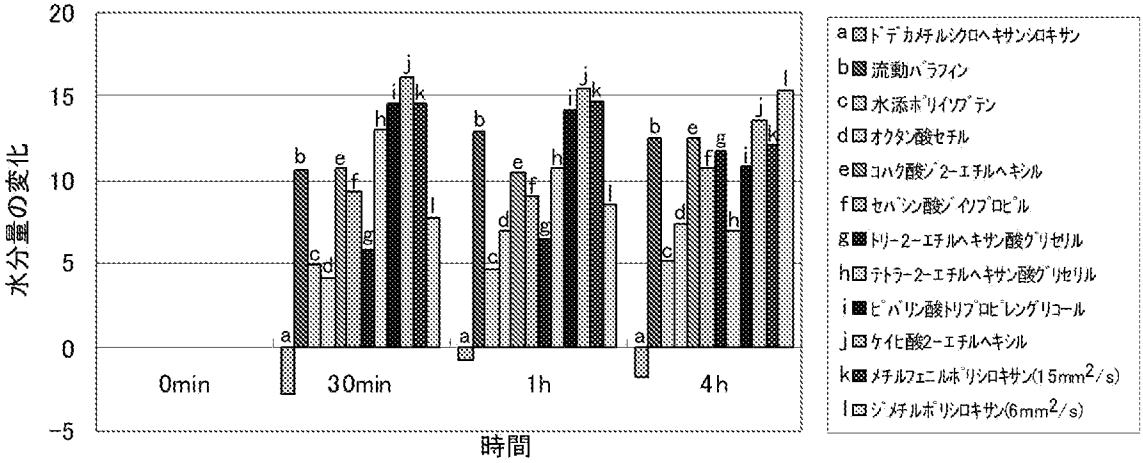
[請求項4] 請求項１～３の何れかに記載のＷ／Ｏ乳化化粧料において、さらに有機変性粘土鉱物と、両末端シリコーン化グリセリンと、を含有することを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料。

[請求項5] 請求項４記載のＷ／Ｏ乳化化粧料において、有機変性粘土鉱物がＷ／Ｏ乳化化粧料中０．０５～２質量％、両末端シリコーン化グリセリンがＷ／Ｏ乳化化粧料中１～２．５質量％であることを特徴とするＷ／Ｏ乳化化粧料。

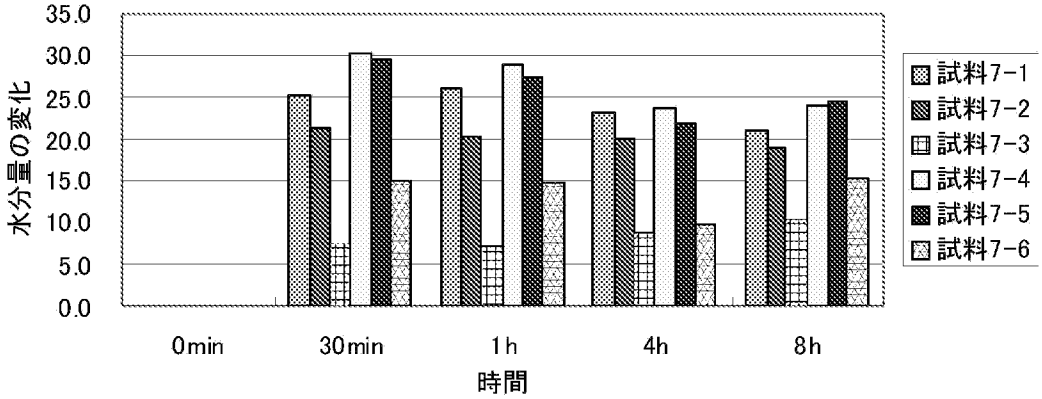
[図1]


60
50
40
30
20
10
0
-10
水分量の変化
0min
30min
1h
4h
8h
時間
試料1-2
試料1-3
試料1-4
グリセリン20%水溶液

[図2]


20
15
10
5
0
-5
水分量の変化
0min
30min
1h
4h
時間
a ドデカメチルシクロヘキサンシロキサン
b 流動パラフィン
c 水添ポリイソブテン
d オクタン酸セチル
e コハク酸ジ2-エチルヘキシル
f セバシン酸ジイソプロピル
g トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリル
h テトラ-2-エチルヘキサン酸グリセリル
i ピバリン酸トリプロピレングリコール
j ケイヒ酸2-エチルヘキシル
k メチルフェニルポリシロキサン(15mm2/s)
l ジメチルポリシロキサン(6mm2/s)

[図3]


35.0
30.0
25.0
20.0
15.0
10.0
5.0
0.0
水分量の変化
0min
30min
1h
4h
8h
時間
試料7-1
試料7-2
試料7-3
試料7-4
試料7-5
試料7-6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/079328

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
A61K8/894(2006.01)i, *A61K8/06*(2006.01)i, *A61K8/19*(2006.01)i, *A61K8/25*(2006.01)i, *A61K8/29*(2006.01)i, *A61K8/34*(2006.01)i, *A61K8/92*(2006.01)i, *A61Q1/12*(2006.01)i
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
A61K8/894, A61K8/06, A61K8/19, A61K8/25, A61K8/29, A61K8/34, A61K8/92, A61Q1/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2004-051629 A (Kose Corp.), 19 February 2004 (19.02.2004), claims 1 to 6; paragraphs [0013], [0022]; example 9 (Family: none)	1-3 4,5
Y A	JP 2002-356416 A (Shiseido Co., Ltd.), 13 December 2002 (13.12.2002), claims 1 to 3; paragraphs [0013], [0016]; example 1 (Family: none)	1-3 4,5
Y A	JP 2008-100923 A (Kao Corp.), 01 May 2008 (01.05.2008), paragraph [0015]; prescription example 7 (Family: none)	1-3 4,5

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
02 March, 2012 (02.03.12)	13 March, 2012 (13.03.12)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/079328

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2001-278738 A (Kose Corp.), 10 October 2001 (10.10.2001), claims 1 to 4; paragraphs [0011] to [0015]; examples 2, 5 (Family: none)	1-3 4,5
A	JP 2007-161648 A (Shiseido Co., Ltd.), 28 June 2007 (28.06.2007), claims 1 to 4; paragraphs [0013] to [0021], [0026]; example of blending 1 (Family: none)	4,5

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１１／０７９３２８

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　A61K8/894(2006.01)i, A61K8/06(2006.01)i, A61K8/19(2006.01)i, A61K8/25(2006.01)i, A61K8/29(2006.01)i, A61K8/34(2006.01)i, A61K8/92(2006.01)i, A61Q1/12(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　A61K8/894, A61K8/06, A61K8/19, A61K8/25, A61K8/29, A61K8/34, A61K8/92, A61Q1/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１２年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１２年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１２年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Y A	JP 2004-051629 A（株式会社コーセー）2004.02.19,【請求項１】－【請求項６】,【００１３】,【００２２】,実施例９（ファミリーなし）	１－３ ４，５
Y A	JP 2002-356416 A（株式会社資生堂）2002.12.13,【請求項１】－【請求項３】,【００１３】,【００１６】,実施例１（ファミリーなし）	１－３ ４，５

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 ０２．０３．２０１２	国際調査報告の発送日 １３．０３．２０１２
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｑ　３９６６ 大島　忠宏 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６８

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Ｙ Ａ	JP 2008-100923 A（花王株式会社）2008.05.01,　【００１５】，処方例７（ファミリーなし）	１－３ ４，５
Ｙ Ａ	JP 2001-278738 A（株式会社コーセー）2001.10.10,　【請求項１】－【請求項４】,【００１１】－【００１５】，実施例２，５（ファミリーなし）	１－３ ４，５
Ａ	JP 2007-161648 A（株式会社資生堂）2007.06.28,　【請求項１】－【請求項４】,【００１３】－【００２１】,【００２６】,配合例１（ファミリーなし）	４，５