(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3671327号
(P3671327)
(45)発行日　平成17年7月13日(2005.7.13)　(24)登録日　平成17年4月28日(2005.4.28)

(51)Int.Cl.[7]　F I
A61K 7/00　A61K 7/00 N
A61K 7/00 J

請求項の数 3　(全 15 頁)

(21)出願番号　特願平10-279341
(22)出願日　平成10年9月14日(1998.9.14)
(65)公開番号　特開2000-86438(P2000-86438A)
(43)公開日　平成12年3月28日(2000.3.28)
審査請求日　平成15年3月27日(2003.3.27)

(73)特許権者　000145862
株式会社コーセー
東京都中央区日本橋３丁目６番２号
(74)代理人　100089406
弁理士　田中　宏
(74)代理人　100096563
弁理士　樋口　榮四郎
(72)発明者　宮川　さつき
東京都北区栄町４８番１８号　株式会社コーセー研究本部内
(72)発明者　橘　清美
東京都北区栄町４８番１８号　株式会社コーセー研究本部内

審査官　福井　美穂

最終頁に続く

(54)【発明の名称】油中水型化粧料

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
次の成分（Ａ）及び（Ｂ）：
（Ａ）（ａ）ビニル基含有オルガノポリシロキサンと（ｂ）オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
（Ｂ）部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物
を含有することを特徴とする油中水型化粧料。
【請求項２】
球状微粒子分散液の球状微粒子の平均粒径が、０．１～１００μｍであることを特徴とする請求項１記載の油中水型化粧料。
【請求項３】
成分（Ａ）の複合粉体の配合量が０．０１～３０重量％、成分（Ｂ）の部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物の配合量が０．１～３０重量％であることを特徴とする請求項１又は２記載の油中水型化粧料。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】

本発明は、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有することにより、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れた油中水型化粧料に関するものである。

【０００２】

【従来の技術】

近年、化粧料においては、さっぱりとしてべたつきが少なく、また経時での化粧持ちを向上させるために、油剤としてシリコーン油が多く使用されている。また、このような油剤を用いて乳化組成物を調製する際、通常乳化剤として、シリコーン油と混和しやすい親油性のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤が汎用されている。一例として、油性成分に部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物と低粘度シリコーン油からなるシリコーン組成物を含有し、乳化剤としてポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤を用いて、経時安定性および使用感に優れる油中水型乳化化粧料（特開平３－７９６６６９号公報）や、部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を低粘度シリコーンとせん断力下で混練処理して得られるシリコーン組成物を油剤として用いた場合、なめらかでさっぱりした優れた使用感が得られ、さらに無水ケイ酸や疎水性シリカを配合したり、糖類、糖アルコール類、無機塩類を配合することによって経時安定性の向上をはかる技術が提案されている（特開平６－４０８４７号、特開平６－４０８４８号公報）。

【０００３】

【発明が解決しようとする課題】

これらはさっぱりした使用感や経時安定性に優れるものの、後肌のさらさら感や化粧持ち、化粧持続性の点で充分満足のいくものではなかった。

一方、使用性を向上するために、ポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微粒子や、ゴム弾性を有するシリコーンゴム粉粒状物等のシリコーン微粒子を化粧料に配合することが提案されている（特開平１－２６８６１５号公報、特公平７－０５３６４６号公報）。

しかしながら、前者のポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微粒子を配合した化粧料は、ポリオルガノシルセスキオキサン微粒子粉体の硬度が高いため、さらっとしてはいるものの、硬い感触の違和感を与えるものであった。また、後者のゴム弾性を有する微粒子は、前者のような欠点は大幅に解消されているが、流動性が乏しいため取り扱いし難く、又、凝集性が強いため、各種基材への均一分散が困難で基材との相溶性も悪い等、化粧料に配合するにはかなりの制限があった。

したがって、良好な使用感、使用性、経時安定性に優れると共に、化粧持ち、化粧持続性の点でも満足のいく油中水型化粧料の開発が望まれていた。

【０００４】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を行なった結果、油中水型化粧料において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と、部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有することにより、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れることを見出だし本発明を完成するに至った。

【０００５】

すなわち、本発明は、次の成分（Ａ）及び（Ｂ）：

（Ａ）（ａ）ビニル基含有オルガノポリシロキサンと（ｂ）オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体

（Ｂ）部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物

を含有することを特徴とする油中水型化粧料である。以下、本発明について詳細に説明す

る。
【０００６】
【発明の実施の形態】
本発明に使用される成分（Ａ）の複合粉体は、（ａ）ビニル基含有オルガノポリシロキサン（ｂ）オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる複合粉体である。前記球状微粒子分散液の球状微粒子の平均粒径は、使用感、使用性において０．１～１００μｍが好ましい。
【０００７】
本発明の油中水型化粧料中、成分（Ａ）の複合粉体の配合量は、効果の発現及び使用性において、０．０１～３０重量％（以下、単に「％」で示す。）が好ましく、更に好ましくは、０．０５～２０％である。
また、この複合粉体は必要に応じて一種又は二種以上用いることができる。
【０００８】
本発明に使用される成分（Ｂ）である部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物とは、オルガノハイドロジェンポリシロキサンと脂肪族不飽和基含有化合物とを付加重合させたもので、特開平４－２７２９３２号公報、特開平５－１４０３２０号公報等に記載されているものが例示される。
部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物は、下記一般式（１）
$R^1_aR^2_bH_cSiO_{(4-a-b-c)/2}$・・・（１）
［式中、R^1は同種又は異種の炭素数１～１８の非置換、又は置換のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基、R^2は一般式$C_nH_{2n}O(C_2H_4O)_d(C_3H_6O)_eR^3$｛ここに$R^3$は水素原子又は炭素数１～１０の飽和脂肪族炭化水素基もしくは－（ＣＯ）－R^4（R^4は炭素数１～５の飽和脂肪族炭化水素基）で示される基、ｄは２～２００の整数、ｅは０～２００の整数、ｄ＋ｅは３～２００の整数、ｎは２～６をそれぞれ示す｝で示されるポリオキシアルキレン基、ａは１．０≦ａ≦２．５、ｂは０．００１≦ｂ≦１．０、ｃは０．００１≦ｃ≦１．０をそれぞれ示す］で表わされるオルガノハイドロジェンポリシロキサン及び／又は一般式（２）
$R^1_fH_gSiO_{(4-f-g)/2}$・・・（２）
［式中、R^1は上記と同じ、ｆは１．０≦ｆ≦３．０、ｇは０．００１≦ｇ≦１．５をそれぞれ示す］で表わされるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと一般式（イ）
$C_mH_{2m-1}O(C_2H_4O)_h(C_3H_6O)_iC_mH_{2m-1}$・・・（イ）
［式中、ｈは２～２００の整数、ｉは０～２００の整数、ｈ＋ｉは３～２００の整数、ｍは２～６をそれぞれ示す］で表わされるポリオキシアルキレン及び／又は一般式（ロ）
$R^1_jR^5_kSiO_{(4-j-k)/2}$・・・（ロ）
［式中、R^1は前記に同じ、R^5は末端に脂肪族不飽和基を有する炭素数２～１０の１価炭化水素基、ｊは１．０≦ｊ≦３．０、ｋは０．００１≦ｋ≦１．５をそれぞれ示す）で表わされるオルガノポリシロキサンとの組合せにおいて、上記一般式（１）及び／又は一般式（イ）で表わされる成分を必須成分とする重合物である。
【０００９】
成分（Ｂ）の部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物の配合量は、０．１～３０重量％が好ましく、更に好ましくは０．５～２０％の範囲で配合される。配合量がこの範囲であれば油中水型化粧料において特に良好なものが得られる。また、これらの部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物は必要に応じて一種又は二種以上用いることができる。
【００１０】
本発明の油中水型化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される油剤、ゲル化剤、粉体、アルコール類、水溶性高分子、油溶性高分子、皮膜形成剤、樹脂

、紫外線吸収剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、ＰＨ調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分（美白剤、細胞賦活剤、肌あれ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等）、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物等を添加することができる。

【００１１】

油剤としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、固体、半固体、液状の油剤のいずれのものも使用することができ、例えば、天然動植物油脂類、及び半合成油脂としては、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カポックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシック油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ＰＯＥラノリンアルコールエーテル、ＰＯＥラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、ＰＯＥ水素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等；炭化水素油として、オゾケライト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、パラフィンワックス、流動パラフィン、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸（ＥＰＡ）、ドコサヘキサエン酸（ＤＨＡ）、イソステアリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸等；高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、２－デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、ＰＯＥコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル（バチルアルコール）等；エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸２－ヘキシルデシル、アジピン酸ジ－２－ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸Ｎ－アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジ－２－エチルヘキサン酸エチレングリコール、２－エチルヘキサン酸セチル、トリ－２－エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ－２－エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、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、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸２－エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ－２－エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸２－エチルヘキシル、パルミチン酸２－ヘキシルデシル、パルミチン酸２－ヘプチルウンデシル、１２－ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、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、ミリスチン酸２－ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、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、リンゴ酸ジイソステアリル等；グリセライド油としては、アセトグリセライド、トリイソオクタン酸グリセライド、トリイソステアリン酸グリセライド、トリイソパルミチン酸グリセライド、トリ－２－エチルヘキサン酸グリセライド、モノステアリン酸グリセライド、ジ－２－ヘプチルウンデカン酸グリセライド、トリミリスチン酸グリセライ

ド等；シリコーン油としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン，メチルハイドロジェンポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン，テトラメチルテトラハイドロジェンシクロテトラシロキサン、ステアロキシリコーン等の高級アルコキシ変性シリコーン、高級脂肪酸変性シリコーン、シリコーン樹脂、シリコンゴム、シリコーンレジン等；フッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられ、これらの油剤は必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【００１２】

ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリステート等の金属セッケン、Ｎ－ラウロイル－Ｌ－グルタミン酸、α，γ－ジ－ｎ－ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン２－エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれるゲル化剤で、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【００１３】

アルコール類としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等、ステロールとして、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等がある。

【００１４】

水溶性高分子としては、アラビアゴム、トラガカント、ガラクタン、キャロブガム、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインスシード（マルメロ）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、アルゲコロイド、トラントガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ラポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子などがある。

また、この中には、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膜形成剤も含まれる。

【００１５】

界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩とそのホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪

酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリン酸塩、Ｎ－アシルアミノ酸系活性剤等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等；非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等；両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体等が挙げられる。

【００１６】

粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状（球状、針状、板状、等）や粒子径（煙霧状、微粒子、顔料級等）、粒子構造（多孔質、無孔質等）を問わず、いずれのものも使用することができ、例えば、無機粉体としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、合成雲母、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、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、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ等；有機粉体としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、１２ナイロン、６ナイロン、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、コメデンプン、ラウロイルリジン等；界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等；有色顔料としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、γ－酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した複合粉体等；パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等；金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、カッパーパウダー、ステンレスパウダー等；タール色素としては、赤色３号、赤色１０４号、赤色１０６号、赤色２０１号、赤色２０２号、赤

色２０４号、赤色２０５号、赤色２２０号、赤色２２６号、赤色２２７号、赤色２２８号、赤色２３０号、赤色４０１号、赤色５０５号、黄色４号、黄色５号、黄色２０２号、黄色２０３号、黄色２０４号、黄色４０１号、青色１号、青色２号、青色２０１号、青色４０４号、緑色３号、緑色２０１号、緑色２０４号、緑色２０５号、橙色２０１号、橙色２０３号、橙色２０４号、橙色２０６号、橙色２０７号等；天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体で、これらの粉体を複合化したり、油剤やシリコーン、又はフッ素化合物で表面処理を行なった粉体でも良く、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【００１７】

紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、２，４－ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤等が挙げられる。

【００１８】

保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、１，３－ブチレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等がある。

【００１９】

防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸エステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

【００２０】

酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン等、ｐＨ調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、ｄｌ－リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、Ｌ－メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

【００２１】

美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸β－ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、α－ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、γ－オリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられ、ビタミン類としては、ビタミンＡ油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンＡ類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンＢ２類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート等のビタミンＢ６類、Ｌ－アスコルビン酸、Ｌ－アスコルビン酸ジパルミチン酸エステル、Ｌ－アスコルビン酸－２－硫酸ナトリウム、ｄｌ－α－トコフェロール－Ｌ－アスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンＣ類、パントテン酸カルシウム、Ｄ－パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール等のビタミンＤ類、ニコチン酸、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、ｄｌ－α－トコフェロール、酢酸ｄｌ－α－トコフェロール、ニコチン酸ｄｌ－α－トコフェロール、コハク酸ｄｌ－α－

トコフェロール等のビタミンＥ類、ビタミンＰ、ビオチン等がある。

【００２２】

アミノ酸類としては、アルギニン、アスパラギン酸、シスチン、システイン、メチオニン、セリン、ロイシン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

【００２３】

本発明の油中水型化粧料としては、乳液、クリーム、リップクリーム、ハンドクリーム、洗顔料等のスキンケア化粧料、ファンデーション、メークアップ下地、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、オーバーコート剤、口紅等のメークアップ化粧料、ヘアクリーム、コンディショナー、チックなどの頭髪化粧料など等が挙げられる。剤型は液状、乳液状、固形状、ペースト状、ゲル状等種々の形態を選択することができる。

【００２４】

【実施例】

以下に、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。

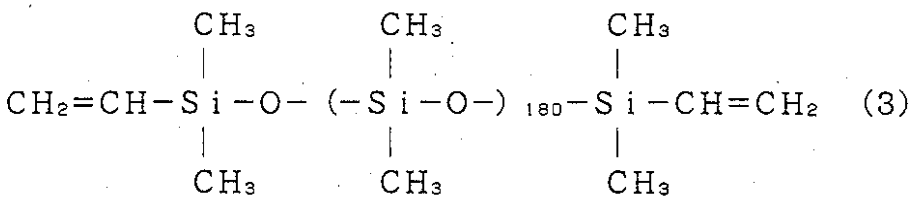
【００２５】

（製造例１）オルガノポリシロキサン複合粉体Ａ

次の化学式（３）

【００２６】

【化１】



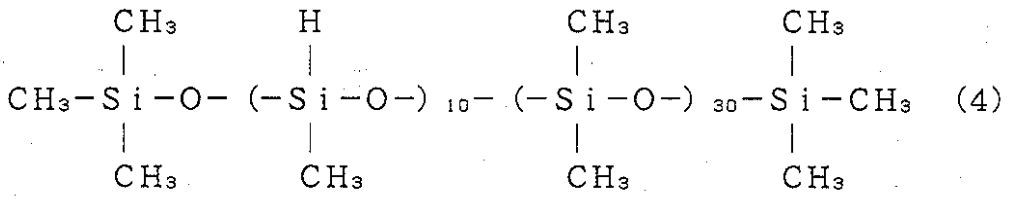
(3)

【００２７】

で示される粘度が６００ｃＳｔのメチルビニルシロキサン５００ｇと、次の化学式（４）

【００２８】

【化２】



(4)

【００２９】

で示される粘度が３０ｃＳｔのメチルハイドロジェンポリシロキサン２０ｇを、１リットルのガラスビーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて２，０００ｒｐｍで攪拌混合した後、ポリオキシエチレン（付加モル数；９モル）オクチルフェニルエーテル１ｇ、水１５０ｇを加えて６，０００ｒｐｍで攪拌、転相してから更に２，０００ｒｐｍ攪拌下、水３２９ｇを加え、Ｏ／Ｗ型エマルションを得た。このＯ／Ｗ型エマルションを錨型攪拌翼による攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下、塩化白金酸－オレフィン錯体のトルエン溶液（白金含有量０．０５％）１ｇと、ポリオキシエチレン（付加モル数；９モル）オクチルフェニルエーテル１ｇの混合物を添加、１２時間反応を行ない、球状微粒

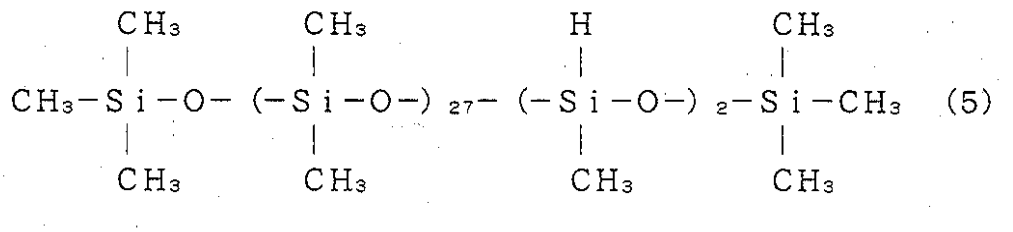
子分散液を得た。この分散液中の球状微粒子の平均粒径をコールターカウンター（コールターエレクトロニクス社製）を用いて測定したところ、１５μｍであった。
次に、この球状微粒子分散液５８０ｇ、水２，２９０ｇ，及びアンモニア水（濃度２８重量％）６０ｇを３リットルのガラスフラスコに仕込み、１０℃、２００ｒｐｍの条件で錨型攪拌翼により攪拌を行ない、メチルトリメトキシシラン６５ｇを２０分かけて滴下した。液温５～１５℃で４時間攪拌、更に５５～６０℃で１時間攪拌して得られた液を加圧濾過器を用いて水約３０％のケーキ状物とし、更に熱風循環乾燥機中で１０５℃で乾燥した後、ジェットミルで解砕して複合粉体が得られた。
この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、１５μｍであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子１００重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が１０重量部複合化されたものであった。

【００３０】
（製造例２）オルガノポリシロキサン複合粉体Ｂ
前記した製造例１のメチルトリメトキシシラン６５ｇをメチルトリメトキシシラン５５ｇとγ－グリシドキシプロピルトリメトキシシラン１０ｇの混合物としたほかは、製造例１と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、１５μｍであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子１００重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が１１重量部複合化されたものであった。

【００３１】
（製造例３）オルガノポリシロキサン複合粉体Ｃ
前記した製造例１におけるＯ／Ｗ型エマルション作成時に使用したポリオキシエチレン（付加モル数；９モル）オクチルフェニルエーテルを５ｇとし、製造例１と同様にして球状微粒子分散液を得たが、この分散液中の粒子の平均粒径はコールターカウンターを用いて測定したところ、３μｍであった。この球状微粒子分散液を製造例１と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、３μｍであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子１００重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が１０重量部複合化されたものであった。

【００３２】
（製造例４）部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物Ｄ
反応器中に、平均組成式（５）

【００３３】
【化３】



(5)

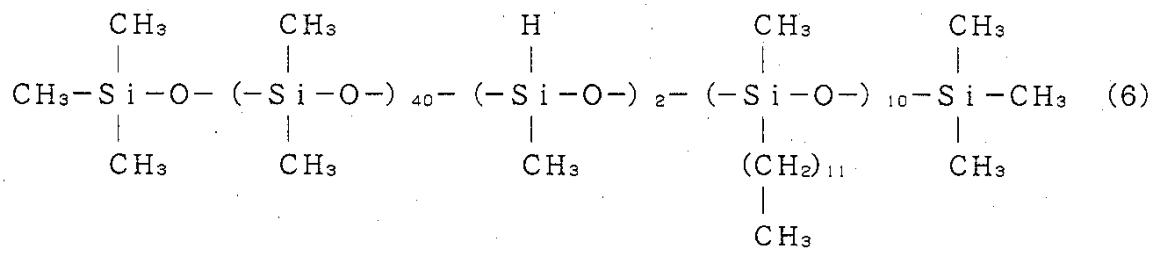
【００３４】
で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン１００ｇ、エタノール６２ｇ、平均組成式が$CH_2=CHCH_2O(C_2H_4O)_{10}CH_2CH=CH_2$で示されるポリオキシアルキレン２３．６ｇ及び塩化白金酸３％のエタノール溶液０．３ｇを仕込み、内温を７０～８０℃に維持して２時間撹拌した後、減圧下で溶媒を除去し、粒状の重合物を得た。

【００３５】
（製造例５）部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物Ｅ

反応器中に、平均組成式（６）

【００３６】

【化４】



(6)

【００３７】

で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン１００ｇ、エタノール６２ｇ、平均組成式が$CH_2=CHCH_2O(C_2H_4O)_{10}CH_2CH=CH_2$で示されるポリオキシアルキレン２．６ｇ及び塩化白金酸３％のエタノール溶液０．３ｇを仕込み、内温を７０～８０℃に維持して２時間撹拌した後、減圧下で溶媒を除去し、粒状の重合物を得た。

【００３８】

実施例１～２及び比較例１～３　油中水型下地化粧料

表１に示す組成の油中水型下地化粧料を調製し、その使用感及び使用性について下記の方法に従い、評価を行なった。

【００３９】

【表１】

(%)

(成分)	実施例		比較例		
	1	2	1	2	3
1.部分架橋型ﾎﾟﾘｴｰﾃﾙ変性ｵﾙｶﾞﾉﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ重合物D(製造例4)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
2.ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ(6cs)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
3.ﾃﾞｶﾒﾁﾙｼｸﾛﾍﾟﾝﾀｼﾛｷｻﾝ	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
4.ﾎﾟﾘﾒﾁﾙｼﾙｾｽｷｵｷｻﾝ粉末(注1)	—	—	—	2.0	—
5.ｵﾙｶﾞﾉﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ硬化物粉体(注2)	—	—	—	—	2.0
6.ｵﾙｶﾞﾉﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ複合粉体A(製造例1)	2.0	—	—	—	—
7.ｵﾙｶﾞﾉﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ複合粉体D(製造例3)	—	4.0	—	—	—
8.1,3-ﾌﾞﾁﾚﾝｸﾞﾘｺｰﾙ	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
9.ｸﾞﾘｾﾘﾝ	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
10.塩化ﾅﾄﾘｳﾑ	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
11.防腐剤	適量	適量	適量	適量	適量
12.香料	適量	適量	適量	適量	適量
13.精製水	残量	残量	残量	残量	残量
(評価項目)					
なめらかさ	◎	◎	○	○	△
さっぱり感	◎	◎	△	△	×
後肌のさらさら感	◎	◎	△	◎	○
ﾌｧﾝﾃﾞｰｼｮﾝのつき	◎	◎	○	△	×
仕上がりの美しさ	◎	◎	△	×	×
化粧持続性	◎	◎	○	×	×

(注1)ﾎﾟﾘﾒﾁﾙｼﾙｾｽｷｵｷｻﾝ粉末(ﾄｽﾊﾟｰﾙ145;東芝ｼﾘｺｰﾝ社製)
(注2)ｵﾙｶﾞﾉﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ硬化物粉体(ﾄﾚﾌｨﾙE505C;東レ・ﾀﾞｳｺｰﾆﾝｸﾞ社製)

【００４０】
(製造方法)
Ａ：成分１～２を均一に混合後、成分３を加え、均一に混合する。
Ｂ：成分８～１１及び成分１３を均一に混合する。
Ｃ：Ａを撹拌しながら成分４～７を添加して充分に分散する。
Ｄ：ＣにＢを撹拌しながら添加して乳化後、成分１２を加えて油中水型下地化粧料を得た。

【００４１】
(評価方法)
女性５０名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布時ののび広がり、なめらかさ、

さっぱり感、後肌のさらさら感、またその上に市販のパウダーファンデーションを塗布し、ファンデーションのつき、仕上がりの美しさ（毛穴が目立たない）、化粧持続性（油光りやテカリ、よれ）について以下の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

［評価基準］

５点：非常に良好

４点：良好

３点：普通

２点：やや不良

１点：不良

［判定］

◎：平均点４．５以上

○：平均点３．５以上４．５未満

△：平均点２．５以上３．５未満

×：平均点２．５未満

得られた結果を表１に併せて示す。

【００４２】

表１の結果から明らかなように、本発明の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物とを含有する油中水型下地化粧料は、塗布時のなめらかさ、後肌のさらさら感に優れ、またその上にパウダーファンデーションを塗布したときには、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、テカリや油光りをおさえ、経時での化粧持ちに優れたものであった。

【００４３】

実施例３　油中水型日焼け止めクリーム

（成分）	（％）
１．部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物Ｄ（製造例４）	５．０
２．ジメチルポリシロキサン（６ｃｓ）	１０．０
３．トリオクタン酸グリセリル	５．０
４．デカメチルシクロペンタシロキサン	１０．０
５．オルガノポリシロキサン複合粉体Ｂ（製造例２）	２．０
６．パラメトキシケイ皮酸２－エチルヘキシル	５．０
７．１，３－ブチレングリコール	１０．０
８．防腐剤	適量
９．香料	適量
１０．精製水	残量

【００４４】

（製造方法）

Ａ：成分１～６を均一に混合する。

Ｂ：成分７～８及び成分１０を混合し、均一に溶解する。

Ｃ：ＡにＢを撹拌しながら添加する。

Ｄ：Ｃに成分９を加えて日焼け止めクリームを得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物とを含有する油中水型日焼け止めクリームは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、さっぱり感、後肌のさらさら感に優

れ、また汗、水に強く、化粧持続性の高いものであった。

【００４５】

実施例４　固形状油中水型ファンデーション

（成分）	（％）
１．部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物Ｅ（製造例５）	１０．０
２．ジメチルポリシロキサン（６ｃｓ）	１０．０
３．オルガノポリシロキサン複合粉体Ｃ（製造例３）	５．０
４．デカメチルシクロペンタシロキサン	５．０
５．フラクトオリゴ糖脂肪酸エステル	７．０
６．トリオクタン酸グリセリル	１０．０
７．カルボキシビニルポリマー	０．４
８．水酸化ナトリウム	０．０８
９．１，３－ブチレングリコール	５．０
１０．酸化チタン	８．０
１１．無機着色顔料	２．０
１２．マイカ	３．０
１３．レシチン	０．３
１４．防腐剤	適量
１５．香料	適量
１６．精製水	残量

【００４６】

（製造方法）

Ａ：成分１～２を均一に混合後、更に成分３～４を加えて均一に混合する。

Ｂ：成分５～６を混合後、均一に加熱溶解する。

Ｃ：成分７～８及び成分１４、１６を混合し均一に溶解する。

Ｄ：成分９～１３を均一に混合後、Ｃに添加して均一に混合する

Ｅ：ＡにＢを撹拌しながら添加する。

Ｆ：Ｅに成分１５を添加し、更にＤを加えて均一に混和し、加熱溶解後、容器に流し込んで冷却し、固形状油中水型ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物とを含有する固形状油中水型ファンデーションは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、さっぱり感、後肌のさらさら感に優れ、化粧膜も油光りやテカリがなく、毛穴も目立たない美しい仕上がりで、また汗、水に強く、化粧持続性の高いものであった。

【００４７】

実施例５　クリーム状ファンデーション

（成分）	（％）
１．部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物Ｅ（製造例５）	２０．０
２．トリオクタン酸グリセリル	１５．０
３．ジメチルポリシロキサン（６ｃｓ）	５．０
４．ホホバ油	１０．０
５．酸化チタン	８．０
６．着色顔料	４．０
７．マイカ	３．０
８．オルガノポリシロキサン複合粉体Ｂ（製造例２）	２０．０
９．１，３－ブチレングリコール	４．０
１０．防腐剤	適量
１１．香料	適量
１２．精製水	残量

【００４８】

（製造方法）

Ａ：成分１～４を混合後、成分５～８を加えて均一分散する。

Ｂ：Ａに成分９～１２を加えて乳化し、クリーム状ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物とを含有するクリーム状ファンデーションは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、後肌のさらさら感に優れ、化粧膜も油光りやテカリがなく、毛穴も目立たない美しい仕上がりで、汗、水に強く、化粧持続性の高いものであった。

【００４９】

【発明の効果】

本発明品の、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物とを含有する油中水型化粧料は、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧膜が油光りやテカリがなく、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れるものである。

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平０６－０４０８４７（ＪＰ，Ａ）
特開平１０－２３６９１７（ＪＰ，Ａ）
特開平０９－０２０６３１（ＪＰ，Ａ）
特開平１０－１２０９０３（ＪＰ，Ａ）
特開平０５－１４０３２０（ＪＰ，Ａ）
特開平１１－３３５２５９（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
A61K 7/00-7/50