

公告本

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，□記號部分請勿填寫)

※ 申請案號： 92119423

※ 申請日期： 92-07-16

□IPC 分類： A61K 8/04, 8/03, 8/06, 8/25

8/28, 8/2

B61K 1/02

壹、發明名稱：(中文/日文)

含有粉末之水中油型乳化組合物

粉末含有水中油型乳化組成物

貳、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

日商資生堂股份有限公司

SHISEIDO COMPANY, LTD.

代表人：(中文/英文)

池田 守男

MORIO IKEDA

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本國東京都中央區銀座7丁目5番5號

5-5, GINZA 7-CHOME CHUO-KU, TOKYO 104-8010, JAPAN

國 籍：(中文/英文)

日本 JAPAN

參、發明人：(共 3 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 淺井 步

2. 三浦 由將

3. 友政 哲

住居所地址：(中文/英文)

1.2.3. 均日本國神奈川縣橫濱市都筑區早淵2-2-1

資生堂股份有限公司研究中心新橫濱內

國 籍：(中文/英文)

1.2.3. 均日本 JAPAN

肆、聲明事項：

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項 ☐ 第一款但書或 ☐ 第二款但書規定之期間，其日期為： 年 月 日。

☒ **本案申請前已向下列國家（地區）申請專利：**

1. 日本；2002年07月16日；特願2002-206448

2.

3.

4.

5.

☒ **主張國際優先權(專利法第二十四條)：**

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本；2002年07月16日；特願2002-206448

2.

3.

4.

5.

☐ **主張國內優先權(專利法第二十五條之一)：**

【格式請依：申請日；申請案號數 順序註記】

1.

2.

3.

☐ **主張專利法第二十六條微生物：**

☐ 國內微生物 【格式請依：寄存機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 國外微生物 【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

玖、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於適合於化粧品等外用組合物之水中油型乳化組合物者。

【先前技術】

聚羧乙烯聚合物及烷基變性羧乙烯聚合物等離子性水溶性高分子化合物，係藉由離子間之排斥而增加黏度，得以少量達到高黏度。因此可使用離子性水溶性高分子化合物作為增黏劑，於抑制高分子特有之發黏及滑溜之下設定廣範圍黏度，亦可利用離子性水溶性高分子物特有之搖變性為消費者提供鮮嫩使用感。

因此，離子性水溶性高分子化合物乃廣泛利用於化粧品原料，特別是水性化粧料或水中油型乳化化粧料等之水相增黏劑。

離子性水溶性高分子化合物雖具備如上之作為增黏劑之優異特性，但往往因與其他成分之離子性基，離子性物質之接觸而產生之相互作用，不易控制被添加組合物之黏度。

例如，常作為顏料之氧化鈦粉末粒子，通常係以氧化鋁或氧化鋅等改質表面，添加於以離子性水溶性高分子化合物增黏之水相時，由於來自改質劑之離子與離子性水溶性高分子化合物之相互作用而引起全體性或局部性黏度降低或上昇，或粉末之凝集等，於是使得保持安定性之下提供增黏劑本來之鮮嫩感觸與氧化鈦粉末之效果困難。

為解決此問題，曾嘗試對氧化鈦等粉末粒子施以氟處理

等疏水化處理，以抑制離子間之相互作用，如特開平9-143023，特開平7-112915或特開平9-143031，但是，縱使於水中油劑乳化組合物之製造過程中將疏水化處理之粉末粒子分散於油相，仍無法於長期中抑制離子溶出於水相，因此難以製得安定性十分良好之組合物。

此外，亦嘗試使用不受添加物質帶來之離子之影響之水溶性高分子化合物，如多糖類及其衍生物，但為藉由該水溶性高分子化合物確保某種程度之黏度，通常需增加添加量。於是，若僅使用少量多糖類等時，被添加組合物之黏度不高，而若為實現高黏度而使用大量多糖類，則產生發滑、發黏及高分子物本身造成之皺性，難以提供觸感良好之組合物。

因此本發明之目的為，於添加粉末粒子之離子性水溶性高分子化合物之水中油型乳化組合物，提供一種長期安定之離子性水溶性高分子化合物造成之增黏本來之鮮嫩感觸及能發揮粉末黏子本來之效果之手段。

【發明內容】

本發明人等，為解決上述問題悉心研究結果發現，將添加之粉末粒子製成疏水性粉末粒子後，再以特定聚醚變性聚矽氧烷形成水中油型乳劑，則可將疏水性粉末粒子連同其溶出成分長久保留於油相中，由此可提供所需水中油型乳化組合物，而完成本發明。

換言之，本發明係提供一種含：

(a)疏水性粉末粒子

硬脂酸鋅，硬脂酸鋁，硬脂酸鈣，十四烷酸鋅等金屬皂粉末。此外亦可為以親水性或疏水性粉末粒子為基本材料，對其施以疏水處理之粉末粒子。

該基本材料之例為氧化鈦，氧化鐵，氧化鎂，氧化鋅，氧化鈣，磷酸鈣，碳酸鈣，氧化鋁，氫氧化鋁，硫酸鋇，真珠光澤顏料(雲母鈦，二氯氧化鈦等)及滑石。此外，使用上述材料之粉末粒子之複合粉末粒子，或上述粉末粒子與尼龍粒子，聚乙烯粉末，聚異丙烯酸甲酯(PMMA)，氧化矽，聚矽氧烷樹脂，結晶纖維素等之粉末之複合粉末粒子亦可用於本發明。倘該複合粉末本質上係疏水性時，得可直接含於本乳化組合物中，而本質上係親水性時，得依單獨材料之親水性粉末粒子同樣，施以疏水化處理後含於本乳化組合物。

以上述粉末粒子為基本材料，施加疏水化處理之方法，可用矽氧烷(Silicane)處理(用甲基氫聚矽氧烷，二甲基聚矽氧烷，甲基苯基聚矽氧烷等矽油；甲基三甲氧基矽氧烷，乙基三甲氧基矽氧烷，己基三甲氧基矽氧烷，辛基三甲氧基矽氧烷等烷基矽氧烷；三氟甲基乙基三甲氧基矽氧烷，戊基十氟化三甲氧基癸基三甲氧基矽氧烷等氟化烷基矽氧烷等之處理)，脂酸處理(軟脂酸，異硬脂酸，硬脂酸，十二烷酸，十四烷酸，二十二烷酸，油酸，松香酸，12-羥基硬脂酸等處理)，脂酸皂處理(硬脂酸鋁，硬脂酸鈣，12-羥基硬脂酸等處理)，脂酸酯處理(糊精脂酸酯，澱粉脂酸酯處理)等。該疏水化處理可依常法進行。上述各種疏水化處理之中，由於對粉末粒

子可賦予高度安定性，以矽油(聚矽氧烷)處理最佳。

至於疏水性粉末粒子之形狀及大小，並無特別限制，例如球狀、板狀、花瓣狀等形狀均可採用，但選擇形狀可利用光反射而製成隱蔽皺紋用或改善皮膚粗糙化外用組合物，係一種合適形態。該應用例，倘再添加抗皺化劑或皮膚粗糙化改善劑於本乳化組合物，則可製成皺紋隱蔽用，皮膚粗糙化改善等即效感之組合物，或製成長期性抗皺紋化及皮膚粗糙化改善用組合物。此外，採用球狀粉末，通常可進而改善塗抹不勻。疏水性粉末粒子之大小，則可任選平均粒子徑 $2\text{ nm}\sim 30\text{ }\mu\text{m}$ (換算為球狀粒子)範圍之粒子。為提昇美白、隱蔽皺紋用劑之速效感，則宜採用 $5\text{ nm}\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ 範圍之粒子，雖然因組合之粉末種類而異。

本乳化組合物中之疏水性粉末粒子之含量，可因應本乳化組合物之具體形態及用途，以及粉體粒子之種類而適宜選擇，不應限定範圍，通常以對組合物含 $0.01\sim 20.0$ 質量%為宜，且以 $0.1\sim 10.0$ 質量%更佳。該含量在組合物之 0.01 質量%以下時，該乳化組合物未能充分發揮添加粉體粒子之效果，而含量在 20.0 質量%則產生因添加過量粉體使得該乳化組合物產生摩擦感，扭轉感及發黏，對使用感產生不良影響。

(b)聚醚變性聚矽氧烷(I)

本乳化組合物所用聚醚變性聚矽氧烷(I)係如上已述，再詳述如下。

聚醚變性聚矽氧烷(I)1分子內之 A^1 、 A^2 及 n 個 A^3 中，至少

本乳化組合物中之聚醚變性聚矽氧烷(I)含量，係以對組合物0.01~5.0質量%為宜，而以0.05~3.0質量%更佳。該含量若為對組合物0.01質量%以下，本乳化組合物之長期安定性難以充分，而在5.0質量%以上，則使乳化組合物產生高分子物特有之發黏，或降低乳化作用。

(c)離子性水溶性高分子化合物

離子性水溶性高分子化合物，係經以鹼性劑或酸劑中和則形成凝膠，亦則水溶性鹼增黏型聚合物或水溶性酸性增黏型聚合物。本發明所用離子性水溶性高分子化合物，係以水溶性鹼性增黏型聚合物較適宜，例如羧乙烯基聚合物，烷變性羧乙烯基聚合物，例如丙烯酸/丙烯酸烷酯共聚物等，以及上述聚合物之鹽類。本乳化組合物之共聚物之鹽類，本乳化組合物，得含有離子性水溶性高分子化合物之一種或二種以上。

至於為增加水溶性鹼增黏型聚合物或水溶性酸增黏型聚合物之黏度而使用之鹼劑或酸劑，並未特定，鹼劑之例有氫氧化鈉，氫氧化鉀，氫氧化銨，三乙醇胺，L-薄蛋白精氨酸等，而酸劑則可用各種有機酸及無機酸。

本乳化組合物中之離子性水溶性高分子化合物之含量，宜為對組合物0.01~2.0質量%，以0.01~1.0質量%更佳。該離子性水溶性高分子化合物之含量，若為組合物之0.01質量%以下，則難以發揮預期增黏效果，但若超過2.0質量%則使乳化組合物產生滑溜或發黏，由此降低觸感評價，且於塗抹時產生因過量高分子物帶來之扭塊。

(b)矽油(聚矽氧烷)

本乳化組合物，因含矽油可使聚醚變性聚矽氧烷(I)之分散性及溶解性提昇，由此抑制發黏。

矽油祇要係通常使用於化粧品等外用組合物所用之矽油，並無特別限制，例如，甲基聚矽氧烷，甲基苯基聚矽氧烷，八甲基環四矽氧烷，十甲基環五矽氧烷，甲基聚環矽氧烷，甲基氫聚矽氧烷，二甲基矽氧烷，甲基(POE)矽氧烷共聚物，二甲基矽氧烷，甲基(POE)矽氧烷(POP)矽氧烷共聚物，甲基聚矽氧烷乳劑，高聚合甲基聚矽氧烷，二甲基矽氧烷，甲基(POP)矽氧烷共聚物，十四甲基六矽氧烷，八甲基三矽氧烷，十二甲基環己矽氧烷，二甲基矽氧烷，甲基十六基氧矽氧烷共聚物。

將矽油含於本乳化組合物時之矽油含量，宜對組合物0.1~50.0質量%，尤以0.1~30.0質量%更佳。該矽油含有量若為0.1質量%以下，則難以產生因添加矽油造成之POE變性矽氧烷之溶解性及使用感提昇，而含量為50.0質量%以上，則對乳化組合物產生油質感，失去其應有鮮嫩觸感，甚至引起乳化不良。

本乳化組合物之製造方法，祇要最後能成水中油型乳化組合物，並無特別限制。通常，將對含離子性水溶性高分子化合物之水相，於攪拌下添加疏水性粉末粒子，聚醚變性聚矽氧烷(I)及含矽油之油相，便可製得水中油型之本乳化組合物。亦可使用含有全部成分之混合物施以乳化操作，以單一製程製造本乳化組合物。此外，本乳化組合物

中亦可存在不含疏水性粉末粒子之其他油相(則在乳化粒子狀態之油相)。

本乳化組合物中，水相係藉由離子性水溶性高分子化合物增黏，油相則可藉由聚醚變性聚矽氧烷(I)抑制疏水性粉末粒子之溶出成分等之離子性要素移行水相。於是，得以抑制因離子性要素對水相中之離子性水溶性高分子化合物之增黏狀態產生影響，結果可使得本乳化組合物長期安定化。換言之，本乳化組合物，可在長期保持安定性下，提供因離子性水溶性高分子化合物之增黏帶來之鮮嫩觸感及由疏水性粉末本身造成之效果。

如上已述，本乳化組合物，微視上是一種實質上由疏水性粉末粒子及聚醚變性聚矽氧烷(I)等含有於內相之油相(含矽油時該矽油亦含於油相)之水中油型乳化組合物。上述之「實質上含於油相」係指，從乳化組合物全體而言，該上述成分係停留於油相中之情況，亦則不排除業者認為外用組合物誤差程度之水相上含上述成分之情況。

如上已述，本乳化組合物適合作為化粧劑，醫藥品或醫藥部外品之外用組合物[皮膚(含頭皮頭髮)用組合物]該劑型係水中油型乳化劑，如化粧料中之乳液、面霜、凝膠、噴霧及固形化粧料等，而醫藥品或醫藥部外品之例則有軟膏、面霜等。

本乳化組合物若係外用組合物，只要不大幅影響本發明之效果，得加配一般可加配於外用組合物之其他成分。

例如，可加配上述各例以外之可忽視離子之溶出之親水

性或疏水性粉末，界面活性劑，保濕劑，藥劑，紫外線吸收劑，防腐劑及香料。特別以含美白劑，皮膚粗糙改善劑及/或抗皺紋劑非常適宜。亦則，當本乳化組合物之油相所含疏水性粉末粒子為白色粉末(例如疏水化處理之氧化鈦時，由於考量可提供美白即效感，可推論該組合物非常適合作為美白化粧品。此外，如上述，本乳化組合物之油相所含疏水性粉末粒子係球狀粉末粒子時，其可一邊提供皺紋改善效果及皮膚粗糙改善效果，一邊可期待皺紋及皮膚粗糙之長期性復元。

美白劑之例有，維生素C，維生素C衍生物(如維生素C磷酸酯或鹽，維生素C-2糖 等)，熊果，麴酸，槲花酸(ellargic acid)，lucinol(芸香醇)及雷瑣辛酚及其衍生物。

皮膚粗糙改善劑之例有 β -甘草酸，甘草酸衍生物(VII)，尿囊素，甘菊環，氫可得松(VIII)等抗發炎劑；凝血酸等蛋白 阻害劑等。

抗皺紋劑之例則有維生素A油，軟脂酸維生素A酯，乙酸維生素A酯等類維生素A；乙醇酸，乳酸等之 α 羧酸。

使用美白劑，皮膚粗糙改善劑及/或抗皺紋劑時，其在本乳化組合物中之含量，可依本乳化組合物劑型，製品形態以及所用藥劑之種類，且能發揮預期效能之範圍內選擇，並不需特別限定。

本乳化組合物之外用組合物形態，可採用多種形態，例如化粧水、乳液、美容液、面霜、按摩用化粧品、隔離霜、粉底、口紅、腮紅及眼影。

B：經時安定性稍不佳((i)(ii)均為B)，或(i)(ii)任一方為A而另一方為B)

C：經時安定性不佳((i)(ii)任一方之評價為C時，不管其他評價結果如何，均判斷為經時安定性不佳)。

(2)實際使用試驗

將用於上述經時試驗之試驗品(製造後及放置1個月後)實際塗抹於女性40名之臉上，就(i)鮮嫩性，(ii)滑溜性，(iii)發黏性，(iv)成條性各項目統計其使用感。

評價方法係(i)關於鮮嫩性則以感覺如此之比率(%），(ii)滑溜性則以無此感覺之比率(%），(iii)發黏性則以無此感覺之比率，而(iv)則以認為無成條之比率(%)表示。

(3)與膚色之補正效果之評價

於進行上述(2)之實際使用試驗時，由專業判定者判定膚色是否完全補正，以完全補正為天然膚色之比率(%)表示。

(4)化粧敷抹與化粧持續性之評價

於上述(2)及(3)之試驗結束後，立即在塗敷試驗品部位上方再塗抹市售之粉底，針對塗敷粉底部位，以VIDEOMICRU SCOPE (KEENCE公司製)檢查剛塗抹後之(i)化粧敷抹後及(ii)塗敷3小時後之化粧持續性，依(i)認為化粧敷抹性良好之比率(%)及(ii)認為化粧持續性良好之比率(%)，計算其良好率。

[試驗品之配製]

依第1表(實驗例)及第2表(比較例)之配方調配試驗品(精油劑；實驗例1~5，比較例1~7)，添加配製成份1~8，及19~23

配製成分	配製量(質量%)				
	實施例編號				
	1	2	3	4	5
4. 羥基乙基纖維素	-	-	-	0.1	-
5. 瓊膠	-	-	-	-	-
6. 丁二醇	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
7. 甘油	15.0	3.0	10.0	-	3.0
8. 乙醇	5.0	10.0	-	4.0	10.0
9. 未處理氧化鈦粉末	-	-	-	-	-
10. 未處理氧化鐵粉末	-	-	-	-	-
11. 未處理雲母鈦顏料	-	-	-	-	-
12. 疏水化氧化鈦粉末	-	1.0	0.5	2.0	8.0
13. 疏水化氧化鐵粉末	-	-	-	0.2	2.0
14. 疏水化雲母鈦顏料	1.5	-	0.5	-	-
15. 甲基聚矽氧烷	5.0	10.0	2.0	5.0	30.0
16. 八甲基環四矽氧烷	5.0	-	8.0	5.0	-
17. 聚醚變性聚矽氧烷1	-	-	-	-	-
18. 聚醚變性聚矽氧烷2	2.0	0.5	3.0	1.0	0.05
19. POE硬化蓖麻油	-	1.0	0.5	-	-
20. 氫氧化鉀(1%水溶液)	8.0	8.0	2.0	8.0	8.0
21. 抗氧化劑	適量	適量	適量	適量	適量
22. 防腐劑	適量	適量	適量	適量	適量
23. 精製水	殘量	殘量	殘量	殘量	殘量

第 2 表

配製成分	配製量(質量%)						
	實施例編號						
	1	2	3	4	5	6	7
1. 丙烯酸/丙烯酸烷酯共聚物	0.1	-	-	-	-	0.05	-
2. 羧基乙烯聚合物	0.1	0.2	0.05	-	-	0.15	-
3. 咕嚕橡膠	-	-	-	1.5	-	-	-
4. 羥基乙基纖維素	-	-	-	-	2.0	0.1	-
5. 瓊膠	-	-	-	-	-	-	3.0
6. 丁二醇	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
7. 甘油	15.0	3.0	10.0	3.0	15.0	-	0.5
8. 乙醇	5.0	10.0	-	10.0	7.0	4.0	3.0
9. 未處理氧化鈦粉末	-	1.0	-	-	-	-	-
10. 未處理氧化鐵粉末	-	0.2	-	-	-	-	-
11. 未處理雲母鈦顏料	-	0.5	-	-	-	-	-
12. 疏水化氧化鈦粉末	-	-	0.5	1.0	1.0	2.0	1.0
13. 疏水化氧化鐵粉末	-	-	-	-	-	0.2	-
14. 疏水化雲母鈦顏料	-	-	0.5	-	-	-	-
15. 甲基聚矽氧烷	5.0	10.0	2.0	10.0	10.0	5.0	10.0
16. 八甲基環四矽氧烷	5.0	-	8.0	8.0	20.0	5.0	1.0
17. 聚醚變性聚矽氧烷1	-	-	-	-	-	1.0	-
18. 聚醚變性聚矽氧烷2	2.0	0.5	-	1.0	1.0	-	1.0
19. POE硬化蓖麻油	-	1.0	0.5	1.0	-	-	-
20. 氫氧化鉀(1%水溶液)	8.0	8.0	2.0	-	-	8.0	8.0
21. 抗氧化劑	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
22. 防腐劑	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
23. 精製水	殘量	殘量	殘量	殘量	殘量	殘量	殘量

[試驗結果]

以上述配方之試驗品(精油劑：實施例1~5，比較例1~7)
試驗結果如第3表。

第 3 表

	實施例編號					比較例編號						
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7
(1)經時性安定性	A	A	A	A	A	A	C	C	B	B	C	B
(2)實使用試驗												
(i)鮮嫩度	70	67.5	92.5	67.5	75	70	70	90	22.5	20	67.5	47.5
(ii)無滑溜程度	77.5	80	87.5	57.5	90	75	77.5	87.5	7.5	12.5	72.5	60
(iii)無發黏性程度	65	77.5	75	70	72.5	62.5	75	80	22.5	12.5	77.5	60
(iv)無成條性程度	100	100	100	97.5	95	100	100	97.5	37.5	10	100	20
(3)膚色補正效果	52.5	67.5	55	67.5	75	0	37.5	55	62.5	60	65	57.5
(4)化粧性與化粧保持度												
(i)化粧性	60	57.5	65	65	67.5	35	37.5	62.5	40	22.5	65	62.5
(ii)化粧保持程度	72.5	60	67.5	75	62.5	15	27.5	65	37.5	20	65	47.5

由上述結果獲知，當各必須成分之配製量在合適範圍內時，成品可長期保持安定之下，鮮嫩等實用試驗結果良好，且主要由粉末粒子造成之功能、膚色補正效果之評價亦優異。此外，將其用於化粧粉底時之化粧完成度及保持時間亦良好。相較於此，未添加粉末粒子之比較例1，其靠粉末粒子造成之膚色補正效果當然較差，用於化粧粉底等時之效果及保持時間不佳。使用親水性粉末粒子之比較例2則雖然膚色補正效果不錯，但經時安定性卻不佳。而製配聚醚變性聚矽氧烷之比較例3則經時安定性卻不佳，未配製離子性水溶性高分子化合物，而以咕噸橡膠，羧基乙基纖維素等增黏劑取代之比較例4及5，其在實際使用試驗之評價上

較遜。此外，使用聚醚變性聚矽氧烷(I)之鍵合數m小於合適範圍之聚醚變性聚矽氧烷1之比較例6，在經時安定性有問題。此外，未用離子性高分子物而使用瓊膠之比較例7，則經時安定性稍遜，且有成條傾向，化粧上較差。

以下將列舉本乳化組合物處方例作為實施例。該實施例之各本乳化組合物，其經時安定性均良好，且實用試驗評價及由疏水性粉末造成之功能之評價亦良好。至於下列實施例中之疏水化處理粉末，係依常法實施烷基變性聚矽氧烷處理製得之粉末。

[實施例6] 乳液

<u>配 製 成 分</u>	<u>配製量(質量%)</u>
1. 丙烯酸/丙烯酸烷酯共聚物	0.08
2. 羧乙烯聚合物	0.5
3. 咕嚕橡膠	0.3
4. 三十碳烷	1.0
5. 十甲基五矽氧烷	10.0
6. 甲基聚矽氧烷	1.5
7. 聚醚變性聚矽氧烷2	1.0
8. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑：200~400 nm)	0.8
9. 甲氧基桂皮酸辛酯	1.0
10. 甘油	5.0
11. 1,3-丁二醇	8.0
12. 維生素C-2糖	5.0
13. 氫氧化鈉水溶液(1%)	10.0

14. 乙醇	2.0
15. 抗氧化劑	適量
16. 防腐劑	適量
17. 精製水	殘量

[製造方法]

將1~3及10~17混合溶解，添加將4~9均勻散者，攪拌使均勻分散得乳液。

[實施例6] 面霜

<u>配 製 成 分</u>	<u>配製量(質量%)</u>
1. 羧基乙烯聚合物	0.8
2. 硬脂醇	1.0
3. 固體石蠟	1.0
4. 凡士林	1.0
5. 甲基苯基聚矽氧烷	3.0
6. 聚醚變性聚矽氧烷2	3.0
7. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑：200~400 nm)	5.0
8. 和和巴油(jojoba油)	2.0
9. 四辛酸季戊四酯	5.0
10. POE(25)十六醇醚	1.0
11. 單硬脂酸甘油酯	0.8
12. 甘油	3.0
13. 1,3-丁二醇	3.0
14. 乙酸維生素A	0.2
15. 糊精	1.2

16. 氫氧化鈉水溶液(1%)	2.0
17. 乙醇	10.0
18. 乙二胺四乙酸三鈉	0.1
19. 防腐劑	適量
20. 精製水	殘量

[製造方法]

將2~4，8~11及14，15加熱混合物及5~7混合物添加於1，12，13，16~20之混合物，攪拌混合後冷，得面霜。

[實施例8] 凝膠(GEL)

<u>配製成分</u>	<u>配製量(質量%)</u>
1. 丙烯酸/丙烯酸烷酯共聚物	0.1
2. 羧基乙烯聚合物	0.1
3. 八甲基環四矽氧烷	8.0
4. 二甲聚矽氧烷/乙烯二甲聚矽氧烷交錯聚合物	2.0
5. 聚醚變性聚矽氧烷2	2.0
6. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑：200~400 nm)	0.3
7. 甘油	2.0
8. 1,3-丁二醇	5.0
9. 熊果	5.0
10. 氫氧化鈉水溶液(1%)	3.0
11. 緩衝劑	適量
12. 防腐劑	適量
13. 精製水	殘量

[製造方法]

對將1, 2, 7~13混合溶解者添加將3~6均勻分散者, 攪拌, 均勻分散, 得凝膠。

[實施例9] 防曬化粧料

配 製 成 分	配 製 量 (質 量 %)
1. 羧基乙烯聚合物	0.2
2. 咕噸橡膠	0.1
3. 八甲基環四矽氧烷	20.0
4. 二甲基矽氧烷	7.0
5. 苯基甲基矽氧烷	2.0
6. 聚醚變性聚矽氧烷2	2.0
7. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑: 10~50 nm)	5.0
8. 疏水化處理氧化鋅粉末	5.0
9. 甲氧基桂皮酸辛酯	5.0
10. 丁基甲氧基苯醯甲烷	2.0
11. 聚氧化乙烯(60)硬化蓖麻油	1.0
12. 1,3-二丁醇	6.0
13. 甘草酸二鉀	0.1
14. 無水矽酸	2.0
15. 氫氧化鈉水溶液(1%)	1.0
16. 乙醇	10.0
17. 防腐劑	適 量
18. 精製水	殘 量

[製造方法]

將1，2，11~18混合溶解，對此添加將3~10均勻分散者，攪拌，均勻分散，得防曬化粧料。

[實施例10] 化粧粉底

配 製 成 分	配 製 量 (質 量 %)
1. 羧基乙烯聚合物	0.2
2. 羥丙基纖維素	0.1
3. 八甲基環四矽氧烷	6.0
4. 二甲基矽氧烷	6.0
5. TRIOCTANOIN	3.0
6. 蠟油	2.0
7. 聚醚變性聚矽氧烷2	2.0
8. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑：10~50 nm)	1.5
9. 疏水化處理氧化鐵粉末	0.1
10. 1,3-丁二醇	6.0
11. 氫氧化鈉水溶液(1%)	20.0
12. 乙醇	6.0
13. 防腐劑	適 量
14. 精製水	殘 量

[製造方法]

將1，2，10~14混合溶解，對此添加將3~9均勻分散者，攪拌，均勻分散，得化粧粉底。

[實施例11] 液狀粉底

配 製 成 分	配 製 量 (質 量 %)
1. 羧乙烯基聚合物	0.1
2. 硬脂醇	1.0

3. 辛酸十六酯	5.0
4. 硬脂酸	0.8
5. 甲基聚矽氧烷	5.0
6. 八甲基環四矽氧烷	2.0
7. 聚醚變性矽氧烷2	4.0
8. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑：200~400 nm)	4.0
9. 疏水化處理氧化鐵粉末	0.5
10. 1,3-丁二醇	6.0
11. POE烷醚	1.0
12. 氫氧化鈉水溶液(1%)	3.0
13. 乙醇	6.0
14. 防腐劑	適量
15. 精製水	殘量

[製造方法]

將1，10~15混合溶解，對此添加將2~9均勻分散者，攪拌，均勻分散，以攪拌機混合，得液狀粉底。

[實施例12] 雙層化粧水

<u>配製成分</u>	<u>配製量(質量%)</u>
1. 羧乙烯基聚合物	0.01
2. 聚丙烯酸鈉	0.01
3. 二甲基矽氧烷	0.8
4. 聚醚變性聚矽氧烷2	0.03
5. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑：200~400 nm)	0.3
6. 聚異丙烯酸甲酯粉末(PMMA粉末)	2.0

7. PEG/PPG共聚物	0.5
8. 一縮二丙二醇	7.0
9. 凝血酸	3.0
10. 乙醇	8.0
11. 防腐劑	適量
12. 精製水	殘量

[製造方法]

將1，2，7~12混合溶解，對此添加將3~6均勻分散者，攪拌，均勻分散，得雙層化粧水。

[實施例13] 美容液

<u>配製成分</u>	<u>配製量(質量%)</u>
1. 羧乙烯基聚合物	0.3
2. 丙烯酸/丙烯酸烷酯共聚物	0.1
3. 琥珀葡聚糖(succinoglucan)	0.3
4. 羧丙基甲基纖維素	0.1
5. 四辛酸季戊四酯	3.0
6. 琥珀酸二辛酯	3.0
7. 八甲基環四矽氧烷	2.0
8. 十甲基環四矽氧烷	2.0
9. 十二甲基環四矽氧烷	1.0
10. 甲基聚矽氧烷	1.0
11. 聚醚變性聚矽氧烷2	1.5
12. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑：200~400 nm)	1.0
13. 疏水化處理雲母鈦粉末	0.5

14. 1,3-丁二醇	10.0
15. 甘油	1.0
16. PEG/PPG共聚物	1.0
17. 維生素C-2糖苷	3.0
18. 氫氧化鈉水溶液(1%)	6.0
19. 乙醇	5.0
20. 抗氧化劑	適量
21. 防腐劑	適量
22. 精製水	殘量

[製造方法]

將1~4, 14~22混合溶解，對此添加5與6混合物及將7-13均勻分散，混合者，攪拌，均勻分散，得美溶液。

[實施例14] 乳液

<u>配 製 成 分</u>	<u>配製量(質量%)</u>
1. 羧乙烯基聚合物	0.2
2. 丙烯酸/丙烯酸烷酯共聚物	0.05
3. 羥丙基纖維素	0.1
4. 纖維素橡膠	0.1
5. 八甲基環四矽氧烷	2.0
6. 十甲基環四矽氧烷	2.0
7. 十二甲基環四矽氧烷	1.0
8. 甲基聚矽氧烷	1.0
9. 聚醚變性聚矽氧烷2	1.5
10. 疏水化處理氧化鈦粉末(粒徑：200~400 nm)	1.0
11. 疏水化處理雲母鈦粉末	0.5

12. 1,3-丁二醇	10.0
13. 甘油	1.0
14. PEG/PPG共聚物	1.0
15. PEG/PPG二甲基醚	1.0
16. PEG/PPG十六醚	0.5
17. 熊果苷	4.0
18. 氫氧化鈉水溶液(1%)	0.7
19. 乙醇	5.0
20. 安定化劑	適量
21. 抗氧化劑	適量
22. 防腐劑	適量
23. 精製水	殘量

[製造方法]

將1~4及12~23混合溶解，對此添加將5~11均勻分散，混合者，攪拌，均勻分散，得乳液。

產業上之利用

本發明可提供一種含疏水性粉末之水中油型乳化組合物，其係長期保持藉由離子性水溶性高分子化合物增黏之鮮嫩觸感及藉由疏水性粉末粒子之效果。

伍、中文發明摘要：

本發明係關於含有疏水性粉末粒子、以式(I)表示之聚醚變性聚矽氧烷及離子性水溶性高分子化合物之水中油型乳化組合物，藉由提供該組合物，可於使用添加粉末粒子之離子性水溶性高分子化合物之水中，經時且安定的發揮由離子性水溶性高分子化合物造成之增黏本來之鮮嫩感觸與粉末粒子本來之效應。

陸、日文發明摘要：

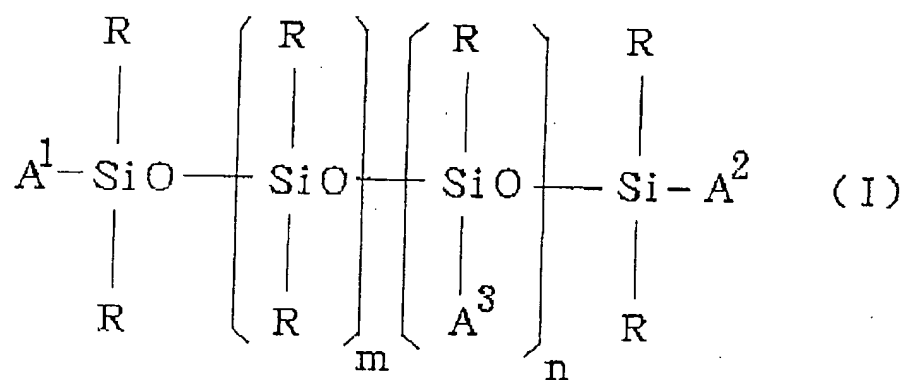
疎水性粉末粒子、式（I）で表されるポリエーテル変性シリコーン、および、イオン性水溶性高分子化合物を含有する、水中油型乳化組成物を提供することにより、粉末粒子を添加するイオン性水溶性高分子化合物を用いた水中油型乳化組成物において、経時的に安定に、イオン性水溶性高分子化合物による増粘本来の水々しい感触と、粉末粒子本来の効果を発揮させることができる。

柒、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 () 圖。

(二)本代表圖之元件代表符號簡單說明：

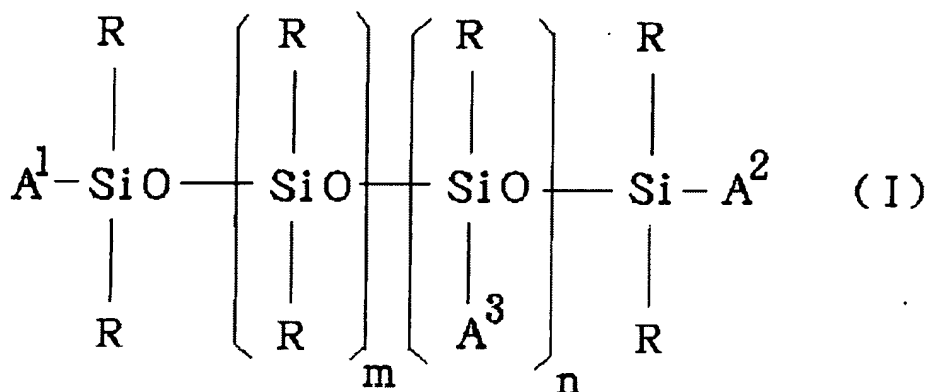
捌、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



(b)以下式(I)表示之聚醚變性聚矽氧烷，及

(c)離子性水溶性高分子化合物

之水中油型乳化組合物(以下亦簡稱本乳化組合物)。



[式中， A^1 ， A^2 及 n 個 A^3 可同一種基，亦可不同種基，係甲基，苯基，或以

一般式 $-C_3H_6O(C_2H_4O)_a(C_3H_6O)_bR'$

(式中， R' 為氫原子，鹼基或碳數1-4之烷基，而 a 與 b 為相同亦可不同之5-50之整數)

表示之聚氧伸烷基(polyoxyalkylene)，且聚醚變性聚矽氧烷(I)1分子內之 A^1 ， A^2 及 n 個 A^3 之中，至少1個係該聚氧伸烷基，

而 R 為甲基或苯基， m 為200-600之整數， n 為1-40之整數]。

本乳化組合物若再含(d)聚矽油更佳。

【實施發明之最佳形態】

茲詳述本發明之實施形態如下：

(a)疏水性粉末粒子

含於本乳化組合物之疏水性粉末係一種與水之相互作用小，與水之親和性小之粉末粒子，通常係親油性粉末粒子。疏水性粉末粒子，基本上是疏水性材料之粉末粒子，例如

一個係聚氧伸烷基， $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b\text{R}'$ ， R' 之例為甲醯基，乙醯基，丙醯基，丁醯基，丙烯醯基，苯醯基，甲苯醯基等。

R' 亦可為碳數1~4之烷基，如甲基，乙基，i-丙基，n-丙基，t-丁基，n-丁基等。

此外，鍵合數a或b若為5以下，本乳化組合物之因添加聚醚變性聚矽氧烷之長時安定性則不充分，而若為50以上容易產生本乳化組合物之發黏感。

而聚醚變性聚矽氧烷(I)中之聚氧伸烷基之含量，則宜為對聚醚變性聚矽氧烷(I)之20~70質量%(不含20質量%)。該含量若為20質量%以下時，因添加聚醚變性聚矽氧烷(I)之本乳化組合物之長期安定性不充分，而在70質量%以上則有本乳化組合物之油相中之相溶性降低傾向。

此外，聚醚變性聚矽氧烷(I)中之鍵合數m，宜為200~600之整數，而n為1~40之整數。m為200以下，或n為0時，因添加聚醚變性聚矽氧烷而來之本乳化組合物之長期安定性不充分，而m為600以上或n為40以上時，本乳化組合物則有發黏傾向。

聚醚變性聚矽氧烷(I)之分子量並無特別限定，其黏度亦無限定，但分子量宜為45000~100000範圍，以50000~80000範圍更佳，黏度則以將聚醚變性聚矽氧烷(I)製成八甲基四矽氧烷之50質量%溶液時之黏度為1000~100000 cst(25℃時)範圍為宜。該聚醚變性聚矽氧烷係習知之凝膠化劑，例如特開平5-311076號公報已有記載。

99年1月5日修訂(重訂)第1頁

【實施方式】

實施例

以下，以實施例詳述本發明，但該實施例並未限制本發明之範圍。至於本實施例之配製量，除非特別提起，均係質量%。

[評價方法]

各供試品是否發揮本發明之評價係依下據下列方法實施：

(1)經時安定性

針對各供試品，於配製後及於50℃靜置保管長期(1個月後，確認(i)黏度變化，(ii)有無粉末凝集。

(i)黏度變化之評價係於配製後及如上靜置保管後，使用B型黏度計(芝浦SYSTEM公司製)，於25℃測定黏度，依其結果，依下列標準評鑑：

A：良好(黏度變化50%以下時)。

B：稍不佳(黏度變化50~100%以下時)。

C：不佳(黏度變化100%以上時)。

(ii)有無粉末凝集，係以目視觀察

A：完全無粉末凝集狀況。

B：稍有粉末凝集，但程度輕微。

C：可明確觀察到粉末凝集。

(iii)根據上述(i)及(ii)之結果，綜合經時安定性之評鑑如下：

A：經時安定性優異((i)及(ii)均為A)

溶解後，再添加混合9~18均勻分散者，以攪拌機分散。疏水化處理粉末則依常法將烷基變性聚矽氧烷處理(1, 3, 5, 7-四甲基環四矽氧烷與粉末粒子接觸後(附加四癸烯)而製得之粉末，「未處理」係指未施加該疏水化處理之粉末，則親水性粉末。

至於聚醚變性聚矽氧烷1是，在上述聚醚變性聚矽氧烷(I)中，其R，A¹及A²係甲基，A³係甲基或聚氧伸烷基R'(其聚醚含有率為約20質量%)，且聚氧伸烷基R'之m為50~60，n為3，a為0，b為9之低分子物(分子量約6000)之二甲基聚矽氧化烷。甲基(聚氧化乙烷)矽氧烷共聚物。

聚醚變性聚矽氧烷2則是，聚醚變性聚矽氧烷(I)中之R'，A¹及A²為甲基，A³為甲基或聚氧伸烷基R'(聚醚含有率約45質量%)，且聚氧伸烷基R'之m為400，n為10，a為24，b為24之高分子量(分子量約55,000)之聚(氧化乙烯，氧化丙烯)甲基聚矽氧烷共聚物。

此外，表中之加配量，均為對試驗品全體之質量(%),'-'係指未添加則0質量%者。

第 1 表

配製成分	配製量(質量%)				
	實施例編號				
	1	2	3	4	5
1. 丙烯酸/丙烯酸烷酯共聚物	0.1	-	-	0.05	-
2. 羧基乙烯聚合物	0.1	0.2	0.01	0.15	0.05
3. 咕噸橡膠	-	-	-	-	-

拾、申請專利範圍：

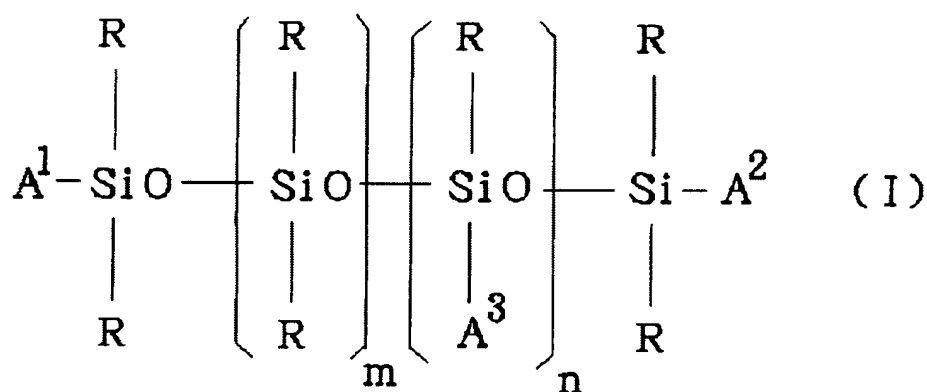
1. 一種水中油型乳化組合物，其係含有：

(a) 0.01~20.0質量%之疏水性粉末粒子，此時該疏水性粉末粒子係對於由下列所構成群之材料之粉末粒子之1種或2種以上進行疏水化處理者：

氧化鈦、氧化鐵、氧化鎂、氧化鋅、氧化鈣、磷酸鈣、碳酸鈣、氧化鋁、氫氧化鋁、硫酸鋇、真珠光澤顏料、滑石及使用該等之複合粉末；

(b) 0.01~5.0質量%之以下式(I)表示之聚醚變性聚矽氧烷；及

(c) 0.01~2.0質量%之離子性水溶性高分子化合物，此時該離子性水溶性高分子化合物係羧乙烷基聚合物、烷基變性羧乙烷基聚合物及/或丙烯酸/丙烯酸烷酯共聚物；且疏水性粉末粒子及聚醚變性聚矽氧烷(I)係實質上含於油相；



[式中， A^1 、 A^2 及 n 個 A^3 可相同亦可不同，而為甲基、苯基或以一般式 $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b\text{R}'$

(式中， R' 為氫原子、鹼基或碳數1~4之烷基， a 與 b 可相同

亦可不同，且為5~50之整數)

表示之聚氧伸烷基(polyoxyalkylene)，且聚醚變性聚矽氧烷(I)1分子中， A^1 、 A^2 及n個 A^3 之中，至少一個為該聚氧伸烷基，

R為甲基或苯基，m為200~600之整數，n為1~40之整數]。

2. 如申請專利範圍第1項之水中油型乳化組合物，其中另含(d)矽油。
3. 如申請專利範圍第2項之水中油型乳化組合物，其中疏水性粉末粒子、聚醚變性聚矽氧烷(I)及矽油係實質上含於油相。
4. 如申請專利範圍第2項之水中油型乳化組合物，其中矽油含量為0.1~50.0質量%。
5. 如申請專利範圍第1項之水中油型乳化組合物，其係含有美白劑、皮膚粗糙改善劑及/或抗皺紋劑。
6. 如申請專利範圍第1至5項之任一水中油型乳化組合劑，其水中油型乳化組合物係外用組合物。