

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5778908号
(P5778908)

(45) 発行日 平成27年9月16日 (2015. 9. 16)

(24) 登録日 平成27年7月17日 (2015. 7. 17)

(51) Int. Cl.

F 1

A 6 1 K	8/92	(2006. 01)	A 6 1 K	8/92
A 6 1 Q	19/00	(2006. 01)	A 6 1 Q	19/00
A 6 1 K	8/86	(2006. 01)	A 6 1 K	8/86
A 6 1 K	8/39	(2006. 01)	A 6 1 K	8/39
A 6 1 K	8/34	(2006. 01)	A 6 1 K	8/34

請求項の数 4 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2010-238142 (P2010-238142)
 (22) 出願日 平成22年10月25日 (2010. 10. 25)
 (65) 公開番号 特開2012-92021 (P2012-92021A)
 (43) 公開日 平成24年5月17日 (2012. 5. 17)
 審査請求日 平成25年7月18日 (2013. 7. 18)

(73) 特許権者 593106918
 株式会社ファンケル
 神奈川県横浜市中区山下町 8 9 番地 1
 (74) 代理人 100122954
 弁理士 長谷部 善太郎
 (74) 代理人 100150681
 弁理士 佐藤 莊助
 (74) 代理人 100162396
 弁理士 山田 泰之
 (74) 代理人 100105061
 弁理士 児玉 喜博
 (72) 発明者 米村 博貴
 神奈川県横浜市戸塚区上品濃 1 2 番 1 3 号
 株式会社ファンケル 総合研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水中油型乳化組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) 成分である油脂 8 ～ 3 0 質量 % と、
 (B) 成分である H L B 値が 1 0 ～ 1 5 の親水型乳化剤であるポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステルと、
 (C) 成分である H L B 値が 3 ～ 6 の親油型乳化剤であるポリオキシエチレン硬化ひまし油と、
 (D) 成分として多価アルコール、
 (E) 成分として水添レシチンを含有し、
 さらに含有する油剤総量のうち油脂が 7 0 質量 % 以上であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項 2】

(C) 成分である親油型乳化剤が、ポリオキシエチレン硬化ひまし油 (5 E O) 及び／又はポリオキシエチレン硬化ひまし油 (7 E O) であることを特徴とする請求項 1 に記載の水中油型乳化組成物。

【請求項 3】

(B) 成分であるポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステルが、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット (3 0 E O) 及び／又はテトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット (6 0 E O) であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の水中油型乳化組成物。

10

20

【請求項 4】

(A) 成分である油脂がオリーブ油、グレープシード油、マカデミアナッツ油、メドゥフォーム油から選ばれる一種または二種以上であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の水中油型乳化組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、水中油型乳化組成物の技術分野に関する。

【背景技術】

【0002】

10

近年、消費者の天然志向から、植物油が広く化粧料に用いられている（特許文献 1：特開 2010-43027 号公報）。

植物油は、トリグリセライドを主体とした天然由来の油脂であり、極性油である。極性油である油脂を、汎用されている親水基にポリエチレンオキサイドを有する乳化剤で乳化すると、乳化粒子径の不均一により粘度低下や分離が生じてしまう問題がある（非特許文献 1：オレオサイエンス 第 3 巻第 7 号 2003 年、非特許文献：日本油化学会誌、48、587（1999）、非特許文献：日本油化学会誌、48、1275（1999））。

トリグリセライドなどの極性油を乳化するのに石鹼で乳化する方法が知られているが、乳化粒子径は必ずしも均一とはならず、皮膚に塗布したときになめらかさがなく、塗布しにくいといった違和感を生じる場合があった。また、石鹼で乳化した乳化組成物は弱アルカリ性（PH 8 付近）になるが、任意に添加する美容成分や、PH 調整剤の影響により、経時的に脂肪酸の結晶が析出してブツブツした違和感を生じる場合があった。

20

【0003】

エマルションの安定性は、平均粒径や粒径分布に大きく依存し、粒径が小さいほど、また、粒径分布が単分散に近いほど安定性は向上する。

乳化安定性を高めるために、高圧ホモジナイザーなどの機械力を用いて乳化粒子径を小さくし比較的粒径分布のそろった単分散的なエマルションを作製する方法が知られているが、特別な装置を使わなくても油脂などの極性油を安定に乳化する技術開発が望まれている。

【先行技術文献】

30

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開 2010-43027

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献 1】「オレオサイエンス」 第 3 巻 第 7 号 第 361 頁、2003 年、日本油化学会発行

【非特許文献 2】「日本油化学会誌」、第 48 巻 第 6 号、第 587～594 頁、1999 年 6 月 20 日 日本油化学会発行

【非特許文献 3】「日本油化学会誌」、第 48 巻 第 11 号 第 1275～1,280 頁、1999 年 11 月 20 日 日本油化学会発行

40

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

主な油性成分が油脂である、安定性に優れた水中油型乳化組成物を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の主な構成は、次のとおりである。

(1) (A) 成分である油脂 8～30 質量%と、

50

(B) 成分であるHLB値が10～15の親水型乳化剤であるポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステルと、

(C) 成分であるHLB値が3～6の親油型乳化剤であるポリオキシエチレン硬化ひまし油と、

(D) 成分として多価アルコール、

(E) 成分として水添レシチンを含む、

さらに含有する油剤総量のうち油脂が70質量%以上であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

(2) (C) 成分である親油型乳化剤が、ポリオキシエチレン硬化ひまし油(5EO)及び／又はポリオキシエチレン硬化ひまし油(7EO)であることを特徴とする(1)に記載の水中油型乳化組成物。

10

(3) (B) 成分であるポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステルが、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)及び／又はテトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)であることを特徴とする(1)または(2)に記載の水中油型乳化組成物。

(4) (A) 成分である油脂がオリーブ油、グレープシード油、マカデミアナッツ油、メドゥフォーム油から選ばれる一種または二種以上であることを特徴とする(1)～(3)のいずれかに記載の水中油型乳化組成物。

【発明の効果】

【0008】

20

油脂を主成分とした油剤を、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステルと、ポリオキシエチレン硬化ひまし油とを組み合わせることで、保存安定性に優れた水中油型乳化組成物が得られた。また、保存温度による粘度の振れが小さい水中油型乳化組成物が得られた。

さらに、水添レシチンと、フィトステロールズ及び／またはセレブロシドを含めると、粒径分布の半値幅が1.1未満であり、乳化粒子の合一が起こりにくく極めて保存安定性に優れた水中油型乳化組成物が得られた。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明の(A)成分である油脂は、天然品でも合成品でもかまわない。

30

天然品の油脂としては、植物由来の植物油、動物由来の動物油が挙げられる。

植物油としては、アボガド油、アーモンド油、オリーブ油、キョウニン油、グレープシード油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サザンカ油、サフラワー油、シソ油、シナモン油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、ナタネ油、日本キリ油、胚芽油、パーシック油、ヒマシ油、ヒマワリ油、グレープシード油、マカデミアナッツ油、メドゥフォーム油、綿実油、落花生油、カカオ脂、シア脂、パーム油、ヤシ油、野菜油等が挙げられる。

動物油としては、肝油、牛脚脂、タートル油、ミンク油、液状ラノリン、卵黄油等が挙げられる。

合成油脂としては、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、2-リノオレイル-1,3-ジオクタノイルグリセロール、中鎖トリグリセリド(MCT)、例えば炭素数8-10のトリグリセリドが挙げられる。中鎖トリグリセリド(MCT)を主成分とする市販品としては、(株)花王社製のCONARD TM、日清製油社製のODO TM、SASOL社製のMyglyol TM、日本油脂社製のPanasate TM、日清オイリオグループ(株)社製のT.I.O(トリエチルヘキサノイン)等が例示できる。

40

植物油であるオリーブ油、グレープシード油、マカデミアナッツ油、メドゥフォーム油が好ましく例示できる。

オリーブ油の市販品としては、クロージャパン(株)社製のクロピュア OL、日光ケミカルズ(株)社製のNIKKOL オリーブ油等が挙げられる。

グレープシード油の市販品としては、日光ケミカルズ(株)社製のNIKKOL グレープシー

50

ド油、クロージャパン（株）社製のクロピュア グレープシード等が挙げられる。

マカデミアナッツ油の市販品としては、日興リカ（株）社製のスーパーMCオイル、日光ケミカルズ（株）社製のNIKKOL マカデミアナッツ油等が挙げられる。

メドゥフォーム油の市販品としては、クロージャパン（株）社製のクロピュア MDF、日光ケミカルズ（株）社製のNIKKOL メドゥフォーム油等が挙げられる。

本発明に用いる油脂の配合量は、1～50質量%が好ましく、特に好ましくは15～30質量%である。50質量%を超えると、重い使用感になる場合がある。

【0010】

本発明の（B）成分であるHLB値が10～15の親水型乳化剤であるポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステルとは、ポリオキシエチレンソルビットと、高級脂肪酸とのテトラエステルであり、特に好ましくは、ポリオキシエチレンソルビットのテトラオレイン酸またはステアリン酸エステルを挙げることができる。具体的には、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(40EO)、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)、テトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)が挙げられる。

テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)、テトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)が特に好ましい。

テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)の市販品としては、日光ケミカルズ社製の「NIKKOL GO-430NV (HLB11.5)」を用いることができる。テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(40EO)の市販品としては、花王社製の「レオドール440V (HLB11.8)」を用いることができる。テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)の市販品としては、日光ケミカルズ社製の「NIKKOL GO-460 (HLB14.0)」を用いることができる。

テトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)の市販品としては、日光ケミカルズ社製の「NIKKOL GS-460 (HLB13.0)」を用いることができる。

水中油型乳化組成物全量に対して0.1～5質量%含有させることが好ましく、より好ましくは0.5～2質量%含有させることが好ましい。

0.1質量%に満たないと、乳化が不十分になる恐れがある。5質量%を超えると皮膚刺激を生じる恐れがある。

【0011】

本発明の（B）成分であるHLB値が3～6の親油型乳化剤としては、ポリオキシエチレン硬化ひまし油、が挙げられる。具体的には、ポリオキシエチレン硬化ひまし油(5EO)、ポリオキシエチレン硬化ひまし油(7EO)、が好ましく例示できる。

ポリオキシエチレン硬化ひまし油(5EO)の市販品としては、日本エマルジョン（株）社製の「EMAL EX HC-5 (HLB5.0)」を用いることができる。

ポリオキシエチレン硬化ひまし油(7EO)の市販品としては、日本エマルジョン（株）社製の「EMAL EX HC-7 (HLB6.0)」を用いることができる。

水中油型乳化組成物全量に対して0.1～5質量%含有させることが好ましく、より好ましくは0.5～2質量%含有させることが好ましい。

0.1質量%に満たないと、乳化が不十分になる恐れがある。5質量%を超えると皮膚刺激を生じる恐れがある。

【0012】

一般的な乳化技術と同様に、本発明でも親水型乳化剤と親油型乳化剤とを組み合わせ油剤を乳化する。乳化に必要な乳化剤の合計量は、油脂を含む油剤の総量に対して1割量程度である。

【0013】

本発明の（D）成分の多価アルコールとしては、グリセリン、ジグリセリン、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、ポリエチレングリコール、ペンチレングリコール、ソルビトール、キシリトール、ラフィノース、グルコ

10

20

30

40

50

ース又はマルチール等が例示できる。

多価アルコールは乳化粒子径を小さくする場合があるので配合することが好ましい。3質量%～20質量%配合することが好ましい。

【0014】

エマルションにおいて、乳化粒子径が小さいものは、大きいものに引き寄せられて合一が起こり、この現象が進行するとやがて分離する。合一は乳化粒子の持つエネルギーの不均衡から生じるので、乳化粒子径が揃っている乳化組成物は、乳化粒子が持つエネルギーが均衡していることを意味し、合一現象が生じにくく、安定性が良いと考えられる。

乳化粒子径が揃っていることを示すのに、半値幅で表わすことがある。半値幅の値が小さいほど乳化粒径分布幅が狭いことを意味するので、半値幅の値が小さいことは乳化安定性の指標になる。本発明品を評価する時には、乳化粒子径とともに半値幅を測定した。半値幅とは、求められた粒度分布の体積ピークを半分にした時の粒度分布幅のことである。

【0015】

本発明の水中油型乳化組成物に、さらに（E）成分である水添レシチン、（F）成分であるフィトステロールズ、セレブロシド、を配合すると、これらを配合しない時よりもエマルションの乳化粒子径が微細化し、乳化粒子径が均一になる。

水中油型乳化組成物に対して、水添レシチンを配合すると乳化粒子径が均一化される。

さらに、フィトステロールズ、セレブロシドを単独もしくは組み合わせて配合すると、乳化粒子径が微細化され、乳化粒子径が均一化される。

エマルションの粒子径を均一にし、乳化粒子径を微細にするほどエマルションの保存安定性が高まるので、より保存安定性を必要とする場合にはこれらの乳化助剤を配合することが好ましい。

【0016】

水添レシチンとは、レシチンを水素添加したものである。市販品としては、日光ケミカルズ社製のレシノール S-10Mが挙げられる。

フィトステロールズとは、植物から得られるステロール類の混合物である。市販品としては、タマ生化学（株）社製のフィトステロール S、エーザイフード・ケミカル（株）製のフィトステロール等が挙げられる。

セレブロシドとは、ウマ脊髄由来の天然セラミドでありウマ *Equus caballus* の脊髄から得られるスフィンゴ脂質である。市販品としては、山川貿易（株）社製のビオセラミド CHが挙げられる。

水添レシチン、フィトステロールズ、セレブロシドは合計で0.1～5質量%含有させることが好ましく、0.2～2質量%含有させることが特に好ましい。成分単独で配合する場合も、0.2～2質量%含有させることが特に好ましい。

0.1質量%に満たないと、乳化粒子径の微細化や、乳化粒子径の均一化に十分な効果が得られない恐れがある。5質量%を超えると皮膚刺激を生じる恐れがある。

【0017】

本発明の水中油型乳化組成物には、任意成分として本発明の効果を損なわない範囲で、化粧料に通常用いられている成分、例えば、非イオン性界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、陽イオン性界面活性剤、両性界面活性剤、油剤、保湿剤、水溶性高分子、抗酸化剤、紫外線吸収剤、キレート剤、防腐剤、抗菌剤、着色剤、香料等を配合することができる。

また、アスコルビン酸誘導体、植物抽出液等の美容成分を配合することができる。

【0018】

油剤としては、エステル油、炭化水素類、高級脂肪酸、高級アルコール、シリコン油などが例示できる。

エステル油としては、例えば、エチルヘキサン酸セチル、ジイソノナン酸1,3-ブチレングリコール、ジ2-エチルヘキサン酸1,3-ブチレングリコール、ジイソノナン酸ジプロピレングリコール、ジ2-エチルヘキサン酸ジプロピレングリコール、イソノナン酸イソノニル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、パルミチン酸エチルヘキシル、ネオペンタン酸イソステアシル等が挙げられる。

炭化水素類としては、例えば、流動パラフィン、スクワレン、スクワラン、マイクロクリスタリンワックス等が挙げられる。

高級脂肪酸としては、例えば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、ドコサヘキサエン酸（DHA）、エイコサペンタエン酸（EPA）等が挙げられる。

高級アルコールとしては、例えば、ラウリルアルコール、ステアリルアルコール、セチルアルコール、セトステアリルアルコール等の直鎖アルコール、モノステアリルグリセリンエーテル、ラノリンアルコール、コレステロール、フィトステロール、オクチルドデカノール等の分枝鎖アルコール等が挙げられる。

シリコン油として、例えば、鎖状ポリシロキサン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等、環状ポリシロキサンのデカメチルシクロペンタシロキサン、シクロペンタシロキサン等が挙げられる。

本発明は、乳化が難しい油脂（極性油）を安定に乳化する技術である。油剤総量のうち、油脂を70%以上含ませることが好ましい。

水溶性高分子としては、天然高分子、半合成高分子、合成高分子のいずれでもよい。たとえば、天然高分子としては、トラガントガム、カラヤガム、キサンタンガム、グアガム、カチオン化グアガム、アニオン化グアガム、タラガム、アラビアガム、タマリンドガム、ジュランガム、ローカストビーンガム、カラギーナン、クインシード、デキストラン、等が例示できる。半合成高分子としては、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウム、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、カチオン化セルロース、アルギン酸プロピレングリコールエステル、アルギン酸ナトリウム、ベントナイト等が例示できる。合成高分子としては、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、ジアルキルポリエチレングリコール、ポリオキシエチレンジオレイン酸メチルグルコシド、ポリエチレングリコール、ジステアリン酸ポリエチレングリコール、合成スメクタイト、等が例示できる。水溶性高分子を配合すると乳化組成物の粘度が高まり、エマルジョンが安定になるので配合することが好ましい。

【0019】

本発明の水中油型乳化組成物は、乳液、クリーム、日焼け止め等の化粧料や、皮膚外用剤として医薬部外品や医薬品として使用することができる。

【0020】

〔実施例〕

表1、2の組成にて実施例1、2、比較例1～28の水中油型乳化組成物を、表3の組成にて実施例3～6の水中油型乳化組成物を、表4の組成にて実施例7～15の水中油型乳化組成物を、下記調製方法により調製した。

【0021】

（調製方法）

油相（成分A、B、C、E、F）を85℃に加熱溶解した中に、別の容器で85℃に加熱した水相（成分Dと水）を、ゆっくりと添加しながら攪拌し乳化する。その後、室温まで攪拌冷却する。

【0022】

〔乳化組成物の評価〕

実施例1～15、比較例1～28の乳化組成物について、粘度、乳化粒子径、粒径分布の半値幅、乳化安定性を評価した。各評価内容の詳細は以下のとおりである。

【0023】

（粘度）

得られた水中油型乳化組成物を直径約3cmのガラス容器に充填し25℃、40℃それぞれに保存して、製造翌日に粘度を測定（B型粘度計、3号ローター、6rpm、30秒）した。

【0024】

(乳化粒子径)

乳化粒子径(体積平均)はレーザー回折式粒度分布計により測定した。

尚、表中の記号(×)は、うまく乳化しなかったことを表している。

【0025】

(半値幅)

レーザー回折式粒度分布計を用いてエマルション粒度分布を測定した。

半値幅とは、求められた粒度分布の体積ピークを半分にした時の粒度分布幅のことである。

参考として、乳化粒子径が10 μm前後程度の乳化組成物においては、半値幅と保存安定性の指標としては以下の基準がめやすとなる。

10

(基準)

半値幅が1.1未満：極めて乳化粒径分布幅が狭い(安定性がとてもよい)

半値幅が1.1～2.4：乳化粒径分布幅が普通～やや狭い(安定性がよい)

半値幅が2.5～3：乳化粒径分布幅がやや広い(安定性が普通)

半値幅が3以上：乳化粒径分布幅が広い(安定性が悪い場合が多い)

【0026】

(乳化安定性)

得られた水中油型乳化組成物を、それぞれ直径約3 cmのガラス容器に充填し、40℃に保存して、2週間後に乳化安定性を以下の基準により目視評価した。

○：外観に異常がない

20

×：外観に異常(油浮き、分離、析出のいずれか)が認められる

【0027】

〔乳化剤の選定試験〕

表1、表2の組成を用いて、油脂(オリーブ油)を安定に乳化できる乳化剤を選定した。尚、表中のマイナス(－)は、測定していないことを表している。

【0028】

【表 1】

	成分名	HLB 値	実施例		比較例											
			1	2	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
			30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
(A) 油脂	オリブ油		0.6										0.9	0.6	0.6	1
(B) 親水型乳化剤	テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)	11.5														
	テトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)	13.0		0.15												
	モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)	14.9			0.4											
	モノミリスチン酸デカグリセリル	14.0			0.44											
	ポリオキシエチレンオレイン酸グリセリル(15EO)	14.5				0.32										
	モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(15EO)	13.5					0.5									
	ポリオキシエチレン(20EO)フィトステロール	15.5						0.44								
	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(80EO)	15.0								0.4						
	イソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(40EO)	15.0									0.4					
	ジイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(60EO)	14.0										0.4				
(C) 親油性乳化剤	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(7EO)	6.0		2.85												
	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(5EO)	5.0	2.4		2.6	2.56	2.68	2.5	2.56	2.6	2.6	2.6				
	ペンタイソステアリン酸ポリグリセリル-10	3.5														
	ペンタステアリン酸ポリグリセリル-10	3.5														2
	モノステアリン酸ソルビット	4.7														
	親油型モノステアリン酸グリセリル	4.0											2.1			
	トリステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(10EO)	5.0												2.4		
	トリイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(10EO)	5.0													2.4	
水	精製水		残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部
評価	乳化粒子径 (μm)		9.619	13.35	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	30.38
	半値幅		1.742	2.731	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2.288
	安定性評価(40℃)		○	○	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
	粘度(25℃) mPa・s		190	210	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	粘度(5℃) mPa・s		700	260	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

【表 2】

	成分名	HLB 値	比較例																	
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28		
(A) 油脂	オリーブ油		30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30		
(B) 親水型乳化剤	テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)	11.5																		
	テトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)	13.0																		0.6
	モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット(60EO)	14.9	0.08																	
	モノミスチン酸デカグリセリル	14.0		0.1												0.5				
	ポリオキシエチレンオレイン酸グリセリル(15EO)	14.5			0.12										0.5					
	モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(15EO)	13.5				0.12								0.55						
	ポリオキシエチレン(20EO)フィトステロール	15.5					0.1						0.45							
	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(80EO)	15.0						0.08												
	イソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(40EO)	15.0							0.2			0.55								
	ジイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(60EO)	14.0								0.2	0.6									
	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(7EO)	6.0	2.92	2.9	2.88	2.88	2.9	2.92	2.8	2.8										
(C) 親油型乳化剤	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(5EO)	5.0																		
	ペンタイソステアリン酸ポリグリセリル-10	3.5																		
	ペンタステアリン酸ポリグリセリル-10	3.5																		
	モノステアリン酸ソルビット	4.7									2.4	2.45	2.55	2.45	2.5	2.5	2.55	2.4		
	親油型モノステアリン酸グリセリル	4.0																		
	トリステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(10EO)	5.0																		
	トリイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル(10EO)	5.0																		
水	精製水		残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部
評価	乳化粒子径(μm)		×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	半値幅		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	安定性評価(40℃)		×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	粘度(25℃) mPa・s		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	粘度(5℃) mPa・s		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

【0030】

30質量%のオリーブ油とテトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)とポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(5EO)とを組み合わせた実施例1は、乳化した

10

20

30

40

50

。そして、実施例 1 の乳化組成物の乳化粒子径は 9. 6 1 9 μm 、半値幅は、1. 7 4 2 であった。

30 質量%のオリーブ油とテトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット (60 EO) とポリオキシエチレン硬化ひまし油 (7 EO) とを組み合わせた実施例 2 も、乳化した。実施例 2 の乳化組成物の乳化粒子径は 1 3. 3 5 μm 、半値幅は、2. 7 3 1 であった。

実施例 1、2 の乳化組成物を 40 °C で 2 週間保存したものは、目視観察で分離や油浮きが認められず安定性が良いと評価できた。

30 質量%のオリーブ油を、本発明の構成をとらない界面活性剤の組み合わせで調製した比較例 1 ~ 1 1、1 3 ~ 2 8 は、乳化直後に分離し、乳化粒子径を測定することができなかつた。

10

比較例 1 2 は 40 °C 保存中に数日で分離した。

以上のとおり、本発明の構成をとることにより、乳化しにくい油脂を乳化することができ、安定性が良い乳化組成物が得られた。

オリーブ油 30 質量%を安定に乳化したのは、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット (30 EO) と、ポリオキシエチレン硬化ひまし油 (5 EO) の組み合わせ、テトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット (60 EO) とポリオキシエチレン硬化ひまし油 (7 EO) の組み合わせであった。

【0031】

〔多価アルコールを添加した試験、油脂の種類を変えて乳化した試験〕

20

表 3 の組成 (実施例 3 ~ 6) を用いて、多価アルコールの添加が本発明の乳化にどのように影響するか調べた。

また、油脂の種類をマカデミアナッツ油、メドゥフォーム油、グレープシード油に変えて乳化について調べた。

【0032】

【表 3】

	成分名	実施例			
		3	4	5	6
(A) 油脂	オリーブ油	30			
	マカデミアナッツ油		30		
	メドゥフォーム油			30	
	グレープシード油				30
(B) 親水型乳化剤	テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)	0.5	1.2	1.4	1.6
(C) 親油型乳化剤	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(5EO)	2.5	1.8	1.6	1.4
(D) 多価アルコール	グリセリン	10	10	10	10
水	精製水	残部	残部	残部	残部
	乳化粒子径 (μm)	4.195	3.08	2.984	4.666
	半値幅	1.888	1.37	1.339	2.226
	安定性評価 (40°C)	○	○	○	○
	粘度 (25°C)	90	60	60	120
評価	粘度 (5°C)	130	580	100	100

【0033】

30質量%のオリーブ油を、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット（30EO）とポリオキシエチレン硬化ひまし油（5EO）と多価アルコールを組み合わせることで乳化した実施例3は、乳化粒子径が4.195 μm で、半値幅は、1.888であった。実施例1と実施例3の違いは、多価アルコール（グリセリン）の配合の有無であり、本発明の基本構成（油脂とテトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビットとポリオキシエチレン硬化ひまし油を組み合わせることで乳化）を発展させて、さらに多価アルコールを組み合わせることにより、半値幅は「2.5」未満のままで、乳化粒子径が5 μm 未満にまで微細になった。多価アルコールは乳化粒子径を小さくする効果があることが分かった。

乳化する油脂をマカデミアナッツ油にした実施例4、メドゥフォーム油にした実施例5、グレープシード油にした実施例6の乳化組成物は、オリーブ油を乳化した場合と同様に、乳化粒子径が5 μm 以下で、半値幅は、1.37、1.339、2.226といずれも「2.5未満」となり、乳化粒子径がそろっていた。そして、いずれも40°C保存で安定であることが確認できた。

本発明の構成をとることにより、乳化しにくいといわれている油脂（オリーブ油、マカデミアナッツ油、メドゥフォーム油、グレープシード油）を、乳化粒子径を揃えて乳化で

10

20

30

40

50

き、得られた乳化組成物は保存安定性に優れることが確認できた。

【0034】

〔フィトステロールズ、セレブロシド、水添レシチンを配合した試験〕

表4の組成（実施例7～15）で、フィトステロールズ、セレブロシド、水添レシチンの添加が本発明の乳化にどのように影響するか調べた。

【0035】

【表 4】

	成分名	実施例												
		7	8	9	10	11	12	13	14	15				
(A) 油脂	オリーブ油	30	30	30	30	30	30							
	マカデミアナッツ油							30						
	メドウフォーム油								30					
	グレープシード油									30				
(B) 親水型乳化剤	テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.2	1.4	1.6				
(C) 親油型乳化剤	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(5EO)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	1.8	1.6	1.4				
(D) 多価アルコール	グリセリン	10	10	10	10	10	10	10	10	10				
(E) 乳化助剤	水添レシチン				1	1	0.25	0.5	0.5	0.5				
(F) 乳化助剤	フィトステロールズ	0.25		0.25			0.25	0.5	0.5	0.5				
	セレブロシド		0.25	0.25		0.25	0.25	0.25	0.25	0.25				
水	精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部				
	乳化粒子径(μm)	3.967	2.78	0.456	2.107	2.307	0.618	2.142	1.2	2.314				
評価	半値幅	2.337	2.114	1.22	0.745	0.991	0.901	0.998	0.764	1.013				
	安定性評価(40℃)	○	○	○	○	○	○	○	○	○				
	粘度(25℃)	100	140	80	120	90	70	110	70	120				
	粘度(5℃)	80	230	70	460	170	80	260	160	140				

【0036】

本発明の基本構成に、さらに乳化助剤として水添レシチンを配合した実施例10～15は、(乳化粒子径、半値幅)が、(2.107、0.745)、(2.307、0.991)、

10

20

30

40

50

(0.618、0.901)、(2.142、0.998)、(1.2、0.764)、(2.314、1.013)であった。本発明の基本構成に、さらに乳化助剤として水添レシチンを配合したことで、乳化粒子径が2.5 μm 未満、半値幅は「1.1未満」になり、より一層、微細な乳化粒子径のそろった状態の乳化組成物を作製することができ、40℃保存で安定性に優れていた。

乳化助剤として水添レシチン、フィトステロールズ及びセレブロシドを配合すると(実施例12、13、14、15)、これらの乳化助剤を配合しないとき(実施例3、4、5、6)よりも乳化粒子径が微細になり、乳化粒子径のそろった状態の乳化組成物を作製することができた。

本実験において(乳化粒子径、半値幅)が最小の値になったのは、油脂がオリーブ油で多価アルコールを含み、テトラオレイン酸ソルビット(30EO)、ポリオキシエチレン硬化ひまし油(5EO)で乳化し、水添レシチン、フィトステロールズ及びセレブロシドを配合した実施例12の乳化組成物であり、その値は、(0.618、0.901)であった。

これは、市販されていた乳化組成物「スチームクリーム」の乳化粒子径、半値幅を測定した数値(4.5 μm 、7.6)よりもはるかに小さい値であった。尚、スチームクリームの組成は、全成分表示は「水、カラスムギ穀粒エキス、オレンジ花水、アーモンド油、カカオ脂、グリセリン、ステアリン酸、トリエタノールアミン、ホホバ種子油、ラベンダー油、オレンジ花油、カミツレ油、ローズ油、セテアリルアルコール、香料、メチルパラベン、プロピルパラベン」であり、石鹼(ステアリン酸トリエタノールアミン)で油脂(アーモンド油など)を乳化したクリームの代表的なサンプルである。

以上のとおり、本発明の構成をとることにより、乳化しにくい油脂を乳化することができ、乳化粒子径を微細にし、半値幅を小さくすることにより保存安定性を高めることができた。

【0037】

処方例1 ボディクリーム

(成分)	(質量%)	
1. 水	残部	
2. グリセリン	10	
3. 1, 3-ブチレングリコール	3	30
4. ジプロピレングリコール	3	
5. メチルグルセス-10	1	
6. ペンチレングリコール	2	
7. エチルヘキシルグリセリン	0.1	
8. キサンタンガム	0.2	
9. ラフィノース	2	
10. ベタイン	2	
11. ポリエチレングリコール400	0.5	
12. ベヘニルアルコール	2	
13. マカデミアナッツ油	2	40
14. メドゥフォーム油	5	
15. オリーブ油	5	
16. シア脂	2	
17. グレープシード油	1	
18. 野菜油	1.5	
19. セレブロシド	0.25	
20. フィトステロールズ	0.25	
21. 水添レシチン	0.5	
22. テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)	0.5	
23. ポリオキシエチレン硬化ひまし油(5EO)	1	50

24. クエン酸

適量

25. クエン酸Na

適量

(製法)

水相1～11、24、25の成分を85℃まで加熱溶解させる。油相12～23の成分も85℃まで加熱溶解させる。油相に水相を添加しながらホモミキサーで6000rpm、10分間、乳化を行う。その後、攪拌しながら冷却を行う。

【0038】

処方例1のボディクリームは、乳化粒子径が1.65μmで、半値幅は0.91であった。調製翌日の25℃における硬度（レオメーター(25±2℃) RANGE:200g重、アダプター:平板 Φ1.0cm、試料台速度:6cm/min、進入幅:3cm、チャート速度:10cm、チャートフルスケール:100g重）が7g重であった。べたつかず、肌がなめらかになり心地よい使用感であった。5℃、25℃、40℃の温度条件下、25日間の保存安定性試験を実施したところ、いずれの温度においても外観異常は認められず、保存安定性が優れていた。

10

【0039】

処方例2 ボディミルク

(成分)

(質量%)

	残部	
1. 水	4	
2. グリセリン	5	
3. 1, 3-ブチレングリコール	5	
4. ジプロピレングリコール	2	20
6. ペンチレングリコール	0.1	
7. エチルヘキシルグリセリン	0.1	
8. カルボキシビニルポリマー	0.03	
9. 水酸化カリウム	0.05	
10. アラニルグルタミン	7	
11. マカデミアナッツ油	5	
12. トリエチルヘキサノイン	3	
13. スクワラン	0.25	
14. セレブロシド	0.25	30
15. フィトステロールズ	0.5	
16. 水添レシチン	0.4	
17. ベヘニルアルコール	0.5	
18. テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット(30EO)	1	
19. ポリオキシエチレン硬化ひまし油(5EO)		

(製法)

水相1～10の成分を85℃まで加熱溶解させる。油相11～19の成分も85℃まで加熱溶解させる。油相に水相を添加しながらホモミキサーで6000rpm、10分間、乳化を行う。その後、攪拌しながら冷却を行う。

【0040】

処方例2の乳液は、乳化粒子径が1.25μmで、半値幅は0.94であった。調製翌日の25℃における粘度（B型粘度計(25±2℃)、4号ローター、12rpm、30秒）が2500mPa・sであった。べたつかず、肌がなめらかになり心地よい使用感であった。5℃、25℃、40℃の温度条件下、25日間の保存安定性試験を実施したところ、いずれの温度においても外観異常は認められず、保存安定性が優れていた。

40

【0041】

処方例3 ボディミルク

(成分)

(質量%)

	残部	
1. 水	6	
2. ジグリセリン	3	50
3. 1, 3-ブチレングリコール		

4. プロピレングリコール	3	
6. ペンチレングリコール	2	
7. フェノキシエタノール	0. 2	
8. ヒドロキシエチルセルロース	0. 1 5	
9. パセリエキス	0. 1	
10. L-セリン	0. 0 1	
11. メドゥフォーム油	4	
12. トリヤシ脂肪酸グリセライド	4	
13. 卵黄油	0. 1	
14. セレブロシド	0. 1	10
15. フィトステロールズ	0. 1	
16. 水添レシチン	0. 2 5	
17. バチルアルコール	0. 3	
18. テトラステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット (60EO)	0. 3	
19. ポリオキシエチレン硬化ひまし油 (7EO)	0. 7	

(製法)

水相 1～10 の成分を 85℃まで加熱溶解させる。油相 11～19 の成分も 85℃まで加熱溶解させる。油相に水相を添加しながらホモミキサーで 6000 rpm、10 分間、乳化を行う。その後、攪拌しながら冷却を行う。

【0042】

20

処方例 3 の乳液は、乳化粒子径が 1. 1 μm で、半値幅は 0. 93 であった。調製翌日の 25℃における粘度 (B 型粘度計 (25±2℃)、4 号ローター、12 rpm、30 秒) が 1600 mPa・s であった。べたつかず、肌がなめらかになり心地よい使用感であった。5℃、25℃、40℃の温度条件下、25 日間の保存安定性試験を実施したところ、いずれの温度においても外観異常は認められず、保存安定性が優れていた。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
A 6 1 K 8/55 (2006.01) A 6 1 K 8/55
A 6 1 K 8/06 (2006.01) A 6 1 K 8/06

審査官 手島 理

(56)参考文献 特開2001-114645 (JP, A)
特開2010-143858 (JP, A)
特開2008-105952 (JP, A)
国際公開第2004/045566 (WO, A1)
特表2000-505790 (JP, A)
特開2006-045133 (JP, A)
特開2004-269502 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
A 6 1 K 8/00-8/99
A 6 1 Q 1/00-90/00
B 0 1 J 13/00