

(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
2023年8月31日(31.08.2023)



(10) 国際公開番号

WO 2023/163035 A1

(51) 国際特許分類:

C07C 69/40 (2006.01) A61Q 19/00 (2006.01)
A61K 8/37 (2006.01) C07C 67/08 (2006.01)
A61Q 1/00 (2006.01) C07C 69/30 (2006.01)
A61Q 17/04 (2006.01) C11C 3/02 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2023/006436

(22) 国際出願日: 2023年2月22日(22.02.2023)

(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 2022-027108 2022年2月24日(24.02.2022) JP

(71) 出願人: 日清オイリオグループ株式会社 (THE NISSHIN OILIO GROUP, LTD.) [JP/JP]; 〒1048285 東京都中央区新川一丁目2番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 柴田 雅史 (SHIBATA Masashi); 〒1920982 東京都八王子市片倉町1-4-0-1 東京工科大学内 Tokyo (JP). 竹谷 俊亮 (TAKETANI Shunsuke); 〒2358558 神奈川県横浜市磯子区新森町1番地 日清オイリオグループ株式会社 横浜磯子事業場内 Kanagawa (JP). 清水 大輔 (SHIMIZU Daisuke); 〒2358558 神奈川県横浜市磯子区新森町1番地 日清オイリオグループ株式会社 横浜磯子事業場内 Kanagawa (JP). 加知 久典 (KACHI Hisanori); 〒2358558 神奈川県横浜市磯子区新森町1番地 日清オイリオグル

ー株式会社 横浜磯子事業場内 Kanagawa (JP). 今井 孝彦 (IMAI Takahiko); 〒2358558 神奈川県横浜市磯子区新森町1番地 日清オイリオグループ株式会社 横浜磯子事業場内 Kanagawa (JP).

(74) 代理人: 松沼 泰史, 外 (MATSUNUMA Yasushi et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 Tokyo (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, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, 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, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF,

(54) Title: OLIGOESTER AND COSMETIC CONTAINING SAID OLIGOESTER

(54) 発明の名称: オリゴエステル、及び該オリゴエステルを含有する化粧品

(57) Abstract: Provided is an oligoester which is obtained by subjecting the following to an esterification reaction: component (A), a glycerin; component (B), a dicarboxylic acid having 2-12 carbon atoms; and component (C), one or more types of fatty acid selected from the group consisting of caprylic acid, ethylhexanoic acid, isononanoic acid, isopalmitic acid and isostearic acid. The esterification reaction involves esterifying 0.65-0.8 moles of the component (B) and 1.2-1.7 moles of the component (C) relative to 1 mole of the component (A). The oligoester has an acid value of 5 mg KOH/g or less, a saponification value of 420-510 mg KOH/g and a hydroxyl value of 60 mg KOH/g or less.

(57) 要約: 成分(A)のグリセリンと、成分(B)の炭素数2~12の二価カルボン酸と、成分(C)のカプリル酸、エチルヘキサン酸、イソノナン酸、イソパルミチン酸、及びイソステアリン酸からなる群より選択される1種又は2種以上の脂肪酸とをエステル化反応することにより得られるオリゴエステルであって、前記エステル化反応が、前記成分(A)1モルに対して、前記成分(B)0.65~0.8モルと前記成分(C)1.2~1.7モルをエステル化反応するものであり、前記オリゴエステルは、酸価が5mg KOH/g以下であり、ケン化価が420~510mg KOH/gであり、水酸基価が60mg KOH/g以下である、オリゴエステルが提供される。

CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE,
SN, TD, TG).

添付公開書類：

一 国際調査報告（条約第21条(3)）

明 細 書

発明の名称：

オリゴエステル、及び該オリゴエステルを含有する化粧料

技術分野

[0001] 本発明は、オリゴエステル、及び該オリゴエステルを含有する化粧料に関する。

本願は、2022年2月24日に、日本に出願された特願2022-027108号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 口唇化粧料等の化粧料には、肌に塗布した場合につやのある仕上がりを与える等の良好なメイクアップ効果を有することに加えて、肌上での伸びが良い等の優れた使用性と、調製時の硬度を維持し、さらに長期にわたって良好な使用性と保形性が両立することが求められている。

[0003] 従来の口紅に代表される口唇化粧料の成分を大きく分けると、口唇に鮮やかな発色をもたらす顔料若しくは染料と、賦形成分である常温固体状のワックスと、それらの成分を均質に分散若しくは溶解させ、さらには使用感やつやなどの機能性を賦与する油剤とに分けられる。口唇化粧料においては、ワックスと液状油分との混合割合の調節により、製品に必要な保形性と良好な使用感を両立させる検討がなされている。

[0004] 保形性と使用感を改善する方法として、例えば、フィッシャー・トロプシユワックスと特定のワックスを組み合わせることで使用性と高温安定性を向上させる技術（特許文献1）、融点75℃以上の油剤とダイマー酸及びN-長鎖アシル変性アミノ酸ジエステル、有機球状粉末を組み合わせる技術（特許文献2）等が挙げられる。しかし、これらの技術では、保形性と使用感の両立に関しては満足いくものではなかった。加えて、N-長鎖アシル変性アミノ酸ジエステルは、十分な効果を引き出すためには相当量の配合が必要であるものの、価格が高いという問題があった。含有するフィステロールに

関しても価格が高く、市場への調達面での制限がある。その他、唇の水分と反応して色味が変化するティントタイプ口紅が市場を得ていることから、塗布後に質感が変化する口唇化粧料も求められている。

[0005] 口唇化粧料に求められる重要な要素として、塗膜のつやが挙げられる。つやを高めるために、屈折率の高い油剤を配合したり、パール剤を配合したりすることによって、光の反射を増やす方法が使用されている。また、口紅用オイルと混じりにくいシリコンオイルを口唇化粧料に配合し、塗膜の表面にシリコンオイルをにじみださせてつやの高い層を作るブリード技術（特許文献3）も実用されている。

[0006] 化粧料に配合される液状油としては、低温でも液状を保ち結晶化が抑制されることは、製剤の安定性の点で重要であるとされる。化粧料中の液状油が低温で結晶化してしまうと、口紅がもろくなるためである。また、液状油を乳化させた状態で化粧料に配合させると、乳化破壊による分離や質感の変化が起こるなどの不具合が出やすいことも知られている。

[0007] 口唇化粧料を作製する際の加熱時にワックスを完全に溶解させない場合には、冷却時に分離が発生したり、ワックス成長が不安定になったりすることで、製品の品質にバラつきが出てしまうといった問題が発生していた。また、顔料が均一に分散していない場合、塗布後の発色が悪くなるため、顔料分散性も口唇化粧料の基剤油に求められる重要な機能である。

[0008] 一方、従来から、皮膚の保湿効果、安全性の高さ、優れた顔料分散性を理由に、化粧料にオリゴエステルが使用されてきている。化粧料に配合される代表的なオリゴエステルとしては、水に溶解し、高い保湿効果と良好な使用感を有するオリゴエステル（特許文献4）や、体温付近で溶け、皮膚表面からの水分放散を抑制し、油性感を抑えた使用感を有するオリゴエステル（特許文献5）、液状油のゲル化又は固化剤として機能するオリゴエステル（特許文献6）がある。また、オリゴエステルによって表面処理した、優れた使用感と顔料分散性に優れる粉体（特許文献7）や、（カプリル酸／カプリン酸／コハク酸）グリセリルを含有した二層式化粧料（特許文献8）なども開

発されている。

[0009] その他、化粧品に配合される液状油としては、抱水性油剤も用いられている、抱水性油剤は保湿性に優れるため、これを配合することにより、化粧料の保湿性が改善できることが期待されている（特許文献9）。しかし、水分を抱えることで濁りが発生し、外観のつやが低下する課題があった。

先行技術文献

特許文献

- [0010] 特許文献1：特開2009-234991号公報
特許文献2：特開2015-124160号公報
特許文献3：特開2011-140479号公報
特許文献4：特開2007-137847号公報
特許文献5：特開2006-315975号公報
特許文献6：特開平07-126604号公報
特許文献7：特開2018-168141号公報
特許文献8：特開2016-222637号公報
特許文献9：特開2015-48323号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0011] これまでは、油性固形物の硬度維持効果に優れるだけでなく、顔料分散性も優れ、さらに、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果を有するオリゴエステルは開発がなされていなかった。

[0012] そこで、本発明は、油性固形物の硬度維持効果や、ワックス溶解性、低温安定性、顔料分散性に優れ、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果を有するオリゴエステル及びその製造方法を提供することを目的とする。

また、本発明は、保存安定性が良好であり、肌へ塗布した際のつき及びのびに優れた、該オリゴエステルを含有する化粧料を提供することも目的とする。

る。

課題を解決するための手段

[0013] 本発明者らは前記課題を解決すべく鋭意検討を行った結果、グリセリンと炭素数 2 ～ 12 の二価カルボン酸と炭素数 6 ～ 24 の飽和脂肪酸をエステル化反応することにより得られるオリゴエステルが、ワックス溶解性、低温安定性、顔料分散性に優れ、油性固形物の硬度維持効果にも優れ、かつ、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果を有することを見出し、本発明を完成するに至った。

[0014] すなわち、本発明は、以下に関するものである。

[1] 下記の成分 (A) と、成分 (B) と、成分 (C) とをエステル化反応することにより得られるオリゴエステルであって、

前記エステル化反応が、前記成分 (A) 1 モルに対して、前記成分 (B) を 0.65 ～ 0.8 モルと、前記成分 (C) を 1.2 ～ 1.7 モルとをエステル化反応するものであり、

前記オリゴエステルは、酸価が 5 mg KOH / g 以下であり、ケン化価が 420 ～ 510 mg KOH / g であり、水酸基価が 60 mg KOH / g 以下であることを特徴とする、オリゴエステル。

成分 (A) : グリセリン。

成分 (B) : 炭素数 2 ～ 12 の二価カルボン酸。

成分 (C) : カプリル酸、エチルヘキサン酸、イソノナン酸、イソパルミチン酸、及びイソステアリン酸からなる群より選択される 1 種又は 2 種以上の脂肪酸。

[2] 下記の成分 (A) と、成分 (B) と、成分 (C) と、成分 (D) をエステル化反応することにより得られるオリゴエステルであって、

前記エステル化反応が、前記成分 (A) 1 モルに対して、前記成分 (B) を 0.65 ～ 0.8 モルと、前記成分 (C) と前記成分 (D) の合計量を 1.2 ～ 1.7 モルとをエステル化反応するものであり、

前記エステル化反応に用いられる前記成分 (C) と前記成分 (D) との質

量比が、成分（C）：成分（D）＝99.9：0.1～10：90であり、
前記オリゴエステルは、酸価が5 mg KOH/g以下であり、ケン化価が
420～510 mg KOH/gであり、水酸基価が60 mg KOH/g以下
であることを特徴とする、オリゴエステル。

成分（A）：グリセリン。

成分（B）：炭素数2～12の二価カルボン酸。

成分（C）：カプリル酸、エチルヘキサン酸、イソノナン酸、イソパルミ
チン酸、及びイソステアリン酸からなる群より選択される1種又は2種以上
の脂肪酸。

成分（D）：炭素数10～24の直鎖飽和脂肪酸から選ばれる1種又は2
種以上の脂肪酸。

〔3〕 前記成分（D）が、カプリン酸である、前記〔2〕のオリゴエステ
ル。

〔4〕 前記成分（C）が、カプリル酸である、前記〔1〕～〔3〕のいず
れか一つに記載のオリゴエステル。

〔5〕 前記成分（B）が、コハク酸である、前記〔1〕～〔4〕のいず
れか一つに記載のオリゴエステル。

〔6〕 前記〔1〕～〔5〕のいずれかのオリゴエステルを含有する、油性
組成物。

〔7〕 さらに、25℃で固体であるワックスを含有する、前記〔6〕の油
性組成物。

〔8〕 固形物である、前記〔6〕又は〔7〕の油性組成物。

〔9〕 半固形状である、前記〔6〕又は〔7〕の油性組成物。

〔10〕 前記〔1〕～〔5〕のいずれか一つに記載のオリゴエステルを含
有する、化粧品。

〔11〕 さらに、25℃で固体であるワックスを含有する、前記〔10〕
の化粧品。

〔12〕 前記化粧品が、口唇化粧品である、前記〔10〕又は〔11〕に

記載の化粧料。

〔13〕 前記〔1〕～〔5〕のいずれか一つに記載のオリゴエステルを含有する、文房具。

〔14〕 クレヨンである、前記〔13〕の文房具。

〔15〕 グリセリン1モルに対して、0.65～0.8モルのコハク酸と1.2～1.7モルの脂肪酸とをエステル化反応してオリゴエステルを製造し、

前記脂肪酸が、カプリル酸及びカプリン酸を含有し、カプリル酸とカプリン酸との質量比が、カプリル酸：カプリン酸＝99：1～10：90であり、

前記オリゴエステルは、酸価が10mg KOH/g以下であり、ケン化価が420～510KOH/gであり、水酸基価が60mg KOH/g以下であることを特徴とする、オリゴエステルの製造方法。

〔16〕 前記〔1〕～〔5〕のいずれか一つに記載のオリゴエステルからなる硬度維持剤であって、25℃で固体であるワックスを含有する油性固形物の硬度維持剤。

〔17〕 前記〔1〕～〔5〕のいずれか一つに記載のオリゴエステルを、25℃で固体であるワックスを含有する油性固形物に含有させることによって、油性固形物の硬度を維持する方法。

〔18〕 前記〔1〕～〔5〕のいずれか一つに記載のオリゴエステルを化粧料に含有させることによって、化粧料の塗布面のつやを向上させる方法。

〔19〕 前記化粧料が、口唇化粧料である、前記〔18〕のつやを向上させる方法。

発明の効果

〔0015〕 本発明に係るオリゴエステルは、油性固形物の硬度を経時で維持することができ、高いワックス溶解性により油性固形物が安定に作製でき、低温安定性、顔料分散性に優れ、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果を有するものである。また、安価な原料の組み合わせで生産できることが

示すように、本発明は産業的に価値が高い。

当該オリゴエステルを含有させた化粧料は、化粧性能及び安定性に優れるものである。

発明を実施するための形態

[0016] 本発明及び本願明細書において、「油性固形物」とは、油性成分を含有する固形物を意味し、常温（15～25℃）、常圧で流動性のないものである。また、「半固形状」とは、粘弾性があり、保形性を有しているが、外部から力が加わると流動して自由に変形可能な性質を意味する。半固形状には、粘性と含水量によって、ゼリー状、ジェル状、ペースト状、軟膏状等に分けられる。

[0017] <オリゴエステル>

本発明に係るオリゴエステルは、下記成分（A）1モルに対して、下記成分（B）を0.65～0.8モルと、下記成分（C）を1.2～1.7モルとをエステル化反応することにより得られるオリゴエステルであって、酸価が5mg KOH/g以下であり、ケン化価が420～510mg KOH/gであり、水酸基価が60mg KOH/g以下であるオリゴエステルである。

成分（A）：グリセリン。

成分（B）：炭素数2～12の二価カルボン酸。

成分（C）：カプリル酸（n-オクタン酸）、エチルヘキサン酸、イソノナン酸、イソパルミチン酸、及びイソステアリン酸からなる群より選択される1種又は2種以上の脂肪酸。

[0018] 本発明に係るオリゴエステルとしては、エステル化反応に用いる脂肪酸として、成分（C）のみではなく、さらに下記成分（D）を用いて得られたエステル化物であってもよい。具体的には、本発明に係るオリゴエステルには、下記成分（A）1モルに対して、下記成分（B）を0.65～0.8モルと、下記成分（C）と下記成分（D）の合計量を1.2～1.7モルとをエステル化反応することにより得られるオリゴエステルであって、前記エステル化反応に用いられる前記成分（C）と前記成分（D）との質量比が、成分

(C) : 成分(D) = 99.9 : 0.1 ~ 10 : 90であり、酸価が5 mg KOH/g以下であり、ケン化価が420 ~ 510 mg KOH/gであり、水酸基価が60 mg KOH/g以下であるオリゴエステルも含まれる。

成分(A) : グリセリン。

成分(B) : 炭素数2 ~ 12の二価カルボン酸。

成分(C) : カプリル酸、エチルヘキサン酸、イソノナン酸、イソパルミチン酸、及びイソステアリン酸からなる群より選択される1種又は2種以上の脂肪酸。

成分(D) : 炭素数10 ~ 24の直鎖飽和脂肪酸から選ばれる1種又は2種以上の脂肪酸。

[0019] 本発明に係るオリゴエステルは、油性固形物の硬度の経時的な低下を抑制する作用（油性固形物の硬度維持作用）を有する。すなわち、本発明に係るオリゴエステルを含有させた油性固形物は、本発明に係るオリゴエステルを含有させていない油性固形物よりも、より長期間、製造当初の硬度を維持することができる。

[0020] 本発明に係るオリゴエステルは、ワックスに対する溶解性が良好である。このため、本発明に係るオリゴエステルは、溶融させた状態のワックスに溶解させることができ、本発明に係るオリゴエステルを溶解させた溶融ワックスを冷却することにより、本発明に係るオリゴエステルが均一に分散したワックスを得ることができる。本発明に係るオリゴエステルは、ワックスだけではなく、ワックスを含有する油性組成物にも良好に溶解する。なお、ワックスとは、25℃で固体であり、120℃では溶融して液体となる油性物質を意味する。

[0021] 本発明に係るオリゴエステルは、20℃で液状である。

また、本発明に係るオリゴエステルは、低温安定性が良好であり、低温状態でも結晶の析出が抑えられている。このため、本発明に係るオリゴエステルを含有させた油性組成物は、低温でも結晶の析出が抑えられ、安定して保持される。

[0022] 本発明に係るオリゴエステルは、顔料分散性に優れている。このため、顔料を含有させた油性組成物に、本発明に係るオリゴエステルを含有させることにより、顔料の分散性が改善され、油性組成物全体に均一に顔料を分散させることができる。

[0023] 本発明に係るオリゴエステルは、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果を有する。「水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果」とは、塗布した直後よりも、水分と接触させた後の方が、塗布面のつやが視覚的に向上する効果を意味する。

[0024] 水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果については、例えば、次のようにして確認することができる。

試験油剤を皮膚に薄く塗布後、塗布面を流水に晒しながら、指で20往復軽くこすった後、塗布面を流水から離す。塗布面を振って水滴を落とした後、5分間静置して乾かす。乾かした後の塗布面のつやを、塗布直後の塗布面のつやと比較し、評価する。

[0025] 本発明において用いられる成分(B)は、炭素数2~12の二価カルボン酸である。炭素数2~12の二価カルボン酸としては、シュウ酸(エタン二酸)、マロン酸(プロパン二酸)、コハク酸(ブタン二酸)、グルタル酸(ペンタン二酸)、アジピン酸(キサン二酸)、ピメリン酸(ヘプタン二酸)、ベリン酸(オクタン二酸)、アゼライン酸(ノナン二酸)、セバシン酸(デカン二酸)、フタル酸(ベンゼン-1,2-ジカルボン酸)、イソフタル酸(ベンゼン-1,3-カルボン酸)、テレフタル酸(ベンゼン-1,4-ジカルボン酸)等が挙げられる。本発明に係るオリゴエステルの原料とされる成分(B)としては、より硬度を維持させるという点から、コハク酸が特に好ましい。

[0026] 本発明において用いられる成分(C)は、カプリル酸、エチルヘキサン酸、イソノナン酸、イソパルミチン酸、及びイソステアリン酸からなる群より選択される1種又は2種以上の脂肪酸である。本発明に係るオリゴエステルの原料とされる成分(C)としては、カプリル酸が特に好ましい。また、本

発明に係るオリゴエステルは、不飽和脂肪酸と成分（A）と成分（B）とをエステル反応して得られるオリゴエステルよりも、色相と臭気のいずれも良好である。

[0027] 本発明において用いられる成分（D）は、炭素数10～24の直鎖飽和脂肪酸から選ばれる1種又は2種以上の脂肪酸である。当該脂肪酸としては、具体的には、カプリン酸（n-デカン酸）、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、及びベヘン酸が挙げられる。本発明に係るオリゴエステルの原料とされる成分（D）としては、カプリン酸が特に好ましい。

[0028] 脂肪酸として成分（C）と成分（D）を用いる場合には、エステル化反応に用いられる成分（C）と成分（D）との質量比は、成分（C）：成分（D）＝99.9：0.1～10：90であることが好ましく、99：1～25：75であることがより好ましく、99：1～40：60がより好ましい。成分（C）と成分（D）の合計質量に対する成分（D）の質量の比率（〔成分（D）の質量〕／（〔成分（C）の質量〕＋〔成分（D）の質量〕））は、0.1質量%未満であってもよいが、成分（C）と成分（D）の合計質量に対する成分（C）の質量の比率（〔成分（C）の質量〕／（〔成分（C）の質量〕＋〔成分（D）の質量〕））は、8以上が好ましい。成分（C）が十分量あることにより、低温環境下で結晶の析出が抑えられ、低温安定性がより優れたオリゴエステルとすることができる。

[0029] 本発明に係るオリゴエステルの酸価は、5 mg KOH/g以下（0～5 mg KOH/g）であることが好ましい。酸価が高すぎる場合には、臭いが生じるおそれがある。酸価が5 mg KOH/g以下であることにより、本発明に係るオリゴエステルは、特有の臭いがせず、様々な製品へ製品品質を損なうことなく配合することが可能である。

なお、本発明に係るオリゴエステルの酸価を前記範囲内に調整することは、エステル化反応中に、反応生成物をサンプリングし、その酸価を測定し、所望の酸価となった時点でエステル化反応を停止することによって実施可能である。

[0030] 本発明に係るオリゴエステルのケン化価は、 $420 \sim 510 \text{ mg KOH/g}$ であることが好ましく、 $420 \sim 490 \text{ mg KOH/g}$ であることがより好ましく、 $430 \sim 490 \text{ mg KOH/g}$ であることがさらに好ましい。ケン化価が前記範囲内であると、油性固形物の硬度維持効果が発揮され、ワックス溶解性、低温安定性、及び顔料分散性が良好で、水分と接触させることで塗布面のつやも向上する。

なお、本発明に係るオリゴエステルのケン化価は、エステル反応における仕込み量で調整することができる。

[0031] 本発明に係るオリゴエステルの水酸基価は、 60 mg KOH/g 以下であることが好ましく、 $0 \sim 60 \text{ mg KOH/g}$ であることがより好ましく、 $0 \sim 40 \text{ mg KOH/g}$ であることがさらに好ましく、 $0 \sim 35 \text{ mg KOH/g}$ であることがよりさらに好ましく、 $0 \sim 20 \text{ mg KOH/g}$ であることが特に好ましい。水酸基価が高すぎる場合には、ワックス溶解性が乏しくなるおそれがある。水酸基価が 60 mg KOH/g 以下であることにより、本発明に係るオリゴエステルは、ワックス溶解性が良好である。

なお、本発明に係るオリゴエステルの水酸基価は、エステル反応における仕込み量で調整することができる。

[0032] これら、成分(A)～成分(D)は、それぞれ市販品を使用することができる。

グリセリン、直鎖飽和脂肪酸は植物由来が一般に流通しており、コハク酸に関しても発酵法により工業的に大量生産が行われている。このため、特に成分(B)としてコハク酸を用いることにより、本発明に係るオリゴエステルは、安価な原料の組み合わせで生産できる。なかでも、環境への影響、供給の持続性の観点からは、本発明のオリゴエステルの原料として、成分(A)としてグリセリン、成分(B)としてコハク酸、成分(C)として直鎖飽和脂肪酸であるカプリル酸、及び成分(D)としてカプリン酸を用いることは好ましい。

[0033] <オリゴエステルのエステル反応による製造>

本発明に係るオリゴエステルは、エステル化反応の原料の仕込み量によってその架橋度及び側鎖を調整し、各種効果を有するオリゴエステルを得ることができる。具体的には、本発明に係るオリゴエステルは、成分（A）と成分（B）の仕込み量を変えることにより、得られるオリゴエステルの架橋度を調整することができる。また、成分（C）の脂肪酸の仕込み量を変えることにより、架橋度と側鎖の付加数を調整することができる。

[0034] 本発明に係るオリゴエステルを製造するエステル反応においては、成分（A）、成分（B）、及び成分（C）の仕込み量は、成分（A）1モルに対して、成分（B）が0.65～0.8モル、成分（C）が1.2～1.7モルである。また、成分（A）1モルに対して、成分（B）が0.65～0.75モル、成分（C）が1.35～1.7モルであることが好ましく、成分（A）1モルに対して、成分（B）が0.7～0.75モル、成分（C）が1.35～1.6モルであることがより好ましい。

[0035] 成分（A）1モルに対する成分（B）の仕込み量が0.65モル未満では、得られたオリゴエステルに、油性固形物の硬度維持効果がなく、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果もない場合がある。一方、成分（B）を、0.8モルを超えて使用した場合には、成分（A）と成分（B）の架橋が進みすぎることにより、得られたオリゴエステルににごりが発生する場合がある。

[0036] 成分（A）1モルに対する成分（C）の仕込み量が1.7モルを超える場合には、エステル交換が発生し、目的とする架橋度まで合成が進まない場合がある。一方、成分（C）の仕込み量が1.2モル未満では、未反応の水酸基が多くなり、得られたオリゴエステルにワックス溶解性が乏しくなる場合がある。

[0037] 原料に成分（D）を使用する場合も、成分（A）と成分（B）の仕込み量を変えることにより、得られるオリゴエステルの架橋度を調整することができる。また、成分（C）及び成分（D）の脂肪酸の仕込み量を変えることにより、架橋度と側鎖の付加数を調整することができる。

- [0038] 原料に成分（D）を使用する場合、成分（A）、成分（B）、成分（C）、及び成分（D）の仕込み量は、成分（A）1モルに対して、成分（B）が0.65～0.8モル、成分（C）及び成分（D）の合計量が1.2～1.7モルである。また、成分（A）1モルに対して、成分（B）が0.65～0.75モル、成分（C）及び成分（D）の合計量が1.35～1.7モルであることが好ましく、成分（A）1モルに対して、成分（B）が0.7～0.75モル、成分（C）及び成分（D）の合計量が1.35～1.6モルであることがより好ましい。
- [0039] 成分（D）をエステル化反応の原料として使用する場合、成分（C）と成分（D）の仕込みの質量比は、99.9：0.1～10：90であることが好ましく、99：1～25：75であることがより好ましく、99：1～40：60がより好ましい。成分（C）と成分（D）の仕込みの質量比において、成分（D）の質量比は、0.1未満であってもよい。一方で、成分（C）と成分（D）の仕込みの質量比において、成分（C）の質量比が8（成分（C）：成分（D）＝8：92）以下の場合には、得られるオリゴエステルは、低温環境下で結晶が析出しやすく、低温安定性が悪く好ましくない。
- [0040] 本発明に係るオリゴエステルは、例えば、成分（A）1モルに対して、成分（B）を0.65～0.8モル、成分（C）を1.2～1.7モル仕込み、無触媒又は触媒存在下で、180～240℃の温度で反応させることにより行うことができる。原料に成分（D）を使用する場合、本発明のオリゴエステルは、例えば、成分（A）1モルに対して、成分（B）を0.65～0.8モル、成分（C）及び成分（D）の合計量を1.2～1.7モル仕込み、無触媒又は触媒存在下で、180～240℃の温度で反応させることにより行うことができる。
- [0041] 当該触媒としては、アルコールと脂肪酸のエステル化反応で用いられる、例えば酸、アルカリ、又はその他の有機化学の分野でそれ自体公知の触媒を適用することができる。当該エステル化反応は、アルコールと脂肪酸のエステル化に悪影響を及ぼさない溶媒中で行ってもよく、また無溶媒で行っても

よい。当該溶媒として、アルコールと脂肪酸のエステル化反応に用いられる、有機化学の分野でそれ自体公知の溶媒を適用することができる。

[0042] 反応時間としては、通常20時間～30時間を適用することができる。また、反応時間は、使用する原料（直鎖又は分岐）、触媒の有無、エステル化温度又は酸の過剰量等の影響を受けるため、20時間以下又は30時間以上となる場合もある。反応終了後、触媒を使用していた場合には、ろ過処理や吸着処理等により触媒を除去してもよい。

[0043] エステル化反応により、本発明に係るオリゴエステルを含む反応物が得られる。当該反応物に対して常法による精製処理を行うことにより、精製されたオリゴエステルを得ることができる。例えば、エステル化反応の反応物を、蒸留により過剰な未反応原料を除去して精製することができる。また、エステル化物の色相等を改善したい場合には、常法により脱色処理し、色相を改善することができる。

[0044] <油性組成物>

本発明に係る油性組成物は、本発明に係るオリゴエステルを含有することを特徴とする。本発明に係るオリゴエステルは、油性成分に対する親和性が高く、特にワックス溶解性が良好である。このため、本発明に係るオリゴエステルは、油性組成物の構成成分として適しており、特にワックスやワックスを含有する油性組成物に配合される成分として適している。

[0045] 本発明に係る油性組成物の形態は特に限定されるものではなく、固形状（油性固形物）であってもよく、液状であってもよく、半固形状であってもよい。半固形状の場合、本発明に係る油性組成物は、ゼリー状、ジェル状、ペースト状、軟膏状等のいずれの形態であってもよい。本発明に係る油性組成物が油性固形物の場合、その形状は特に限定されるものではなく、様々な形状に成形できる。当該形状としては、例えば、棒状のもの、板状のもの、皿状物へ流し込んで成形したもの等が挙げられる。

[0046] 本発明に係る油性組成物が含有する本発明に係るオリゴエステルは、1種類であってもよく、2類以上であってもよい。本発明に係る油性組成物にお

ける本発明に係るオリゴエステルの含有量は、特に限定されるものではない。本発明に係る油性固形物における本発明に係るオリゴエステルの含有量としては、0.1～90質量%が好ましく、5～70質量%がより好ましく、10～70質量%がさらに好ましい。かかる範囲であると、オリゴエステルの作用効果、すなわち、ワックス溶解性、低温安定性、顔料分散性、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果を、油性組成物中で十分に発揮させることができる。さらに、当該油性組成物が油性固形物である場合には、油性固形物の硬度維持効果も、十分に発揮させることができる。

[0047] 本発明に係る油性組成物は、本発明に係るオリゴエステルと共に、25℃で固体であるワックスを含有することが好ましい。25℃で固体であるワックスとしては、特に限定されるものではなく、例えば、オゾケライト、セレシン、パラフィン、ペトロラタム、フィッシャー・トロプシュワックス、マイクロクリスタリンワックス等の炭化水素系ワックス；カルナウバロウ、キャンデリラロウ、ライスワックス、サンフラワーワックス、水添ホホバ油、木ロウ等の植物系ワックス；ミツロウ、鯨ロウ等の動物性ワックス；シリコーンワックス、フッ素系ワックス、ポリエチレンワックス、合成ミツロウ等の合成ワックス；ベヘン酸ベヘニル、ステアリン酸ステアリル等のモノエステルワックス；トリベヘン酸グリセリル、（ベヘン酸／イソステアリン酸／エイコサン二酸）グリセリル、（ベヘン酸／エイコサン二酸）グリセリル等のグリセリル脂肪酸エステル；ステアリン酸、ベヘン酸等の長鎖脂肪酸；ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール等の高級アルコールなどが挙げられる。本発明に係る油性組成物が含有する25℃で固体であるワックスは、1種類であってもよく、2類以上であってもよい。

[0048] 本発明に係る油性組成物における25℃で固体であるワックスの含有量は、特に限定されるものではなく、当該油性組成物に求める形状に応じて適宜調整できる。ワックスの含有量が少ない場合には、当該油性組成物は液状となり、ワックス含有量が十分に多いと、当該油性組成物は油性固形物となる。本発明に係る油性組成物が油性固形物の場合には、固形物全量に対するワ

ックスの含有量は、0.1～50質量%であることが好ましく、1～30質量%であることがより好ましい。ワックスの含有量が0.1質量%未満の場合には、十分な保形性が得られず、一方で50質量%を超える場合には、得られる油性固形物は硬く、なめらかに塗布し難い場合がある。

[0049] 本発明に係る油性組成物は、本発明に係るオリゴエステルと25℃で固体であるワックスに加えて、その他の油性成分を含有することができる。本発明に係る油性組成物が含有するその他の油性成分は、20℃で液状、ペースト状、固形状のいずれの形状であってもよい。

[0050] 当該油性成分としては、例えば、炭化水素、脂肪酸エステル、トリグリセライド、脂肪酸、高級アルコール、シリコンオイル、フッ素系オイル及びこれらの誘導体等が用いられる。具体的には、ヒマシ油、オリーブ油、アボガド油、パーム油、カカオ油、流動パラフィン、流動分岐パラフィン、ワセリン、スクワラン、水添ポリイソブテン、水添ポリデセン、ジ（カプリル酸／カプリン酸）プロパンジオール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、オクタカプリル酸ポリグリセリル-6、トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル、トリエチルヘキサノイン、ステアリン酸ブチル、パルミチン酸エチルヘキシル、（カプリル酸／カプリン酸）ヤシアルキル、（カプリル酸／カプリン酸）カプリリル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラノリン脂肪酸ヘキシル、アジピン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジイソプロピル、イソノナン酸イソトリデシル、イソノナン酸イソノニル、デカイソステアリン酸ポリグリセリル、2-オクチルドデカノール、リンゴ酸ジイソステアリル、トリスステアリン酸ポリグリセリル-2、ジイソステアリン酸ポリグリセリル-2、ペンタイソステアリン酸ジペンタエリスリチル、テトライソステアリン酸ジペンタエリスリチル、テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル、トリスステアリン酸トリメチロールプロパン、ヘキサ（ヒドロキシステアリン酸／ステアリン酸／ロジン酸）ジペンタエリスリチル、ヒドロキシステアリン酸コレステリル、マカデミアナッツ油脂肪酸フィトステリル、ダイマージリノール

酸ダイマージリノレイルビス（ベヘニル／イソステアリル／フィトステリル）、ラウロイルグルタミン酸ジ（フィトステリル／オクチルドデシル／ベヘニル）、（エチルヘキサン酸／ステアリン酸／アジピン酸）グリセリル、オレイルアルコール、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、ジメチルシクロポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、パーフルオロポリエーテル等が挙げられる。

[0051] 本発明に係る油性組成物における当該他の油性成分の含有量は、特に限定されるものではなく、当該油性組成物に求める形状や製品品質に応じて適宜調整できる。本発明に係る油性組成物が当該他の油性成分を含有する場合、その含有量は、0.1～99質量%であることが好ましく、10～90質量%であることがより好ましい。また、本発明に係る油性組成物が含有する当該その他の油性成分としては、1種類であってもよく、2種類以上であってもよい。

[0052] 本発明に係る油性組成物は、本発明に係るオリゴエステルと25℃で固体であるワックス成分の他に、粉体を含有していてもよい。本発明に係るオリゴエステルは、顔料分散性が良好であるため、本発明に係る油性組成物に粉体を配合することにより、当該粉体が組成物全体に均一に分散した油性組成物が得られる。

[0053] 粉体としては、体質顔料、着色顔料、パール顔料を用いることができる。

[0054] 体質顔料としては、例えばケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸マグネシウム、タルク、セリサイト、マイカ、カオリン、クレー、ベントナイト、オキシ塩化ビスマス、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム等の無機顔料及びこれらの複合粉体；ポリアミド、ポリエステル、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリウレタン、ナイロン、シリコーン樹脂、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネート樹脂、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、シルクパウダー、セルロース、Nε-ラウロイ

ルーレーリジン、長鎖アルキルリン酸金属塩、N-モノ長鎖アルキルアシル塩基性アミノ酸、金属セッケン等からなる有機粉体、及びこれらの複合粉体；上記無機粉体と有機粉体との複合粉体等が挙げられる。なお、これらの粉体の粒子形状は、球状、板状、針状、粒状及び不定形等いずれの形状でもよい。

[0055] 着色顔料としては、酸化チタン、酸化亜鉛、黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄、紺青、群青、酸化クロム、水酸化クロム等の金属酸化物、マンガンバイオレット、チタン酸コバルト等の金属錯体、更にカーボンブラック等の無機顔料、タール系色素、レーキ顔料等の有機顔料、カルミン等の天然色素等が挙げられる。

[0056] パール顔料としては、雲母、合成金雲母等を酸化チタン、酸化鉄、酸化ケイ素、紺青、酸化クロム、カルミン、有機顔料等の着色剤で被覆したパール顔料等を用いることができる。これらの粉体は、通常の方法により、撥水処理、撥水・撥油化処理等の各種表面処理を施して用いても良い。

[0057] 本発明に係る油性組成物が含有する粉体としては、1種類であってもよく、2種類以上であってもよい。本発明に係る油性組成物中の粉体の含有量は特に限定されるものではなく、例えば、油性組成物の全組成の総質量に対して1～50質量%含有されることが好ましい。

[0058] 本発明に係る油性組成物は、本発明に係るオリゴエステルによる効果を損なわない限りにおいて、25℃で固体であるワックス成分、他の油性成分、及び粉体以外の他の成分を含有していてもよい。当該他の成分としては、化粧料や衛生用品、医薬品等の添加剤として使用されている公知のものの中から適宜選択して用いることができる。

[0059] 本発明に係る油性組成物は、例えば、本発明に係るオリゴエステルと、25℃で固体であるワックス成分と、その他油性成分と、必要に応じて粉体等のその他の成分とを含む全ての原料を混合し、必要に応じて加熱溶解して均一に調製した後、所望の形状に成形することにより製造できる。原料成分は、全て一度に混合してもよく、順次混合してもよい。

[0060] 本発明に係る油性組成物は、それ自体で、化粧品、衛生用品、医薬品、医薬部外品、文房具等とすることができる。また、これらの製品を製造するための素材とすることもできる。化粧品としては、後記で挙げられたものとするることができる。衛生用品としては、石鹸、ボディシャンプー、シャンプー、洗顔料、コンディショナー、ハンドクリーム、ボディクリーム、ヘアクリーム、ヘアワックス、歯磨き粉等が挙げられる。医薬品や医薬部外品並びにこれらの素材としては、軟膏、軟膏基材、坐剤、湿布、クリーム剤、ジェルパッド等が挙げられる。文房具としては、クレヨン、インク等が挙げられる。中でも、本発明に係るオリゴエステルの水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果が嗜好性を向上させる点から、化粧品や衛生用品、クレヨン、インク等が好ましい。

[0061] 本発明に係るオリゴエステルは、25℃で固体であるワックスを含有する油性固形物に添加することによって、油性固形物の硬度を維持する効果を有する。したがって、本発明に係るオリゴエステルは、25℃で固体であるワックスを含有する油性固形物の硬度維持剤として使用することができる。

25℃で固体であるワックスを含有する油性固形物への本発明に係るオリゴエステルからなる硬度維持剤の含有量としては、0.1～90質量%が好ましく、5～70質量%がより好ましく、10～70質量%がさらに好ましい。

また、本発明に係るオリゴエステルは、25℃で固体であるワックスを含有する油性固形物に含有させることによって、油性固形物の硬度を維持する方法についても使用することができる。

[0062] <化粧品>

本発明に係る化粧品は、本発明に係るオリゴエステルを含有することを特徴とする。本発明に係るオリゴエステルを含有させた化粧品は、当該オリゴエステルが有する各種作用や効果が発揮されるため、化粧性能及び安定性に優れるものである。

[0063] 本発明に係る化粧料の形態は特に限定されるものではなく、固形状（油性

固形物)であってもよく、液状であってもよく、半固形状であってもよい。半固形状の場合、本発明に係る化粧料は、ゼリー状、ジェル状、ペースト状、軟膏状等のいずれの形態であってもよい。本発明に係る化粧料が油性固形物の場合、その形状は特に限定されるものではなく、様々な形状に成形できる。当該形状としては、例えば、棒状のもの、板状のもの、皿状物へ流し込んで成形したもの等が挙げられる。

[0064] 本発明に係る化粧料が含有する本発明に係るオリゴエステルは、1種類であってもよく、2類以上であってもよい。本発明に係る化粧料における本発明に係るオリゴエステルの含有量は、特に限定されるものではない。本発明に係る化粧料における本発明に係るオリゴエステルの含有量としては、化粧料の全組成の総質量に対して、0.1～90質量%が好ましく、5.0～70質量%がより好ましく、10～70質量%がさらに好ましい。かかる範囲であると、オリゴエステルの作用効果、すなわち、ワックス溶解性、低温安定性、顔料分散性、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果を、化粧料中で充分に発揮させることができる。さらに、当該化粧料が油性固形物である場合には、油性固形物の硬度維持効果も、充分に発揮させることができる。

[0065] 本発明に係る化粧料は、本発明に係るオリゴエステルと共に、25℃で固体であるワックスを含有することが好ましい。25℃で固体であるワックスとしては、特に限定されるものではなく、例えば、前記油性組成物へ含有させられるワックスとして例示されたものを用いることができる。本発明に係る化粧料が含有する25℃で固体であるワックスは、1種類であってもよく、2類以上であってもよい。

[0066] 本発明に係る化粧料における25℃で固体であるワックスの含有量は、特に限定されるものではなく、当該化粧料に求められる形状に応じて適宜調整できる。本発明に係る化粧料が油性固形物の場合には、固形物全量に対するワックスの含有量は、化粧料の全組成の総質量に対して、0.1～20質量%であることが好ましく、4～20質量%であることがより好ましく、4～

15質量%であることがさらに好ましい。ワックスの含有量が0.1質量%未満の場合には、硬度が低くなりすぎて十分な保形性が得られず、一方で20質量%を超える場合には、得られる油性固形物は硬く、なめらかに塗布し難い場合がある。

[0067] 本発明に係る化粧料は、本発明に係るオリゴエステルと25℃で固体であるワックスに加えて、その他の油性成分を含有することができる。本発明に係る化粧料が含有するその他の油性成分は、20℃で液状、ペースト状、固形状のいずれの形状であってもよい。当該その他の油性成分としては、特に限定されるものではなく、例えば、前記油性組成物へ含有させられる油性成分として例示されたものを用いることができる。本発明に係る化粧料が含有する当該油性成分の含有量は、特に限定されるものではなく、例えば、化粧料の全組成の総質量に対して、0.1～99質量%とすることができる。本発明に係る化粧料が含有する当該油性成分は、1種類であってもよく、2類以上であってもよい。

[0068] 本発明に係る化粧料は、本発明に係るオリゴエステルと25℃で固体であるワックス成分の併用による効果を損なわない限度において、当該オリゴエステルと当該ワックス成分と前記油性成分の他に、その他の成分を含有していてもよい。当該その他の成分としては、例えば、粉体、界面活性剤が挙げられる。

[0069] 本発明に係る化粧料は、本発明に係るオリゴエステルと25℃で固体であるワックス成分の他に、粉体を含有していてもよい。本発明に係るオリゴエステルは、顔料分散性が良好であるため、本発明により、当該粉体が全体に均一に分散した化粧料が得られる。本発明に係る化粧料が含有する粉体としては、特に限定されるものではなく、例えば、前記油性組成物へ含有させられる粉体として例示されたものを用いることができる。

[0070] 本発明に係る粉体が含有する粉体の含有量は、特に限定されるものではなく、例えば、化粧料の全組成の総質量に対して、1～50質量%とすることができる。本発明に係る化粧料が含有する粉体は、1種類であってもよく、

2 類以上であってもよい。

[0071] 本発明に係る化粧料は、本発明に係るオリゴエステルと 25℃で固体であるワックス成分の他に、界面活性剤を含有していてもよい。本発明に係る化粧料が含有する界面活性剤としては、非イオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、両性界面活性剤等を、1 種又は 2 種以上組合せて用いることができる。

[0072] 非イオン界面活性剤としては、例えば、モノグリセライド、ソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、アルカノールアミド、アミノオキサイド、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、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モノ脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、ポリオキシエチレンアルキルアミン、アルキルサッカライド、 α -モノアルキルグリセリルエーテル、ジメチルポリシロキサン・ポリオキシアルキレン共重合体、ジメチルポリシロキサン・モノアルキルグリセリルエーテル共重合体等が挙げられる。

[0073] アニオン界面活性剤としては、例えば、アルキルベンゼンスルホネート、アルキルナフタレンスルホネート、ポリオキシエチレンアルキルエーテルサルフェート、ポリオキシエチレンラウリルエーテルリン酸塩等が挙げられる。

[0074] カチオン界面活性剤としては、脂肪族炭化水素基を有する第 1 級、第 2 級、第 3 級アミン塩、第 4 級アンモニウム塩等が挙げられる。

[0075] 両性界面活性剤としては、 β -ラウリルアミノプロピオン酸ナトリウム、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン等が挙げられる。

[0076] 界面活性剤としては、その他、レシチン類、大豆サポニン等を用いてもよい。レシチン類としては、レシチン、水添レシチン、水酸化レシチン、リゾレシチン、水添リゾレシチン等が挙げられる。また、水添レシチンとしては

、例えば、水添大豆リン脂質、水添菜種リン脂質、水添卵黄リン脂質等が挙げられる。

[0077] 本発明に係る化粧料は、さらに、本発明に係るオリゴエステルを含有させることによる効果を損なわない範囲で、化粧料に一般的に添加される添加剤や、水等を含有させることができる。当該添加剤としては、例えば、酸化防止剤、酸化防止助剤、防腐剤、紫外線吸収剤、一価アルコール、多価アルコール、水溶性高分子、pH調整剤、無機塩又は有機酸塩、キレート剤、ビタミン類、有機溶剤、香料、各種エキス、紫外線散乱剤等が挙げられる。これらの添加剤は、1種又は2種以上を組合せて用いることができる。

[0078] 酸化防止剤、酸化防止助剤、防腐剤、及び紫外線吸収剤としては、前記と同様のものを用いることができる。

[0079] 一価アルコールとしては、低級アルコールであってもよく、高級アルコールであってもよい。低級アルコールとしては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、イソブチルアルコール、tert-ブチルアルコール等が挙げられる。また、高級アルコールとしては、例えば、セタノール（セチルアルコール、パルミチルアルコール）、ステアリルアルコール（オクタデシルアルコール）、イソステアリルアルコール（イソオクタデカノール）、オレイルアルコール、セト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、ヘキシルデカノール、ベヘニルアルコール、ラウリルアルコール、ラノリンアルコール、水素添加ラノリンアルコール等が挙げられる。一価アルコールとしては、1種を単独で用いてもよく、2種以上を組合せて用いてもよい。

[0080] 多価アルコールとしては、例えば、プロピレングリコール（1，2-プロパンジオール）、1，3-プロパンジオール、1，3-ブチレングリコール（1，3-ブタンジオール）、ペンチレングリコール（1，2-ペンタンジオール）、ネオペンチレングリコール（2，2-ジメチル-1，3-プロパンジオール）、イソプレングリコール（3-メチル-1，3-ブタンジオール）、ジプロピレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ポリグリセリ

ン、ポリエチレングリコール、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、ソルビトール、ソルビタン等が挙げられる。多価アルコールとしては、1種を単独で用いてもよく、2種以上を組合せて用いてもよい。

[0081] 水溶性増粘剤としては、天然の水溶性高分子であってもよく、半合成の水溶性高分子であってもよく、合成の水溶性高分子であってもよい。本発明に係る口唇化粧料に含有させる水溶性増粘剤は、1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

[0082] 天然の水溶性高分子としては、例えば、寒天、グルコマンナン、アラビアガム、トラガカントガム、ガラクトン、グアガム、キャロブガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、クインスシード（マルメロ）、アルゲコロイド（カッソウエキス）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）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、ブルラン等の微生物系高分子、及びコラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子が挙げられる。

[0083] 半合成の水溶性高分子としては、例えば、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、ニトロセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、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、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、セルロース末等のセルロース系高分子、及び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等が挙げられる。

[0084] 合成の水溶性高分子としては、例えば、ポリビニルアルコール、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルピロリドン、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリエチレングリコール20,000、40,000、60,000等の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共重合系高分子、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、及びカチオンポリマー等が挙げられる。

- [0085] pH調整剤としては、例えば、エデト酸、エデト酸二ナトリウム、クエン酸、クエン酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、及びトリエタノールアミン等が挙げられる。pH調整剤は、単独で用いてもよく、又は2種以上を組み合わせ用いてもよい。
- [0086] 無機塩としては、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化マグネシウム、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸マグネシウム等が挙げられる。有機酸塩としては、クエン酸、リンゴ酸、酒石酸、及びそれらの塩や、アスコルビン酸及びその塩や、アスコルビン酸誘導体及びその塩等が挙げられる。
- [0087] キレート剤としては、例えば、エデト酸二ナトリウム、エデト酸塩、及びヒドロキシエタンジホスホン酸等が挙げられる。キレート剤は単独で用いてもよく、又は2種以上を組み合わせ用いてもよい。
- [0088] ビタミン類としては、例えば、ビタミンA、ビタミンB1、ビタミンB2、ビタミンB6、ビタミンE、ビタミンK及びそれらの誘導体、パントテン酸及びその誘導体、ビオチン等が挙げられる。
- [0089] エキス類としては、アロエベラ、ウィッチヘーゼル、ハママリス、キュウリ、レモン、ラベンダー、ローズ等の植物抽出エキスなどが挙げられる。
- [0090] 本発明に係る化粧料としては、特に限定されるものではなく、例えば、口紅、ファンデーション、頬紅、まゆずみ、アイシャドウ、アイライナー等のメイクアップ化粧料；乳液、クリーム等の乳化型化粧料；ローション、クレンジングクリーム、クレンジングオイル等の液体化粧料；軟膏、サンスクリーン等の皮膚外用剤等が挙げられる。これらの化粧料の中でも、本発明に係るオリゴエステルが有する高いワックス溶解性による効果が十分に発揮される点から、25℃で固形のワックスを含有する油性化粧料が好ましく、油性固形物である油性固形化粧料がより好ましい。また、本発明に係るオリゴエステルが有する良好な顔料分散性による効果が発揮される点から、メイクアップ化粧料等の顔料を含有する化粧料であることも好ましい。
- [0091] なかでも、本発明に係る化粧料としては、ワックス溶解性や顔料分散性のみならず、本発明に係るオリゴエステルが有する水分と接触させることで塗

布面のつやが向上する効果が十分に発揮される点から、口紅、リップグロス等の口唇に塗布される口唇化粧料であることが好ましく、25℃で固体であるワックスを含有する口唇化粧料であることがより好ましく、油性固形物である油性固形口唇化粧料であることがより好ましい。口唇は、唾液や呼気中の水蒸気といった水分に常に晒されている部位であり、また、口唇はすり合わされるため、口唇に塗布された口唇化粧料は、水分と接触しやすい状態にある。そのような状態にある口唇に、本発明に係るオリゴエステルを含有する口唇化粧料を塗布した場合、オリゴエステルが唾液や呼気中の水蒸気といった水分と接触するため、塗布直後よりも塗布面のつやが視覚的に向上する。

したがって、本発明に係るオリゴエステルは、化粧料に含有させることによって、化粧料の塗布面のつやを向上させる方法に使用することができる。

特に、本発明に係るオリゴエステルは、口唇化粧料の塗布面のつやを向上させる方法の使用に有用である。

[0092] 本発明に係る化粧料は、通常の方法に従って製造することができ、スティック、ペースト、クリーム、ジェル、液状等のいずれの形態にもすることができる。本発明に係る化粧料の形状としては、本発明に係るオリゴエステルが有する油性固形物の硬度維持作用が十分に発揮できる点から、油性固形物であることが好ましい。なお、本発明に係るオリゴエステルは、剤型に制限されず、一般的な化粧料に配合することもできる。

[0093] 本発明に係る化粧料が口唇化粧料である場合には、例えば、本発明に係るオリゴエステルと25℃で固形のワックスとその他の成分を全て均一になるように加熱混合した後、得られた液状又はペースト状の混合物を、所望の形状にするための容器に充填して冷却する。これにより、所望の形状の口唇化粧料が得られる。なお、原料成分は全て一度に混合してもよく、順次混合してもよい。口唇化粧料が油性固形物の場合、本発明に係るオリゴエステルが含有されていることにより、硬度の経時的低下が抑制され、当該オリゴエステル未配合のものよりも長期間形状が維持され、保存安定性に優れている。

本発明に係る化粧料は、固形に限らず、ワックスを配合する剤型であれば、半固形状（ゲル状、ペースト状、軟膏状）及び液状であっても、保存安定性が良好である。また、口唇化粧料としては、口紅以外にも、下塗り用化粧料や、リップグロス、リップカラー等と称される仕上げ用の艶出し化粧料とすることができる。

[0094] 口唇化粧料の場合、本発明に係る化粧料中の前記その他の油性成分の含有量（質量）としては、化粧料全体の総質量に対して、0.1～90質量％が好ましく、10～70質量％がより好ましく、15～70質量％がさらに好ましい。

実施例

[0095] 以下、本発明を実施例により更に詳細に説明する。本発明の範囲は、かかる実施例に限定されないことはいうまでもない。なお、以下の実施例において、部及び％は、特に断りのない限り質量部又は質量％を表す。

[0096] 以降の実験において、エステル化反応生成物の酸価、ケン化価、及び水酸基価の測定は、医薬部外品原料規格2006に準じて行った。

[0097] [実施例1] オリゴエステルの製造

攪拌機、温度計、窒素ガス吹込管及び水分分離器を備えた1L容の四つ口フラスコに、グリセリン165.4g、コハク酸（純度：99.5％、商品名「こはく酸」、富士フィルム和光純薬社製）137.9g、カプリル酸（純度：99質量％以上、商品名「PALMAC99-08」、IOI Acidchem製）268.0g、及びカプリン酸（純度：99質量％以上、商品名「PALMAC99-10」、IOI Acidchem製）178.7gを仕込み、窒素気流下、230～240℃に加熱し、生成した水を除去しながら、約20時間エステル化反応を行った。反応終了後、過剰の酸を除去し、目的のエステル化物（オリゴエステル）を得た。

得られたオリゴエステルの酸価は0.4mg KOH/gであり、ケン化価は447であり、水酸基価8.9mg KOH/gであった。

[0098] [実施例2～8及び比較例1～3] オリゴエステルの製造

表 1 ～ 3 のモル量及び仕込み量で、実施例 1 のエステル化物の製造と同様に、実施例 2 ～ 8、及び比較例 1 ～ 3 のエステル化物を製造した。

[0099] [表1]

表 1 エステル化反応の仕込み量									
成分	成分	実施例 1		実施例 2		実施例 3		実施例 4	
		質量 [g]	モル 量	質量 [g]	モル 量	質量 [g]	モル 量	質量 [g]	モル 量
A	グリセリン	165.4	1.00	191.9	1.00	173.4	1.00	183.7	1.00
B	コハク酸	137.9	0.65	172.3	0.70	166.8	0.75	188.4	0.80
C	カプリル酸	268.0	1.04	291.5	0.97	245.9	0.91	256.8	0.89
D	カプリン酸	178.7	0.58	194.3	0.54	163.9	0.51	171.1	0.50
成分 (C) と成分 (D) の 質量比 [(C):(D)]		60:40		60:40		60:40		60:40	
酸価 [mg KOH/g]		0.4		0.7		1.0		3.6	
ケン化価 [mg KOH/g]		447		461		467		484	
水酸基価 [mg KOH/g]		8.9		6.3		1.4		9.4	

[0100] [表2]

表 2 エステル化反応の仕込み量									
成分	成分	実施例 5		実施例 6		実施例 7		実施例 8	
		質量 [g]	モル 量	質量 [g]	モル 量	質量 [g]	モル 量	質量 [g]	モル 量
A	グリセリン	176.6	1.00	182.5	1.00	179.6	1.00	177.7	1.00
B	コハク酸	158.6	0.70	163.8	0.70	161.2	0.70	182.3	0.80
C	カプリル酸	414.9	1.50	50.3	0.18	245.5	0.87	39.0	0.14
D	カプリン酸	0	0	453.4	1.33	164.7	0.49	351.0	1.06
成分 (C) と成分 (D) の 質量比 [(C):(D)]		100:0		10:90		59.8:40.2		10:90	
酸価 [mg KOH/g]		0.6		1.6		0.5		1.7	
ケン化価 [mg KOH/g]		482		432		463		452	
水酸基価 [mg KOH/g]		16.5		7.3		35.0		1.2	

[0101]

[表3]

表 3 エステル化反応の仕込み量							
成分	成分	比較例 1		比較例 2		比較例 3	
		質量 [g]	モル量	質量 [g]	モル量	質量 [g]	モル量
A	グリセリン	179.2	1.00	199.8	1.00	180.7	1.00
B	コハク酸	126.4	0.55	179.3	0.70	162.2	0.70
C	カプリル酸	326.6	1.16	222.5	0.711	0	0
D	カプリン酸	217.8	0.65	148.4	0.40	507.1	1.5
成分 (C) と成分 (D) の質量比 [(C):(D)]		60:40		60:40		0:100	
酸価 [mg KOH/g]		1.1		0.6		0.4	
ケン化価 [mg KOH/g]		425		469		427	
水酸基価 [mg KOH/g]		10.9		84		13.4	

[0102] [試験例 1] オリゴエステルの評価

実施例 1～8 及び比較例 1～3 でえられたエステル化物を試験油剤として、各オリゴエステルのワックス溶解性、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果、低温安定性、及び顔料分散性について評価した。比較例 4～8 において、比較対象として、化粧品用原料として汎用的に用いられる油剤であるリンゴ酸ジイソステアリル、トリイソステアリン酸ポリグリセリル 2、トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル、ラウロイルグルタミン酸ジ（フィトステリル／オクチルドデシル）、及びヒマシ油を、各々、試験油剤として用いた。

[0103] 評価試料を調製するために、セレシンワックス（商品名「CERESIN #810」、日興リカ（株）製）、トリエチルヘキサノイン（商品名「T. I. O」、日清オイリオグループ（株）製）、イソノナン酸イソトリデシル（商品名「サラコス913」、日清オイリオグループ（株）製）、水添ポリデセン（商品名「ノムコートHP-30」、日清オイリオグループ（株）製）、リンゴ酸ジイソステアリル（商品名「コスモール222」、日清オイリオグループ（株）製）、トリイソステアリン酸ポリグリセリル 2（商品名「コスモール43V」、日清オイリオグループ（株）製）、トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル（商品名「O. D. O」、日清オイリオグループ（株）製）を用いた。

プ（株）製）、ヒマシ油（商品名「ヒマシ油マルトクA」、伊藤製油（株）製）、ラウロイルグルタミン酸ジ（フィトステリル／オクチルドデシル）（商品名「エルデュウPS-203」、味の素（株）製）を、それぞれ用いた。

[0104] ＜ワックス溶解性の評価＞

2成分系評価として、セレシンワックス0.5g及び試験油剤4.5gを13.5mL容のスクリー管に秤量し、110℃に加熱して融解混合した溶解状態を、目視で確認した。

混合系評価として、セレシンワックス0.5g、試験油剤1.5g、トリエチルヘキサノイン1.65g、イソノナン酸イソトリデシル0.6g、及び水添ポリデセン0.75gを13.5mL容のスクリー管に秤量し、110℃に加熱して融解混合した溶解状態を、目視で確認した。

なお、2成分系評価の方が、ワックス溶解性が高いことから、油性固形物とする際に品質安定面において好適である。

各試験油剤のワックス溶解性は、下記の評価基準に従い評価した。評価がa又はbの場合、ワックス溶解性が高いと判断した。

[0105] ワックス溶解性の評価基準；

- a：2成分系評価で透明溶解している
- b：混合系評価で透明溶解している
- c：透明溶解しない

[0106] ＜水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果の評価試験＞

試験油剤を水と接触させることで塗布面のつやが向上する効果について、専門パネル5名により、以下の方法で評価した。

試験油剤30μLを前腕部内側に人差し指で薄く塗布し、塗布面を30℃の流水に晒しながら、人差し指で20往復軽くこすった後、当該塗布面を流水から離れた。当該塗布面を振って水滴を落とした後、5分間静置して乾かした。乾かした後の塗布面のつやを、塗布直後の塗布面のつやと比較し、評価した。各試験油剤の水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果

は、下記の評価基準で評価し、評価が a 又は b の場合、つやが向上したと判断した。

[0107] 水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果の評価基準；

- 5：塗布直後よりもつやが向上した
- 4：塗布直後よりもつやがやや向上した
- 3：塗布直後とつやに変化なし
- 2：塗布直後よりもつやがやや減少した
- 1：塗布直後よりもつやが減少した

[0108] 水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果の評価；

- a：評価値（平均点）4.0以上5.0
- b：評価値（平均点）3.5以上4.0未満
- c：評価値（平均点）2.5以上3.5未満
- d：評価値（平均点）1.0以上2.5未満

[0109] <低温安定性の評価>

各試験油剤10gを13.5mL容のスクリー管にとり、0℃の環境下で1週間保存した後の結晶の析出の有無を、目視で観察した。

各試験油剤の低温安定性は、下記の評価基準に従い評価した。評価が a 又は b の場合、低温安定性が高いと判断した。

[0110] 低温安定性の評価基準；

- a：透明液状である
- b：わずかに結晶が析出した
- c：明らかな結晶析出が観察された

[0111] <顔料分散性の評価>

試験油剤4g及び酸化チタン（商品名「TIPAUQUE A-100」、石原産業（株）製）20gを混合し、次いでパルミチン酸オクチル（商品名「サラコスP-8」、日清オイリオグループ（株）製）を加えていき、全体が一つにまとまる点を湿潤点とし、全体に傾けたときに流れ始める点を流動点として、それぞれの点に達するまでに加えたパルミチン酸オクチルの量を

測定し、それぞれ湿潤点値、及び流動点値とした。

湿潤点値が低いほど、また、湿潤点値と流動点値の差が小さいほど、試験油剤の顔料分散性が高いといえる。

各試験油剤の顔料分散性は、下記の評価基準に従い評価した。評価が a 又は b の場合、顔料分散性が高いと判断した。

[0112] 顔料分散性の評価基準；

a：湿潤点が 2.0 g 未満かつ（〔流動点〕－〔湿潤点〕）が 3.0 g 未満

b：湿潤点が 2.0 g 未満かつ（〔流動点〕－〔湿潤点〕）3.0 g 以上 20

.0 g 未満 c：湿潤点が 2.0 g 以上かつ（〔流動点〕－〔湿潤点〕）20.

0 g 未満

d：湿潤点が 2.0 g 以上かつ（〔流動点〕－〔湿潤点〕）20.0 g 以上

[0113] [表4]

表 4 各種化合物の評価結果					
	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
評価化合物	実施例 1 の オリゴエス テル	実施例 2 の オリゴエス テル	実施例 3 の オリゴエス テル	実施例 4 の オリゴエス テル	実施例 5 の オリゴエス テル
ワックス溶解性	a	a	a	b	b
つや向上	3.6	4.2	3.8	4.0	4.4
つや向上評価	b	a	b	a	a
低温安定性	a	a	a	a	a
顔料分散性(湿潤点 〔g〕)	2.0	1.9	1.9	1.8	1.8
顔料分散性(流動点 －湿潤点〔g〕)	2.4	0.6	0.4	2.7	0.2
顔料分散性評価	a	a	a	a	a

[0114]

[表5]

表 5 各種化合物の評価結果						
	実施例 6	実施例 7	実施例 8	比較例 1	比較例 2	比較例 3
評価化合物	実施例 6 のオリゴ エステル	実施例 7 のオリゴ エステル	実施例 8 のオリゴ エステル	比較例 1 のオリゴ エステル	比較例 2 のオリゴ エステル	比較例 3 のオリゴ エステル
ワックス溶解性	a	b	a	a	c	a
つや向上	3.8	3.6	3.6	2.4	3.3	3.6
つや向上評価	b	b	b	d	c	b
低温安定性	b	a	b	a	a	c
顔料分散性（湿潤 点〔g〕）	1.7	1.8	1.6	1.9	1.9	1.7
顔料分散性（流動 点－湿潤点〔g〕）	0.8	0.4	1.1	3.4	0.7	1.8
顔料分散性評価	a	a	a	b	a	a

[0115] [表6]

表 6 各種化合物の評価結果					
	比較例 4	比較例 5	比較例 6	比較例 7	比較例 8
評価化合物	リンゴ酸ジ イソステア リル	トリーソ ステアリン酸 ポリグリセ リル－2	トリ（カプ リル酸／カ プリン酸） グリセリル	ラウロイルグ ルタミン酸ジ （フィトステ リル／オクチ ルドデシル）	ヒマシ油
ワックス溶解性	a	a	a	a	a
つや向上	2.6	3.0	2.0	2.0	2.4
つや向上評価	c	c	d	d	d
低温安定性	a	a	a	a	a
顔料分散性（湿潤 点〔g〕）	3.5	1.0	7.7	1.8	7.0
顔料分散性（流動 点－湿潤点〔g〕）	28.5	10.0	40.2	13.5	50.0
顔料分散性評価	d	b	d	b	d

[0116] <オリゴエステルの評価結果>

表 4～6 の結果からわかるように、本発明に係るオリゴエステル実施例 1～8 は、ワックス溶解性、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果、低温安定性に優れ、顔料分散性が良好であった。これに対して、比較例 1 のオリゴエステルは、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果がなく、比較例 2 のオリゴエステルは、ワックス溶解性が良好ではなく、比較例 3 のオリゴエステルは、低温安定性が良好ではないことが分かった。

。比較例3の結果から、炭素数10以上の直鎖脂肪酸のみで合成したオリゴエステルの場合、低温安定性が良好でないことが推察された。化粧品用原料として汎用的に用いられる比較例4～8の油剤は、水分と接触させることで塗布面のつやが向上する効果がなかった。また、比較例4、6、8の油剤は、顔料分散性も劣っていた。さらに、比較例8のヒマシ油は、天然物であり、品質の安定面で問題があった。

[0117] [実施例9～16、比較例9～15] 油性固形物

表7～9に示す処方にて、油性固形物を製造し、初期硬度及びサイクル試験後の硬度維持率を評価した。表7～9の原料組成における「%」は「質量%」を意味する。

[0118] <油性固形物の製造>

表7～9に記載に基づき、原料成分全てを100℃の加熱状態で攪拌混合し、これをポリカーボネート製容器（直径38mm、深さ17mm）に流し込み、室温まで冷却して、円柱状の油性固形物を製造した。

[0119] <硬度の評価>

ゲル硬度計（製品名「小型卓上試験機E Z - T e s t E Z - S X」、（株）島津製作所製）を用い、前記ポリカーボネート製容器内の油性固形物に、直径5mmの球状プランジャーを2.5mm押し込んだ際の最大応力（gf）を硬度とした。

[0120] <硬度維持率の評価>

製造された油性固形物について、25℃の恒温槽に24時間静置した後の硬度（初期硬度）と、5℃で12時間保存後に40℃で12時間保存するという工程を繰り返すサイクル保存試験を2週間行った後の油性固形物の硬度（保存試験後硬度）を測定し、初期硬度を100%とした時の保存試験後の硬度を硬度維持率（%）とした。

各油性固形物の硬度維持率は、下記の評価基準に従い評価した。評価がa又はbの場合、硬度維持率が高いと判断した。

[0121] 硬度維持率の評価基準；

a : 80%以上

b : 70%以上、80%未満

c : 70%未満

[0122] [表7]

表7 油性固形物の評価結果					
原料	実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12	実施例 13
実施例1のオリゴエステル[%]	30	—	—	—	—
実施例2のオリゴエステル[%]	—	30	—	—	—
実施例3のオリゴエステル[%]	—	—	30	—	—
実施例4のオリゴエステル[%]	—	—	—	30	—
実施例5のオリゴエステル[%]	—	—	—	—	30
セレシン[%]	15	15	15	15	15
トリエチルヘキサノイン[%]	30.2	30.2	30.2	30.2	30.2
イソノナン酸イソトリデシル[%]	11	11	11	11	11
水添ポリデセン[%]	13.8	13.8	13.8	13.8	13.8
合計[%]	100	100	100	100	100
硬度維持率 [%]	91	82	80	74	85
硬度維持率評価	a	a	a	b	a

[0123] [表8]

表8 油性固形物の評価結果					
原料	実施例 14	実施例 15	実施例 16	比較例 9	比較例 10
実施例6のオリゴエステル[%]	30	—	—	—	—
実施例7のオリゴエステル[%]	—	30	—	—	—
実施例8のオリゴエステル[%]	—	—	30	—	—
比較例1のオリゴエステル[%]	—	—	—	30	—
比較例3のオリゴエステル[%]	—	—	—	—	30
セレシン[%]	15	15	15	15	15
トリエチルヘキサノイン[%]	30.2	30.2	30.2	30.2	30.2
イソノナン酸イソトリデシル[%]	11	11	11	11	11
水添ポリデセン[%]	13.8	13.8	13.8	13.8	13.8
合計[%]	100	100	100	100	100
硬度維持率 [%]	80	85	71	62	84
硬度維持率評価	a	a	b	c	a

[0124] [表9]

表 9 油性固形物の評価結果					
原料	比較例 1 1	比較例 1 2	比較例 1 3	比較例 1 4	比較例 1 5
比較例 2 のオリゴエステル [%]	30	—	—	—	—
リンゴ酸ジイステアリル [%]	—	30	—	—	—
トリイステアリン酸ポリグリセリル — 2 [%]	—	—	30	—	—
トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリ セリル [%]	—	—	—	30	—
ラウロイルグルタミン酸ジ（フィトス テリル／オクチルドデシル） [%]	—	—	—	—	30
セレシン [%]	15	15	15	15	15
トリエチルヘキサノイン [%]	30. 2	30. 2	30. 2	30. 2	30. 2
イソノナン酸イソトリデシル [%]	11	11	11	11	11
水添ポリデセン [%]	13. 8	13. 8	13. 8	13. 8	13. 8
合計 [%]	100	100	100	100	100
硬度維持率 [%]	61	65	64	68	64
硬度維持率評価	c	c	c	c	c

[0125] ＜油性固形物の評価結果＞

表 7～9 の結果からわかるように、本発明に係るオリゴエステルが配合された油性固形物は、硬度維持率が良好であった。比較例 10 の油性固形物は、硬度維持率は良好であったが、当該油性固形物中に含まれる比較例 3 のオリゴエステルは低温安定性に劣るものであった。比較例 9、11～15 の油性固形物は、硬度維持率が悪かった。

[0126] [実施例 17～18、比較例 16～18] 口紅（スティックタイプ）

表 10 及び 11 に示す処方にて、口紅（スティックタイプ）を製造し、保存安定性と顔料分散性、使用感を評価した。表 10 及び 11 中の「%」は「質量%」を意味する。

[0127] ＜口紅（スティックタイプ）の原料＞

表 10 及び 11 の口紅（スティックタイプ）の原料として、合成ワックス（商品名「リップワックス A-4」、（株）日本ナチュラルプロダクツ製）合成ワックスとエチレン／プロピレンコポリマーの混合物（商品名「リップ

ワックスPZ80-20」、(株)日本ナチュラルプロダクツ製)、マイクロクリスタリンワックス(商品名「Multiwax W445」、SONNEBORN社製)、ワセリン(商品名「ノムコートW」、日清オイリオグループ(株)製)、ラウロイルグルタミン酸ジ(オクチルドデシル/フィトステリル/ベヘニル)(商品名「エルデュウPS-304」、味の素(株)製)、ラノリン(商品名「Ecolano LN-E」、日本精化(株)製)、水添ポリイソブテン(商品名「パールリーム18」、日油(株)製)、ジイソステアリン酸ポリグリセリル-2(商品名「コスモール42V」、日清オイリオグループ(株)製)、酸化チタン(商品名「TIPAQUE CR-50」、石原産業(株))を、それぞれ用いた。ラウロイルグルタミン酸ジ(フィトステリル/オクチルドデシル)、リンゴ酸ジイソステアリル、トリエチルヘキサノイン、イソノナン酸イソトリデシル、水添ポリデセン、セレシンワックスは、試験例1と同じものを用いた。

[0128] <口紅(スティックタイプ)の製造>

区分Cの着色料は、良く混合した後にロールミルにて分散した。区分A~Cの成分を100℃の加熱状態で攪拌混合して十分に均一にした後に、減圧にて脱泡し、これを砲弾型の口紅金型へ流し込み、室温まで冷却することによって口紅(スティックタイプ)を得た。また、同時にポリカーボネート製容器(直径38mm、深さ17mm)に流し込み、室温まで冷却して、円柱状の口紅を製造した。口紅(スティックタイプ)は、使用感評価に用いた。円柱状の口紅は、硬度測定、顔料分散性評価に用いた。

[0129] <硬度の評価>

ゲル硬度計(商品名「SD700」、(株)サン科学製)を用い、前記ポリカーボネート製容器内の口紅に、直径5mmの球状プランジャーを2.5mm押し込んだ際の最大応力(g)を硬度とした。

[0130] <保存安定性の評価>

各口紅について、硬度の変化を指標として、保存安定性を評価した。具体的には、前記の油性固形物と同様にして硬度維持率(%)を測定し、下記の

評価基準で保存安定性を評価した。硬度維持率が高いほど、保存安定性が高いと評価した。

各口紅の保存安定性は、下記の評価基準に従い評価した。評価が a 又は b の場合、保存安定性が高いと判断した。

[0131] 保存安定性の評価基準；

- a： 硬度維持率 85 % 以上
- b： 硬度維持率 75 % 以上、85 % 未満
- c： 硬度維持率 75 % 未満

[0132] <外観発色性の評価>

まず、色差計（商品名：「カラーリーダーCR-10」、コニカミノルタ（株）製）を用い、前記透明ポリカーボネート製容器内の口紅を測色した。次いで、容器から口紅を取り出し、ガラス板上にてヘラで良く練り込み、再度透明ポリカーボネート製容器に流し込み、同様にして測色した。L*a*b*表色系での、練り込み前後での色差（ ΔE ）を求め、色差が小さいほど、外観色と塗布色の変化が少なく、外観発色性が良いと評価した。

[0133] [数1]

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

[0134] <使用感の評価>

各口紅に対して、専門パネル5名により、「つきの良さ」、「のびの良さ」、「色ムラのなさ」、「ベタツキの低さ」等の各評価項目について、評価した。

各口紅の使用感は、下記の評価基準に従い評価した。評価が a 又は b の場合、使用感が良好であると判断した。

[0135] 使用感の評価基準；

- 5：良好である
- 4：やや良好である

3 : 普通である

2 : やや悪い

1 : 悪い

[0136] 使用感の評価 ;

a : 評価値 (平均点) 4. 0 以上 5. 0

b : 評価値 (平均点) 3. 5 以上 4. 0 未満

c : 評価値 (平均点) 2. 5 以上 3. 5 未満

d : 評価値 (平均点) 1. 0 以上 2. 5 未満

[0137]

[表10]

表 10 口紅（スティックタイプ）の評価結果				
区分	成分	実施例 17	比較例 16	比較例 17
A	合成ワックス[%]	7	7	7
	合成ワックスとエチレン／プロピレンコポリマーの混合物[%]	2	2	2
	マイクロクリスタリンワックス[%]	2	2	2
B	ワセリン[%]	2	2	2
	ラウロイルグルタミン酸ジ（オクチルドデシル／フィトステリル／ペヘニル）[%]	1	1	1
	実施例 2 のオリゴエステル[%]	15	—	—
	比較例 1 のオリゴエステル[%]	—	15	—
	ラウロイルグルタミン酸ジ（フィトステリル／オクチルドデシル）[%]	—	—	15
	リンゴ酸ジイソステアリル[%]	17	17	17
	トリエチルヘキサノイン[%]	18	18	18
	イソノナン酸イソトリデシル[%]	12	12	12
	水添ポリデセン[%]	16	16	16
C	リンゴ酸ジイソステアリル[%]	3	3	3
	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-2 [%]	2	2	2
	赤色 202 号[%]	0.5	0.5	0.5
	黄色 4 号アルミニウムレーキ[%]	0.3	0.3	0.3
	ベンガラ[%]	0.6	0.6	0.6
	酸化チタン[%]	1.6	1.6	1.6
合計[%]		100	100	100
硬度維持率 [%]		87	81	77
保存安定性		a	b	b
外観発色性（ ΔE ）		0.67	1.90	1.90
つきの良さ		a	d	b
のびの良さ		a	b	d
色ムラのなさ		a	b	d

[0138]

[表11]

表 1 1 口紅（スティックタイプ）の評価結果			
区分	成分	実施例 18	比較例 18
A	セレシン[%]	10	10
	ラノリン[%]	12	12
B	ワセリン[%]	5	5
	実施例 2 のオリゴエステル[%]	25	—
	リンゴ酸ジイソステアリル[%]	—	25
	トリエチルヘキサノイン[%]	15	15
	イソノナン酸イソトリデシル[%]	10	10
	水添ポリデセン[%]	9	9
	水添ポリイソブテン[%]	6	6
	リンゴ酸ジイソステアリル[%]	5	5
C	赤色 2 0 2 号[%]	0.5	0.5
	黄色 4 号アルミニウムレーキ[%]	0.3	0.3
	ベンガラ[%]	0.6	0.6
	酸化チタン[%]	1.6	1.6
	合計[%]	100	100
硬度維持率 [%]		90	71
保存安定性		a	c
つきの良さ		b	b
のびの良さ		a	d
ベタツキの低さ		a	c

[0139] ＜口紅（スティックタイプ）の評価結果＞

表 1 0 及び 1 1 の結果からわかるように、実施例 1 7 の口紅は、スティック状化粧料として保存安定性が良好で、外観発色性に優れ、つきやのびなどの使用感が良好で、色ムラなく塗布できるものであった。実施例 1 8 の口紅においても、保存安定性が良好で、つきやのびが良好でベタツキの低い良好な使用感であった。口紅は、温度変化が繰り返されると硬度が低下し、使用時にスティックが折れる問題が起きる可能性があるが、本発明に係るオリゴエステルを配合した化粧料では、保存時の硬度の低下が起きにくく、この懸念が低いことが確認された。

[0140] [実施例 19] リップグロス

表 12 に示す処方にて、リップグロスを製造した。表 12 中の「%」は「質量%」を意味する。

得られたリップグロスは、ペースト状で、塗布時に滑らかに塗布でき、塗膜に厚みがあり、塗布後につやが向上し、つやが長続きし、保存安定性が良好なものであった。塗布後につやが向上したのは、唾液や呼気中の水分が塗布面に接触したためと考えられる。

[0141] <リップグロスの原料>

表 12 のリップグロスの原料として、ペントイソステアリン酸ジペンタエリスリチル（商品名「サラコスDP-518N」、日清オイリオグループ（株）製）、テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル（商品名「サラコス5418V」、日清オイリオグループ（株）製）、及び（ベヘン酸／エイコサン二酸）グリセリル（商品名「ノムコートHK-G」、日清オイリオグループ（株）製）を、それぞれ用いた。

[0142] <リップグロスの製造>

区分 A の成分を 100℃ の加熱状態で攪拌混合して十分に均一にした後に、減圧にて脱泡し、室温まで冷却することによって、リップグロスを得た。

[0143] [表12]

表 12 リップグロスの処方		
区分	成分	実施例 19
A	実施例 2 のオリゴエステル[%]	40
	ペントイソステアリン酸ジペンタエリスリチル[%]	50
	テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル[%]	8
	（ベヘン酸／エイコサン二酸）グリセリル[%]	2
合計[%]		100

[0144] [実施例 20、比較例 19] クレンジングオイル

表 13 に示す処方にて、クレンジングオイルを製造し、使用感を評価した。表 13 中の「%」は「質量%」を意味する。

[0145] <クレンジングオイルの原料>

表13のクレンジングオイルの原料として、トリイソステアリン酸PEG-20グリセリル（商品名「サラコスGE-318」、日清オイリオグループ（株）製）、エチルヘキサン酸セチル（商品名「サラコス816T」、日清オイリオグループ（株）製）を、それぞれ用いた。（ベヘン酸／エイコサン二酸）グリセリルは、実施例19と同じものを用いた。

[0146] <クレンジングオイルの製造>

区分Aの成分を80℃の加熱状態で攪拌混合して十分に均一にした後に、攪拌混合しながら室温まで冷却することによって、クレンジングオイルを得た。

[0147] <保存安定性の評価>

各クレンジングについて、50℃に1か月保管した時の外観を指標として、保存安定性を評価した。具体的には、30mL容のスクリー管に入れたクレンジングオイルの上層に透明な分離層の有無を観察し、下記の評価基準で保存安定性を評価した。

[0148] 保存安定性の評価基準；

- a： 分離層がなく保存安定性が良好
- b： 明らかな分離層があり保存安定性が不良

[0149] <使用感の評価>

各クレンジングオイルに対して、専門パネル5名により、「塗布時の摩擦感」、「メイク落とし」、「すすぎ性」等の各評価項目について、評価した。

各クレンジングオイルの使用感は、下記の評価基準に従い評価した。評価がa又はbの場合、使用感が良好であると判断した。

[0150] 使用感の評価基準；

- 5：良好である
- 4：やや良好である
- 3：普通である
- 2：やや悪い

1 : 悪い

[0151] 使用感の評価 ;

a : 評価値 (平均点) 4. 0 以上 5. 0

b : 評価値 (平均点) 3. 5 以上 4. 0 未満

c : 評価値 (平均点) 2. 5 以上 3. 5 未満

d : 評価値 (平均点) 1. 0 以上 2. 5 未満

[0152] [表13]

表 1 3 クレンジングオイルの評価結果			
区分	成分	実施例 20	比較例 19
A	トリスステアリン酸 PEG-20 グリセリル [%]	20	20
	エチルヘキサン酸セチル [%]	59	79
	実施例 2 のオリゴエステル [%]	20	—
	(ベヘン酸 / エイコサン二酸) グリセリル [%]	1	1
合計 [%]		100	100
保存安定性		a	b
塗布時の摩擦感		a	c
メイク落とし		b	b
すすぎ性		a	d

[0153] <クレンジングオイルの評価結果>

表 1 3 の結果からわかるように、実施例 2 0 のクレンジングオイルは、クレンジングオイルとして保存安定性が良好で、塗布時に摩擦感が感じられず、メイク落とし性能に優れるものであった。摩擦感なくメイクとなじませることができることは、肌に刺激を与えない点で重要であり、スキンケアとして利点がある。メイクをなじませた後、流水で簡単に洗い流すことができるため、使用性が良好なクレンジングオイルであることが確認された。

[0154] [実施例 2 1] 油中水型ファンデーション

表 1 4 に示す処方にて、油中水型ファンデーションを製造した。表 1 4 中の「%」は「質量%」を意味する。

[0155] <油中水型ファンデーションの原料>

表 1 3 の油中水型ファンデーションの原料として、B G (商品名「1, 3

ーブチレングリコール」、(株)ダイセル製)、グリセリン(商品名「化粧品用濃グリセリン」、阪本薬品工業(株)製)、トリポリヒドロキシステアリン酸ジペンタエリスリチル(商品名「サラコスWO-6」、日清オイリオグループ(株)製)、ジメチコン(商品名「KF-96A-6cs」、信越化学工業(株)製)、メトキシケイヒ酸エチルヘキシル(商品名「ノムコートTAB」、日清オイリオグループ(株)製)、ポリヒドロキシステアリン酸(商品名「サラコスHS-6C」、日清オイリオグループ(株)製)、ジステアルジモニウムヘクトライト(商品名「ベントン38V」、ELEMENTIS社製)、セチルジメチコンコポリオール(商品名「ABILEM 90」、Evonik Operations GmbH社製)、PEG-10ジメチコン(商品名「KF-6017」、信越化学工業(株)製)、セタノール(商品名「カルコール6870」、花王(株)製)、ベヘニルアルコール(商品名「カルコール220-80」、花王(株)製)、微粒子酸化チタン分散体(商品名「コスメサーブWP-UF(V)」)、大日本化成(株)製)、微粒子酸化亜鉛分散体(商品名「コスメサーブWPA-STD(V)-2」、大日本化成(株)製)、(ジメチコン/メチコン)コポリマー処理粉体(大東化成工業(株)製)、ポリメタクリル酸メチル(商品名「マツモトマイクロスフェアM-100」、松本油脂製薬(株)製)、トコフェロール(商品名「トコフェロール100」、日清オイリオグループ(株)製)を、それぞれ用いた。トリエチルヘキサノイン、エチルヘキサン酸セチル、水添ポリデセンは、試験例1と同じものを用いた。酸化チタンは、実施例17と同じものを用いた。

[0156] <油中水型ファンデーションの製造>

区分A、Bの成分をそれぞれ70℃の加熱状態で攪拌混合した後に、区分Bに区分Aを投入してホモミキサーにて乳化、分散し、冷却することによって油中水型ファンデーションを得た。

[0157]

[表14]

表 1 4 油中水型ファンデーションの処方		
区分	成分	実施例 2 1
A	水 [%]	20. 75
	B G [%]	5
	グリセリン [%]	4
	塩化 N a [%]	1
	メチルパラベン [%]	0. 1
B	実施例 2 のオリゴエステル [%]	5
	トリポリヒドロキシステアリン酸ジペンタエリスリチル [%]	0. 5
	トリエチルヘキサノイン [%]	5
	ジメチコン [%]	4
	メトキシケイヒ酸エチルヘキシル [%]	5
	エチルヘキサン酸セチル [%]	3
	水添ポリデセン [%]	5
	ポリヒドロキシステアリン酸 [%]	0. 3
	ジステアルジモニウムヘクトライト [%]	2
	セチルジメチコンコポリオール [%]	3
	P E G - 1 0 ジメチコン [%]	2
	セタノール [%]	3. 5
	ベヘニルアルコール [%]	2
	微粒子酸化チタン分散体 [%]	9
	微粒子酸化亜鉛分散体 [%]	8
	酸化チタン [%]	3
	(ジメチコン／メチコン) コポリマー処理タルク [%]	5
	ポリメタクリル酸メチル [%]	2
	(ジメチコン／メチコン) コポリマー処理酸化鉄 (赤) [%]	0. 26
	(ジメチコン／メチコン) コポリマー処理酸化鉄 (黒) [%]	0. 24
	(ジメチコン／メチコン) コポリマー処理酸化鉄 (黄) [%]	1. 2
	プロピルパラベン [%]	0. 05
	トコフェロール [%]	0. 1
合計 [%]		100

[0158] <油中水型ファンデーションの評価結果>

実施例 2 1 の油中水型ファンデーションは、クリーム状で、塗布時に滑らかに塗布でき、均一で色ムラのない塗膜ができ、つやのある綺麗な仕上がりで、保湿感が良好なものであった。

[0159] [実施例 2 2] ヘアオイル

表 1 5 に示す処方にて、ヘアオイルを製造した。表 1 5 中の「%」は「質量%」を意味する。

[0160] <ヘアオイルの原料>

表 1 5 のヘアオイルの原料として、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール（商品名「エステモール N-O 1」、日清オイリオグループ（株）製）、ジメチコン（商品名「KF-96A-10cs」、信越化学工業（株）製）、オレイン酸フィトステリル（商品名「サラコス P O」、日清オイリオグループ（株）製）およびイソドデカン（商品名「マルカゾール R」、丸善石油化学（株）製）、を、それぞれ用いた。トリポリヒドロキシステアリン酸ジペンタエリスリチル、トコフェロールは、実施例 2 1 と同じものを用いた。

[0161] <ヘアオイルの製造>

区分 A の成分をそれぞれ室温で攪拌混合し、均一に透明溶解させることによってヘアオイルを得た。

[0162] [表15]

表 1 5 ヘアオイルの処方		
区分	成分	実施例 22
A	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール[%]	34.8
	実施例 2 のオリゴエステル[%]	10
	トリポリヒドロキシステアリン酸ジペンタエリスリチル[%]	5
	オレイン酸フィトステリル[%]	5
	ジメチコン[%]	5
	トコフェロール[%]	0.2
	イソドデカン[%]	40
合計[%]		100

[0163] <ヘアオイルの評価結果>

実施例 2 2 のヘアオイルは、髪になじみやすく、べたつかない使用感で、指通りがよく、まとまりがよく、毛並みが整い、つや感のある仕上がりがあるものであった。

[0164] [実施例 2 3] 固形粉末状ファンデーション

表 1 6 に示す処方にて、固形粉末状ファンデーションを製造した。表 1 6 中の「%」は「質量%」を意味する。

[0165] <固形粉末状ファンデーションの原料>

表 1 6 の固形粉末状ファンデーションの原料として、シリコン処理赤色酸化鉄（商品名「S I O 1 - 2 R E D R - 5 1 6 L」、大東化成工業（株）製）、シリコン処理黄色酸化鉄（商品名「S I O 1 - 2 Y E L L O W L L X L O」、大東化成工業（株）製）、シリコン処理黒色酸化鉄（商品名「S I O 1 - 2 B L A C K B L - 1 0 0」、大東化成工業（株）製）、セリサイト（商品名「セリサイト F S E」、ジャパンセリサイト（株）製）、シリコン処理マイカ（商品名「S I - M i c a M 3 0 2」、三好化成（株）製）、タルク（商品名「タルク J A - 4 6 R」、浅田製粉（株）製）、ポリメタクリル酸メチル（商品名「マツモトマイクロスフェア M - 1 0 0」、松本油脂製薬（株）製）、スクワラン（商品名「フィトスクワラン」、S O P H I M 社製）、ジメチコン（商品名「K F - 9 6 A - 2 0 c s」、信越化学工業（株）製）、ワセリン（商品名「ノムコート W」、日清オイリオグループ（株）製）を、それぞれ用いた。酸化チタンは、実施例 1 7 と同じものを用いた。

[0166] <固形粉末状ファンデーションの製造>

区分 A の成分を混合分散し、5 0 ° C で加熱混合した区分 B の成分を添加し、混合粉碎し、金皿に圧縮成形させることによって固形粉末状ファンデーションを得た。

[0167]

[表16]

表 1 6 固形粉末状ファンデーションの処方		
区分	成分	実施例 23
A	酸化チタン[%]	5
	シリコン処理赤色酸化鉄[%]	0.5
	シリコン処理黄色酸化鉄[%]	1.2
	シリコン処理黒色酸化鉄[%]	0.1
	セリサイト[%]	50
	シリコン処理マイカ[%]	20
	タルク[%]	4.7
	ポリメタクリル酸メチル[%]	2
	パラオキシ安息香酸メチル[%]	0.5
	実施例2のオリゴエステル[%]	10
B	スクワラン[%]	3
	ワセリン[%]	1
	ジメチコン[%]	2
	合計[%]	100

[0168] <固形粉末状ファンデーションの評価結果>

実施例23の固形粉末状ファンデーションは、カバー効果に優れ、しっとりとした質感で乾燥感を感じないものであった。

[0169] [実施例24] 水中油型乳化保湿クリーム

表17に示す処方にて、水中油型乳化保湿クリームを製造した。表17中の「%」は「質量%」を意味する。

[0170] <水中油型乳化保湿クリームの原料>

表17の水中油型乳化保湿クリームの原料として、ステアリン酸ポリグリセリルー10（商品名「サラコスPGMSV」、日清オイリオグループ（株）製）、ジステアリン酸ポリグリセリルー10（商品名「サラコスPGDSV」、日清オイリオグループ（株）製）、ステアリン酸グリセリル（SE）（商品名「LASEMUL92AE」、Industrial Quimica Lasem, S. A. U. 社製）、カルボマー（商品名「カーボポール980」、ルーブリゾール・アドバンスト・マテリアルズ社製）、キサンタンガム（商品名「ノムコートZZ」、日清オイリオグループ（株）製）、

ジメチコン（商品名「KF-96A-100cs」、信越化学工業（株）製）、ヘキサ（ヒドロキシステアリン酸／ステアリン酸／ロジン酸）ジペンタエリスリチル（商品名「コスモール168ARV」、日清オイリオグループ（株）製）、セタノール（商品名「カルコール6870」、花王（株）製）、ミツロウ（商品名「脱臭紺印晒蜜蝋」、三木化学工業（株）製）を、それぞれ用いた。グリセリン、BGは、実施例21と同じものを用いた。スクワランは実施例23と同じものを用いた。

[0171] ＜水中油型乳化保湿クリームの製造＞

区分A、Bの成分をそれぞれ70℃の加熱状態で攪拌混合した後に、区分Aに区分Bを投入してホモミキサーにて乳化、分散した。30℃まで冷却した後に区分Cを投入し、均一になるまで攪拌することによって水中油型乳化保湿クリームを得た。

[0172] [表17]

表 17 水中油型乳化保湿クリームの処方		
区分	成分	実施例 24
A	ステアリン酸ポリグリセリル-10 [%]	0.8
	ジステアリン酸ポリグリセリル-10 [%]	0.2
	ステアリン酸グリセリル (SE) [%]	0.2
	グリセリン [%]	5
	BG [%]	10
	メチルパラベン [%]	0.2
	カルボマー [%]	0.2
	キサントガム [%]	0.1
	水 [%]	58.8
B	実施例2のオリゴエステル [%]	10
	ジメチコン [%]	0.5
	スクワラン [%]	2
	ヘキサ（ヒドロキシステアリン酸／ステアリン酸／ロジン酸）ジペンタエリスリチル [%]	4
	セタノール [%]	2
	ミツロウ [%]	1
C	1%水酸化Na [%]	5
合計 [%]		100

[0173] <水中油型乳化保湿クリームの評価結果>

実施例 2 4 の水中油型乳化保湿クリームは、肌なじみがよく、保湿感が長時間持続し、保存安定性が良好なものであった。

産業上の利用可能性

[0174] 本発明に係るオリゴエステルは、化粧品、医薬品、文房具を製造するための素材として利用することができる。

請求の範囲

[請求項1] 下記の成分（A）と、成分（B）と、成分（C）とをエステル化反応することにより得られるオリゴエステルであって、

前記エステル化反応が、前記成分（A）1モルに対して、前記成分（B）を0.65～0.8モルと、前記成分（C）を1.2～1.7モルとをエステル化反応するものであり、

前記オリゴエステルは、酸価が5 mg KOH/g以下であり、ケン化価が420～510 mg KOH/gであり、水酸基価が60 mg KOH/g以下であることを特徴とする、オリゴエステル。

成分（A）：グリセリン。

成分（B）：炭素数2～12の二価カルボン酸。

成分（C）：カプリル酸、エチルヘキサン酸、イソノナン酸、イソパルミチン酸、及びイソステアリン酸からなる群より選択される1種又は2種以上の脂肪酸。

[請求項2] 下記の成分（A）と、成分（B）と、成分（C）と、成分（D）をエステル化反応することにより得られるオリゴエステルであって、

前記エステル化反応が、前記成分（A）1モルに対して、前記成分（B）を0.65～0.8モルと、前記成分（C）と前記成分（D）の合計量を1.2～1.7モルとをエステル化反応するものであり、

前記エステル化反応に用いられる前記成分（C）と前記成分（D）との質量比が、成分（C）：成分（D）＝99.9：0.1～10：90であり、

前記オリゴエステルは、酸価が5 mg KOH/g以下であり、ケン化価が420～510 mg KOH/gであり、水酸基価が60 mg KOH/g以下であることを特徴とする、オリゴエステル。

成分（A）：グリセリン。

成分（B）：炭素数2～12の二価カルボン酸。

成分（C）：カプリル酸、エチルヘキサン酸、イソノナン酸、イソ

パルミチン酸、及びイソステアリン酸からなる群より選択される１種又は２種以上の脂肪酸。

成分（Ｄ）：炭素数１０～２４の直鎖飽和脂肪酸から選ばれる１種又は２種以上の脂肪酸。

[請求項３] 前記成分（Ｄ）が、カプリン酸である、請求項２に記載のオリゴエステル。

[請求項４] 前記成分（Ｃ）が、カプリル酸である、請求項１または２に記載のオリゴエステル。

[請求項５] 前記成分（Ｂ）が、コハク酸である、請求項１または２に記載のオリゴエステル。

[請求項６] 請求項１または２に記載のオリゴエステルを含有する、油性組成物。

[請求項７] さらに、２５℃で固体であるワックスを含有する、請求項６に記載の油性組成物。

[請求項８] 固形物である、請求項６に記載の油性組成物。

[請求項９] 半固形状である、請求項６に記載の油性組成物。

[請求項１０] 請求項１または２に記載のオリゴエステルを含有する、化粧品。

[請求項１１] さらに、２５℃で固体であるワックスを含有する、請求項１０に記載の化粧品。

[請求項１２] 前記化粧品が、口唇化粧品である、請求項１０に記載の化粧品。

[請求項１３] 請求項１または２に記載のオリゴエステルを含有する、文房具。

[請求項１４] クレヨンである、請求項１３に記載の文房具。

[請求項１５] グリセリン１モルに対して、０．６５～０．８モルのコハク酸と１．２～１．７モルの脂肪酸とをエステル化反応してオリゴエステルを製造し、

前記脂肪酸が、カプリル酸及びカプリン酸を含有し、カプリル酸とカプリン酸との質量比が、カプリル酸：カプリン酸＝９９：１～１０：９０であり、

前記オリゴエステルは、酸価が 10 mg KOH/g 以下であり、ケン化価が $420\sim510\text{ KOH/g}$ であり、水酸基価が 60 mg KOH/g 以下であることを特徴とする、オリゴエステルの製造方法。

[請求項16] 請求項1または2に記載のオリゴエステルからなる硬度維持剤であって、 25°C で固体であるワックスを含有する油性固形物の硬度維持剤。

[請求項17] 請求項1または2に記載のオリゴエステルを、 25°C で固体であるワックスを含有する油性固形物に含有させることによって、油性固形物の硬度を維持する方法。

[請求項18] 請求項1または2に記載のオリゴエステルを化粧料に含有させることによって、化粧料の塗布面のつやを向上させる方法。

[請求項19] 前記化粧料が、口唇化粧料である、請求項18に記載のつやを向上させる方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/006436

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C07C 69/40(2006.01)i; **A61K 8/37**(2006.01)i; **A61Q 1/00**(2006.01)i; **A61Q 17/04**(2006.01)i; **A61Q 19/00**(2006.01)i;
C07C 67/08(2006.01)i; **C07C 69/30**(2006.01)i; **C11C 3/02**(2006.01)i
 FI: C07C69/40; A61K8/37; A61Q1/00; A61Q17/04; A61Q19/00; C07C67/08; C07C69/30; C11C3/02

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)

C07C69/40; A61K8/37; A61Q1/00; A61Q17/04; A61Q19/00; C07C67/08; C07C69/30; C11C3/02

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

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023
 Registered utility model specifications of Japan 1996-2023
 Published registered utility model applications of Japan 1994-2023

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

CAplus/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 06-093288 A (THE NISSHIN OIL MILLS, LTD.) 05 April 1994 (1994-04-05) claims, paragraphs [0007], [0011]-[0013], examples	2, 4-12, 16-19
Y		7, 11, 12, 17-19
A		1, 3, 13-15
X	JP 55-104231 A (DYNAMIT NOBEL AG) 09 August 1980 (1980-08-09) claims, page 2, upper right column, line 16 to lower left column, line 7, page 3, upper right column, line 12 to lower left column, line 2, examples	1-6, 8-10, 15, 16
Y		7, 11, 12, 17-19
A		13, 14
A	JP 2005-041873 A (GOLDSCHMIDT AG) 17 February 2005 (2005-02-17) entire text	1-19
A	WO 2021/246862 A1 (PETROLIAM NASIONAL BERHAD) 09 December 2021 (2021-12-09) entire text	1-19

☒ 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

27 April 2023

Date of mailing of the international search report

16 May 2023

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/006436

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2015/019200 A1 (SILGAN HOLDINGS INC.) 12 February 2015 (2015-02-12) entire text	1-19
A	US 2017/0137366 A1 (EVONIK DEGUSSA GMBH) 18 May 2017 (2017-05-18) entire text	1-19
A	WO 2008/013106 A1 (THE NISSHIN OILIO GROUP, LTD.) 31 January 2008 (2008-01-31) entire text	1-19
A	JP 59-027807 A (SHISEIDO KK) 14 February 1984 (1984-02-14) entire text	1-19
A	JP 56-045404 A (SHISEIDO KK) 25 April 1981 (1981-04-25) entire text	1-19
A	JP 56-032408 A (SHISEIDO KK) 01 April 1981 (1981-04-01) entire text	1-19
A	AGACH, Mickael et al. Acyl Poly(Glycerol-Succinic Acid) Oligoesters: Synthesis, Physicochemical and Functional Properties, and Biodegradability. Journal of Surfactants and Detergents. 01 August 2016, vol. 19, issue 5, pp. 933-941 entire text	1-19

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2023/006436

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	06-093288	A	05 April 1994	US 5436006 A claims, column 2, lines 34-56, column 3, line 53 to column 5, line 2, examples	
JP	55-104231	A	09 August 1980	US 4366100 A claims, column 1, lines 22-34, column 2, lines 46-57, examples EP 14308 A2 DE 2904164 A1	
JP	2005-041873	A	17 February 2005	US 2005/0031580 A1 EP 1500427 A2 DE 10333443 A CN 1575848 A	
WO	2021/246862	A1	09 December 2021	AU 2021285699 A1	
WO	2015/019200	A1	12 February 2015	US 2016/0185898 A1 EP 3030597 B1	
US	2017/0137366	A1	18 May 2017	EP 3168251 A1 CN 107011164 A	
WO	2008/013106	A1	31 January 2008	US 2009/0324519 A1 EP 2048178 A1 CN 101495538 A KR 10-2009-0038007 A	
JP	59-027807	A	14 February 1984	(Family: none)	
JP	56-045404	A	25 April 1981	(Family: none)	
JP	56-032408	A	01 April 1981	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C07C 69/40(2006.01)i; A61K 8/37(2006.01)i; A61Q 1/00(2006.01)i; A61Q 17/04(2006.01)i; A61Q 19/00(2006.01)i; C07C 67/08(2006.01)i; C07C 69/30(2006.01)i; C11C 3/02(2006.01)i FI: C07C69/40; A61K8/37; A61Q1/00; A61Q19/00; A61Q17/04; C07C69/30; C07C67/08; C11C3/02		
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）） C07C69/40; A61K8/37; A61Q1/00; A61Q17/04; A61Q19/00; C07C67/08; C07C69/30; C11C3/02 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 1971-2023年 日本国実用新案登録公報 1996-2023年 日本国登録実用新案公報 1994-2023年		
国際調査で利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） CAplus/REGISTRY (STN)		
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
X Y A	JP 06-093288 A（日清製油株式会社）05.04.1994（1994-04-05） 特許請求の範囲，[0007]，[0011]－[0013]，実施例	2, 4-12, 16-19 7, 11, 12, 17-19 1, 3, 13-15
X Y A	JP 55-104231 A（ダイナミート・ノーベル・アクチエンゲゼルシャフト）09.08.1980 （1980-08-09） 特許請求の範囲，第2頁右上欄第16行－左下欄第7行，第3頁右上欄第12行 －左下欄第2行，実施例	1-6, 8-10, 15, 16 7, 11, 12, 17-19 13, 14
A	JP 2005-041873 A（ゴールドシュミット アーゲー）17.02.2005（2005-02-17） 全文	1-19
A	WO 2021/246862 A1（PETROLIAM NASIONAL BERHAD）09.12.2021（2021-12-09） 全文	1-19
☒ 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、一般的な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抵 触するものではなく、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 27.04.2023		国際調査報告の発送日 16.05.2023
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		権限のある職員（特許庁審査官） 大木 みのり 4H 4871 電話番号 03-3581-1101 内線 3443

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
A	WO 2015/019200 A1 (SILGAN HOLDINGS INC.) 12.02.2015 (2015 - 02 - 12) 全文	1-19
A	US 2017/0137366 A1 (EVONIK DEGUSSA GMBH) 18.05.2017 (2017 - 05 - 18) 全文	1-19
A	WO 2008/013106 A1 (日清オイリオグループ株式会社) 31.01.2008 (2008 - 01 - 31) 全文	1-19
A	JP 59-027807 A (株式会社資生堂) 14.02.1984 (1984 - 02 - 14) 全文	1-19
A	JP 56-045404 A (株式会社資生堂) 25.04.1981 (1981 - 04 - 25) 全文	1-19
A	JP 56-032408 A (株式会社資生堂) 01.04.1981 (1981 - 04 - 01) 全文	1-19
A	AGACH, Mickael et al., Acyl Poly(Glycerol-Succinic Acid) Oligoesters: Synthesis, Physicochemical and Functional Properties, and Biodegradability, Journal of Surfactants and Detergents, 2016.08.01, Volume 19, Issue 5, pp. 933-941 全文	1-19

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2023/006436

引用文献			公表日	パテントファミリー文献			公表日
JP	06-093288	A	05.04.1994	US	5436006	A	
				特許請求の範囲，第 2 欄第 3 4 - 5 6 行，第 3 欄第 5 3 行 - 第 5 欄第 2 行，実施例			
JP	55-104231	A	09.08.1980	US	4366100	A	
				特許請求の範囲，第 1 欄第 2 2 - 3 4 行，第 2 欄第 4 6 - 第 5 7 行，実施例			
				EP	14308	A2	
				DE	2904164	A1	
JP	2005-041873	A	17.02.2005	US	2005/0031580	A1	
				EP	1500427	A2	
				DE	10333443	A	
				CN	1575848	A	
WO	2021/246862	A1	09.12.2021	AU	2021285699	A1	
WO	2015/019200	A1	12.02.2015	US	2016/0185898	A1	
				EP	3030597	B1	
US	2017/0137366	A1	18.05.2017	EP	3168251	A1	
				CN	107011164	A	
WO	2008/013106	A1	31.01.2008	US	2009/0324519	A1	
				EP	2048178	A1	
				CN	101495538	A	
				KR	10-2009-0038007	A	
JP	59-027807	A	14.02.1984	(ファミリーなし)			
JP	56-045404	A	25.04.1981	(ファミリーなし)			
JP	56-032408	A	01.04.1981	(ファミリーなし)			