

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-327952

(P2006-327952A)

(43) 公開日 平成18年12月7日(2006.12.7)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>A 6 1 K 8/06 (2006.01)</b>	A 6 1 K 7/00 N	4 C 0 8 3
<b>A 6 1 K 8/30 (2006.01)</b>	A 6 1 K 7/00 C	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2005-150445 (P2005-150445)	(71) 出願人	000001959 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号
(22) 出願日	平成17年5月24日 (2005.5.24)	(74) 代理人	100092901 弁理士 岩橋 祐司
		(72) 発明者	樋渡 幸三 神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号 株式会社資生堂リサーチセンター (新横浜) 内
		Fターム(参考)	4C083 AB032 AC022 AC072 AC122 AC182 AC241 AC302 AC342 AC352 AC442 AC532 AC542 AC582 AC661 AC791 AC792 AD152 AD492 BB04 BB05 DD33

(54) 【発明の名称】 水中油型乳化組成物及びその製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 簡便な製法により得られ、優れた経時安定性及び使用感触を有する幅広い粘度の水中油型乳化組成物を提供する。

【解決手段】 常温で液状の高級脂肪酸と、アニオン性界面活性剤とを含み、油性成分に対する、アニオン性界面活性剤以外の界面活性剤の含有量が質量比で0.2以下であり、平均乳化粒子径が400nm以下である水中油型乳化組成物。常温で液状の高級脂肪酸は、イソステアリン酸及び/又はオレイン酸であることが好適である。中和することでアニオン性の界面活性を発現する化合物を含む油相と、水相とを、アニオン性の界面活性が発現しない酸性条件下にて混合し乳化した後、中和剤を加えてアニオン性の界面活性を発現させることを特徴とする水中油型乳化組成物の製造方法。本発明は、特に油性成分の割合が25質量%以上である水中油型乳化組成物に対して適用される。

【選択図】 なし

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

常温で液状の高級脂肪酸と、アニオン性界面活性剤とを含み、油性成分に対する、アニオン性界面活性剤以外の界面活性剤の含有量が質量比で 0.2 以下であり、平均乳化粒子径が 400 nm 以下である水中油型乳化組成物。

**【請求項 2】**

請求項 1 に記載の組成物において、アニオン性界面活性剤が、N - アシルグルタミン酸塩及びアシルアルキルタウリン塩からなる群より選択される 1 種又は 2 種以上であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

10

**【請求項 3】**

請求項 1 又は 2 に記載の組成物において、常温で液状の高級脂肪酸がイソステアリン酸及びノオレイン酸であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

**【請求項 4】**

請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の組成物において、アニオン性界面活性剤以外の界面活性剤として、親水性ノニオン界面活性剤を含むことを特徴とする水中油型乳化組成物。

**【請求項 5】**

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の組成物において、組成物中の油性成分の割合が 25 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 6】**

中和することでアニオン性の界面活性を発現する化合物を含む油相と、水相とを、アニオン性の界面活性が発現しない酸性条件下にて混合し乳化した後、中和剤を加えてアニオン性の界面活性を発現させることを特徴とする水中油型乳化組成物の製造方法。

20

**【請求項 7】**

請求項 6 に記載の製造方法において、中和することでアニオン性の界面活性を発現する化合物が、N - アシルグルタミン酸及びアシルアルキルタウリンからなる群より選択される 1 種又は 2 種以上であることを特徴とする水中油型乳化組成物の製造方法。

**【請求項 8】**

請求項 6 又は 7 に記載の製造方法において、中和剤が、アルカリ金属類の水酸化物及び塩基性窒素含有化合物からなる群より選択される 1 種又は 2 種以上であることを特徴とする水中油型乳化組成物の製造方法。

30

**【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及びその製造方法、特にその製剤安定性の改善に関する。

**【背景技術】****【0002】**

近年、様々な形態の化粧品分野において、製剤の経時安定性を改善するため、さらにべたつきのない使用感触を得ると共に油性成分の皮膚浸透性を向上させるために、配合油分を微粒子化させる試みがなされている。

40

油分を微粒子化させる技術としては、例えば、親油性界面活性剤と親水性界面活性剤とを併用する技術（特許文献 1）や、高压乳化機を用いて高剪断力で乳化させる技術（特許文献 2）等が開示されている。

【特許文献 1】特開昭 63 - 132813 号公報

【特許文献 2】特開平 2002 - 87931 号公報

**【発明の開示】****【発明が解決しようとする課題】****【0003】**

しかしながら、特許文献 1 に記載の技術では、粘度の高いジェル状やクリーム状等の組成物は得ることができない。

50

一方、特許文献2に記載の技術では、幅広い粘度の製剤が得られているものの、特殊な機器を必要とし、また製造に長時間を要するため、生産効率が悪く現実的ではない。

本発明の目的は、簡便な製法により得られ、優れた経時安定性及び使用感を有する幅広い粘度の水中油型乳化組成物を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0004】

上記事情を鑑み、本発明者等が鋭意検討を行った結果、常温で液状の高級脂肪酸を配合し、アニオン性の界面活性剤を利用することにより、多量の界面活性剤を使用しなくても、経時安定性及び使用感に優れた幅広い粘度の水中油型乳化組成物が簡単に得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

10

すなわち、本発明の第一の主題は、常温で液状の高級脂肪酸と、アニオン性界面活性剤とを含み、

油性成分に対する、アニオン性界面活性剤以外の界面活性剤の含有量が質量比で0.2以下であり、

平均乳化粒子径が400nm以下である水中油型乳化組成物である。

【0005】

前記組成物において、アニオン性界面活性剤は、N-アシルグルタミン酸塩及びアシルアルキルタウリン塩からなる群より選択される1種又は2種以上であることが好適である。

また、常温で液状の高級脂肪酸は、イソステアリン酸及びノ又はオレイン酸であることが好適である。

20

前記組成物において、アニオン性界面活性剤以外の界面活性剤としては、親水性ノニオン界面活性剤を含むことが好適である。

本発明は、特に油性成分の割合が25~50質量%である水中油型乳化組成物に対して適用される。

【0006】

本発明の第二の主題は、中和することでアニオン性の界面活性を発現する化合物を含む油相と、水相とを、アニオン性の界面活性が発現しない酸性条件下にて混合し乳化した後、中和剤を加えてアニオン性の界面活性を発現させることを特徴とする水中油型乳化組成物の製造方法である。

30

前記製造方法において、中和することでアニオン性の界面活性を発現する化合物は、N-アシルグルタミン酸及びアシルアルキルタウリンからなる群より選択される1種又は2種以上であることが好適である。

前記製造方法において、中和剤は、アルカリ金属類の水酸化物及び塩基性窒素含有化合物からなる群より選択される1種又は2種以上であることが好適である。

【発明の効果】

【0007】

本発明によれば、常温で液状の高級脂肪酸を配合し、アニオン性の界面活性剤を利用することにより、多量の界面活性剤を使用しなくても、優れた経時安定性及び使用感を有する、化粧水状からジェル状・クリーム状までの幅広い粘度の水中油型乳化組成物を簡単に得ることができる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

以下、本発明の実施の形態について詳述する。

本発明の水中油型乳化組成物は、常温で液状の高級脂肪酸と、アニオン性界面活性剤とを含むものである。ここで「常温」とは、15~25の範囲を意味する。

本発明において、常温で液状の高級脂肪酸としては、例えば、2-メチルウンデカン酸、2-メチルドコサン酸、3-メチルドコサン酸、2,2-ジメチルドデカン酸、3-メチルテトラデカン酸、4-メチルテトラデカン酸、5-メチルテトラデカン酸、6-メチルテトラデカン酸、7-メチルテトラデカン酸、8-メチルテトラデカン酸、9-メチル

50

テトラデカン酸、10-メチルテトラデカン酸、11-メチルテトラデカン酸、12-メチルテトラデカン酸、13-メチルテトラデカン酸、2-エチルテトラデカン酸、2-プロピルトリデカン酸、2-ブチルドデカン酸、2-ペンチルウンデカン酸、2-ヘプチルノナン酸、2-エチルヘキサデカン酸、2-プロピルペンタデカン酸、2-ブチルテトラデカン酸、2-ヘプチルウンデカン酸、2-イソヘプチルイソウンデカン酸、10-メチルオクタデカン酸、11-メチルオクタデカン酸、イソステアリン酸等が挙げられる。これらは一種を単独でまたは二種以上を組み合わせて用いることができる。

特にイソステアリン酸及び/又はオレイン酸を用いることが好ましい。

#### 【0009】

本発明において、アニオン性界面活性剤としては、脂肪酸石鹸、N-アシルグルタミン酸塩、アシルタウリン塩、アシルアルキルタウリン塩、高級アルキル硫酸エステル塩、アルキルエーテル硫酸エステル塩、N-アシルサルコシン酸塩、高級脂肪酸アミドスルホン酸塩、リン酸エステル塩、スルホコハク酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩等が挙げられる。

10

特に、皮膚に対する安全性の高い、N-アシルグルタミン酸塩やアシルアルキルタウリン塩であることが好ましい。

#### 【0010】

また、これらのアニオン性界面活性剤は、界面活性の発現しない未中和状態で油相に配合しておき、乳化後に中和剤により中和することもできる。界面活性の発現しない未中和状態とは、例えば、N-アシルグルタミン酸、アシルアルキルタウリン、アシルタウリン等として油相に溶解する状態である。

20

中和剤としては、例えば、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム等のアルカリ金属類の水酸化物；2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール、2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、モノエタノールアミン、トリスプロパノールアミン、2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール、L-アルギニン、L-リジン、モルホリン、N-アルキルタウリン塩等の塩基性窒素含有化合物が使用できる。これらの中和剤は一種を単独でまたは二種以上を組み合わせて用いることができる。

#### 【0011】

本発明の水中油型乳化組成物において、アニオン性界面活性剤の含有量は0.05~1.5質量%であることが好ましい。

30

#### 【0012】

本発明の水中油型乳化組成物に用いるその他の油性成分としては、特に制限されず、天然物由来のものでも合成のものでもよく、液体でも固体でもよい。

これらの油性成分のうち、デカメチルテトラシロキサン、ドデカメチルペンタシロキサン、テトラデカメチルヘキサシロキサン、ヘキサデカメチルヘプタシロキサンなどのジメチルポリシロキサン類；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、テトラデカメチルシクロヘプタシロキサンなどの環状ポリシロキサン類；メチルフェニルポリシロキサン等のシリコーン油分を単独または組み合わせて用いることにより、使用感触をさらに向上することができる。

40

#### 【0013】

また、常温で固体の油性成分、例えばベヘニルアルコール、ステアリルアルコール、セチルアルコール等の高級アルコール類；ベヘニン酸、ステアリン酸、ミリスチン酸等の高級脂肪酸類；コレステロール、フィトステロール、セラミド類等の脂質類、カカオ脂、ヤシ油、馬脂、硬化ヤシ油、パーム油、牛脂、羊脂、硬化牛脂、パーム核油、豚脂、牛骨脂、モクロウ核油、硬化油、牛脚脂、モクロウ、硬化ヒマシ油、ミツロウ、カンデリラロウ、綿ロウ、カルナウバロウ、ベイベリーロウ、イボタロウ、鯨ロウ、モンタンロウ、ヌカロウ、ラノリン、カポックロウ、酢酸ラノリン、液状ラノリン、サトウキビロウ、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、還元ラノリン、ジョジョバロウ、硬質ラノリン、セラックロウ、マイクロクリスタリンワックス等を単独または組み合わせて用いる

50

ことにより、さらに使用感触に優れた組成物を得ることができる。これらのうち、特に高級アルコールを配合することが好ましい。

【0014】

本発明の水中油型乳化組成物には、さらに油性成分として油溶性紫外線吸収剤を配合することにより、日焼け止め効果を付与することができる。

油溶性紫外線吸収剤としては、メトキシ桂皮酸オクチル、メトキシ桂皮酸ブチル、メトキシ桂皮酸イソプロピル、トリメトキシ桂皮酸メチルビス(トリメチルシロキシ)シリルイソペンチル、ジパラメトキシ桂皮酸モノ-2-エチルヘキサ酸グリセリル、4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン、2,4,6-トリス[4-(2-エチルヘキシルオキシカルボニル)アニリノ]1,3,5-トリアジン、ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸ナトリウム、サリチル酸オクチル、サリチル酸ホモメンチル、メチルベンジリデンカンファー、2-シアノ-3,3-ジフェニルプロパ-2-エン酸-2-エチルヘキシルエステル、2,4-ビス{[4-(2-エチルヘキシルオキシ)-2-ヒドロキシ]フェニル}-6-(4-メトキシフェニル)1,3,5-トリアジン、2,2'-メチレン-ビス{6-(2H-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェノール}等が挙げられる。これらは一種を単独でまたは二種以上を組み合わせて用いることができる。

10

【0015】

本発明の水中油型乳化組成物には、さらに油性成分として油溶性薬剤を配合することができる。本発明においては平均乳化粒子径を400nm以下にしていることにより、薬剤の皮膚浸透性が高まり、薬剤の効果を高めることができる。

20

油溶性薬剤としては、例えば、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール、リボフラビン酪酸エステル、ジカプリル酸ピリドキシン、ジパルミチン酸ピリドキシン、ジラウリン酸ピリドキシン、ジパルミチン酸アスコビル、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール、トコフェロール類、酢酸トコフェロール、メナジオン、ニコチン酸ベンジル、トリクロロカルバニリド、トリクロロヒドロキシジフェニルエーテル、グリチルレチン酸ステアリル、-オリザノール、ジブチルヒドロキシトルエン等が挙げられる。

さらに油性成分として香料を配合し、アロマコロジー効果を賦与することができる。

【0016】

その他油性成分として、例えばアボガド油、ツバキ油、タートル油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、ミンク油、オリーブ油、ナタネ油、卵黄油、ゴマ油、パーシク油、小麦胚芽油、サザンカ油、ヒマシ油、アマニ油、サフラワー油、綿実油、エノ油、大豆油、落花生油、茶実油、カヤ油、コメヌカ油、シナギリ油、日本キリ油、ホホバ油、胚芽油、トリスオクタ酸グリセリン、トリスパルミチン酸グリセリン、イソパルミチン酸オクチル、イソステアリン酸イソプロピル、イソステアリン酸イソステアリル、イソステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸ヘキシル、イソステアリン酸ミリスチル、オクタ酸イソセチル、イソオクタ酸セチル、オクタ酸イソステアリル、イソノナン酸イソデシル、ジメチルオクタ酸オクチルドデシル、ミリスチン酸オレイル、エルカ酸イソステアリル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸オクチル、パルミチン酸イソステアリル、パルミチン酸イソセチル、パルミチン酸オクチル、ミリスチン酸イソステアリル、ミリスチン酸イソセチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸デシル、パルミチン酸イソプロピル、ミリスチン酸イソプロピル、トリスステアリン酸トリメチロールプロパン、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、セバシン酸ジオクチル、12-ステアロイルオキシステアリン酸オクチルドデシル、ステアロイルグルタミン酸ジオクチルドデシル、アジピン酸ジオクチル、リンゴ酸ジイソステアリル、乳酸オクチルドデシル、乳酸イソステアリル、パラジメチルアミノ安息香酸オクチル、流動パラフィン、スクワラン、イソパラフィン、-オレフィンオリゴマー、ポリブテン、オレイルアルコール、2-オクチルドデカノール等を配合することができる。

30

40

【0017】

50

本発明の水中油型乳化組成物においては、平均乳化粒子径は、経時安定性と使用感の点から400nm以下としなければならず、好ましくは250nm以下である。

また本発明の水中油型乳化組成物は、油性成分に対する、アニオン性界面活性剤以外の界面活性剤の含有量が質量比で0.2以下であるため、べたつきのない好ましい使用感を有している。

本発明において、アニオン性界面活性剤以外の界面活性剤としては、使用感に影響のない範囲内において、親水性ノニオン界面活性剤を用いると、経時安定性の点で好ましい。親水性ノニオン界面活性剤としては、例えば、POEアルキルエーテル、POEアルキルフェニルエーテル、POE・POPアルキルエーテル、POE脂肪酸エステル、POEソルビタン脂肪酸エステル、POEグリセリン脂肪酸エステル、POEヒマシ油又は硬化ヒマシ油誘導体、POE蜜ロウ・ラノリン誘導体、アルカノールアミド、POEプロピレングリコール脂肪酸エステル、POEアルキルアミン、POE脂肪酸アミド、ショ糖脂肪酸エステル、ポリエーテル変性シリコーン等が挙げられる。これらは一種を単独でまたは二種以上を組み合わせて用いることができる。

10

なお、「POE」はポリオキシエチレン、「POP」はポリオキシプロピレンを意味し、以下このように記載することがある。

#### 【0018】

上記親水性ノニオン界面活性剤のうち、HLB8以上のエチレンオキサイド付加型ノニオン界面活性剤が特に好ましく、例えば、POE(10~50モル)フィトステロールエーテル、POE(10~50モル)ジヒドロコレステロールエーテル、POE(10~50モル)2-オクチルドデシルエーテル、POE(10~50モル)デシルテトラデシルエーテル、POE(10~50モル)オレイルエーテル、POE(10~50モル)セチルエーテル、POE(5~30モル)POP(5~30モル)2-デシルテトラデシルエーテル、POE(10~50モル)POP(2~30モル)セチルエーテル、POE(20~60モル)ソルビタンモノオレート、POE(10~60モル)ソルビタンモノイソステアレート、POE(10~80モル)グリセリルモノイソステアレート、POE(10~30モル)グリセリルモノステアレート、POE(20~100)硬化ヒマシ油誘導体等が挙げられる。

20

#### 【0019】

これらの中でも、さらに好ましくは、POE(10~50モル)フィトステロールエーテル、POE(10~50モル)2-オクチルドデシルエーテル、POE(20~100)硬化ヒマシ油誘導体が挙げられる。

30

POE(10~50モル)フィトステロールエーテルとして市販されているものとしては、NIKKOL BPS-30<sup>T M</sup>(日光ケミカルズ株式会社製)等が挙げられる。

POE(10~50モル)2-オクチルドデシルエーテルとして市販されているものとしては、Emalex OD-30<sup>T M</sup>(日本エマルジョン株式会社製)、セオドルE-2020<sup>T M</sup>(日本エマルジョン株式会社製)等が挙げられる。

POE(20~100)硬化ヒマシ油誘導体として市販されているものとしては、NIKKOL HCO-60<sup>T M</sup>(日光ケミカルズ株式会社製)等が挙げられる。

#### 【0020】

本発明において、その他の界面活性剤として、本発明の効果を損なわない範囲において、さらに親油性ノニオン界面活性剤を配合すると、長期安定性を高めることができる。

40

親油性ノニオン界面活性剤として、例えば、ソルビタンモノオレート、ソルビタンセスキオレート、ソルビタントリオレート、ソルビタンモノイソステアレート、ソルビタンセスキイソステアレート、グリセリルモノオレート、グリセリルモノイソステアレート、グリセリルジイソステアレート、グリセリルモノエルケートジグリセリンモノオレート、ジグリセリンジオレート、ジグリセリンモノイソステアレート、ジグリセリンジイソステアレート、デカグリセリンペンタオレート、デカグリセリンペンタイソステアレート、デカグリセリンデカオレート、デカグリセリンデカイソステアレート、ショ糖モノオレート、POE(2モル)モノオレート、POE(6モル)ジイソステアレート、POE(3~1

50

0 モル) ヒマシ油誘導体等が挙げられる。

【0021】

本発明の水中油型乳化組成物は、幅広い粘度の組成物を包含するが、これらのうち、30における粘度が5,000~200,000 mPa・sである組成物は、乳液、ジェルあるいはクリームとして特に有用である。

粘性を付与するためには、カルボキシビニルポリマーやキサンタンガム等の増粘剤を配合する方法も考えられるが、皮膚に塗布した際にべたつき感を生じることがある。

本発明の水中油型乳化組成物のうち、油性成分の割合が25質量%以上である組成物は、増粘剤を配合しなくとも粘性が与えられるうえ、保湿効果が高いため、使用感及び保湿効果の両面から好ましい。

【0022】

本発明の水中油型乳化組成物には上記成分のほか、一般の皮膚外用剤に用いられる成分、例えばタルク、カオリン、雲母、シリカ、ゼオライト等の無機粉末；ポリアミド樹脂粉末(ナイロン粉末)、ポリエチレン粉末、ポリメタクリル酸メチル粉末、ポリスチレン粉末、スチレンとアクリル酸の共重合体樹脂粉末、セルロース粉末等の有機粉末；二酸化チタン、酸化亜鉛等の無機白色顔料；酸化鉄(ベンガラ)等の無機赤色系顔料；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黒色系顔料；酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料；群青、紺青等の無機青色系顔料；酸化チタンコーテッドマイカ、着色酸化チタンコーテッドマイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔等のパール顔料；アルミニウムパウダー、銅パウダー等の金属粉末顔料；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228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号、及び青色404号等の有機顔料；赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号及び青色1号などのジルコニウム、バリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔料；クロロフィル、β-カロチン等の天然色素；アラビアガム、トラガントガム、ガラクトン、グアガム、キャロブガム、カラヤガム、ジェランガム、カラギーナン等の植物系高分子；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、ヒドロキシエチルセルロース、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ナトリウム、結晶セルロース等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；ポリビニルアルコール、ポリビニルアセテート、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルピロリドン、ビニルピロリドンとビニルアセテート共重合体、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子；ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリル酸アルカノールアミン、アルキルメタクリレートとジメチルアミノエチルメタクリレート共重合体、ポリ2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、ポリメタクリロイルオキシトリメチルアンモニウム等のアクリル系高子；アスコルビン酸リン酸マグネシウム、アスコルビン酸グルコシド、ビタミンB6塩酸塩、パントテニルエチルエーテル等のビタミン類；キレート剤、殺菌剤、消炎剤、防腐剤、植物抽出液、アミノ酸、清涼剤等の薬剤；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、1,4-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール等のグリコール類；グリセリン、ジグリセリン、それ以上の分子量のポリグリセリン類；ソルビトール、マンニトール、マルチトール、キシリトール、エリスリトール等の糖アルコール類；フルクトース、グルコース、ガラクトース、マルトース、ラクトース、トレハロース等の糖類；エタノール、イソプロピルアルコール等の低級アルコール；水等を本発明の効果を損なわない範囲で適宜配合できる。

【0023】

10

20

30

40

50

本発明の水中油型乳化組成物は、従来の製法により得ることもできるが、特に油性成分の割合が25質量%以上である組成物においては、以下のような製造方法により得ることが好ましい。

すなわち、中和することでアニオン性の界面活性を発現する化合物(16)を予め油相(12)に添加しておき、該油相(12)と水相(14)とを、アニオン性の界面活性が発現しない酸性条件下にて混合し乳化した後、中和剤(22)を加えてアニオン性の界面活性を発現させることを特徴とする製造方法である(図1)。

上記製法にて調製される場合、微細化された乳化粒子が、アニオン性の界面活性により安定化されるため、経時安定性の良い組成物が得られる。

#### 【0024】

10

ここで、中和することでアニオン性の界面活性を発現する化合物は、N-アシルグルタミン酸及びアシルアルキルタウリンからなる群より選択される1種又は2種以上であることが好ましい。

また中和剤は、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム等のアルカリ金属類の水酸化物；2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール、2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、モノエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン、2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール、L-アルギニン、L-リジン、モルホリン、N-アルキルタウリン塩等の塩基性窒素含有化合物からなる群より選択される1種又は2種以上であることが好ましい。

#### 【0025】

20

本発明の水中油型乳化組成物は、安全性が高く塗布感觸が良好なので、皮膚外用剤、特に化粧品として好適に用いられる。例えば化粧水、美容液、乳液、クリーム、パック等のフェーシャル化粧品；ファンデーション、頬紅、口紅、アイシャドー、アイライナー、マスカラ、サンスクリーン等のメーキャップ化粧品；ボディ化粧品；芳香化粧品；メイク落とし、洗顔料、ボディシャンプー等の皮膚洗浄料；ヘアリンス、シャンプー等の毛髪化粧品；軟膏；浴用剤等、従来皮膚外用剤に用いるものであればいずれの形で適用することもできる。

本発明について以下に実施例を挙げてさらに詳述するが、本発明はこれにより何ら限定されるものではない。配合量は特記しない限り、その成分が配合される系に対する質量%で示す。

30

#### 【実施例1】

#### 【0026】

実施例に先立ち、本発明における評価方法及び評価基準について述べる。

##### (1) 平均乳化粒子径

調製直後の組成物について、ALV-5000/EPP Multiple Tau Digital Correlator(丸分株式会社製)で平均乳化粒子径を測定する。

##### (2) 粘度

調製した組成物を30の恒温槽に1時間保管後、B型粘度計(芝浦システム株式会社製)を用いて粘度を測定する。

#### 【0027】

40

##### (3) 振とう安定性

輸送及び使用中の振動を想定して、以下のようにして測定する。

井内盛栄堂株式会社製のシェーカーに組成物を充填した100mLガラス容器をセットし、4cmの距離を280回/分で20分間振とう後、平均乳化粒子径を測定する。

なお、粘度が高い製剤においては、振とう安定性が問題にならないため、本評価は行わない。

：平均粒子径の増加が20nm以下

：平均粒子径の増加が20nmを超え、50nm以下

：平均粒子径の増加が50nmを超え、100nm以下

x：平均粒子径の増加が100nmを超える。

50



## 【0028】

## (4) 長期安定性

0、室温、37 及び 50 の各温度条件下に 1 ヶ月間保存後、目視により評価する。

：各温度で外観変化、粘度変化、分離等の異常は全く認められない。

：50 で保存の場合、僅かに外観変化、粘度変化、分離等の異常が認められる。

：37 及び 50 で保存の場合、外観変化、粘度変化、分離等の異常が認められる。

x：いずれの温度下でも、外観変化、粘度変化、分離等の異常が認められる。

## (5) 使用性

女子パネル 20 名に、調製直後の組成物の使用性について官能評価してもらい、次の基準に従って評価する。 10

：べたつきのない使用感触で且つ保湿効果があると評価したパネルが 16 名以上

：べたつきのない使用感触で且つ保湿効果があると評価したパネルが 10 ~ 15 名

：べたつきのない使用感触で且つ保湿効果があると評価したパネルが 6 ~ 9 名

x：べたつきのない使用感触で且つ保湿効果があると評価したパネルが 5 名以下

## 【0029】

以下に示す組成の水中油型乳化組成物を調製し、その特性を上述の方法により評価した。

	(質量%)	
1) スクワラン	20.0	20
2) オクタン酸セチル	5.0	
3) ジメチルポリシロキサン	10.0	
4) ステアリルアルコール	4.0	
5) ステアロイルグルタミン酸ナトリウム	1.0	
6) グリセリン	10.0	
7) 1, 3 - ブチレングリコール	5.0	
8) クエン酸	0.005	
9) クエン酸ナトリウム	0.045	
10) エデト酸ナトリウム	0.01	
11) イオン交換水	残余	30

## 【0030】

## (試験例 1 - 1)

1) ~ 4) を 75 で混合し油相とする。5) ~ 11) を 75 で混合し水相とする。油相を水相に添加し、ホモミキサーにて乳化処理を行い、室温まで冷却する。

## (試験例 1 - 2)

1) ~ 11) を 75 で混合してホモミキサーにて予備乳化を行った後、高圧ホモジナイザー NS 2006 (ニロソアビ社製) を用いて、処理圧 1, 200 bar、処理回数 7 回の条件で乳化処理を行い、室温まで冷却する。

## 【0031】

## (表 1)

	試験例 1 - 1	試験例 1 - 2	
(1) 粘度 (mPa·s)	4000	35000	
(2) 平均乳化粒子径 (nm)	3000 ~ 5000	120	
(3) 振とう安定性	x		
(4) 長期安定性	x		
(5) 使用性	x		40

## 【0032】

表 1 に示されるように、上記組成の水中油型乳化組成物においては、乳化粒子を微細化し、使用性及び安定性の良い組成物を得るためには、試験例 1 - 2 のように高圧乳化機を用いる必要があった。しかしながら、この調製方法は、特殊な機器を必要とするうえに製 50

造に多大な手間と時間を要するため、現実的ではない。

【0033】

次に、表2の処方に基づいて水中油型組成物を製造し、その特性を上述の方法により評価した。

(表2)

	試験例			
	2-1	2-2	2-3	2-4
(1) 1, 3-ブチレングリコール	0.6	0.6	0.6	0.6
(2) ポリオキシエチレンフィットステロール	0.1	0.1	0.1	0.1
(3) イソステアリン酸	0.2	0.2	---	0.2
(4) スクワラン	0.3	0.3	0.5	0.3
(5) ステアロイルグルタミン酸	0.05	---	0.05	---
(6) 水酸化カリウム	0.007	---	0.007	0.007
(7) ステアロイルグルタミン酸ナトリウム	---	0.05	---	---
(8) ケエン酸	0.005	0.005	0.005	0.005
(9) ケエン酸ナトリウム	0.045	0.045	0.045	0.045
(10) エデト酸ナトリウム	0.01	0.01	0.01	0.01
(11) イオン交換水	残余	残余	残余	残余
平均乳化粒子径 (nm)	125	120	1200	140
振とう安定性	○	○	×	△
長期安定性	◎	◎	×	×
使用性	○	○	△	○

10

20

(製法)

(1) ~ (5)、及び(11)の一部を攪拌混合後、ホモミキサーによって30で乳化を行う。その後、均一に溶解した(6) ~ (11)を添加混合する。

【0034】

試験例2-3の組成物は、調製直後においても乳化粒子が微細化されておらず、さらに振とうによる乳化粒子径の増大、経時での分離等が見られた。また使用感も好ましくなかった。

30

試験例2-4の組成物は、調製直後には乳化粒子が微細化されていたが、振とう安定性及び長期安定性が悪く、振とうによる乳化粒子径の増大、経時での分離等が見られた。

これに対し、試験例2-1及び2-2の組成物は、イソステアリン酸とアニオン性界面活性剤を含み、乳化粒子が十分に微細化されているため、振とう安定性及び長期安定性に優れ、べたつかず且つ保湿効果がある良好な使用感触を有していた。

【0035】

以上の結果から、常温で液状の脂肪酸が、油滴(乳化粒子)の微細化に機能しており、アニオン性界面活性剤が、振とう安定性及び長期安定性の向上に機能していることが推察される。

また本実施例では、アニオン性界面活性剤は、試験例2-2のように乳化後に添加しても良く、試験例2-1のように予め未中和状態で配合しておき、乳化後に中和剤を添加して中和することにより界面活性を発現させても良いことがわかった。

40

【実施例2】

【0036】

次に、表3の処方に基づいて水中油型組成物を製造し、その特性を上述の方法により評価した。本実施例においては、油性成分の割合を25質量%以上とし、高粘度の組成物を得ることを試みた。

(表3)

		試 験 例			
		3-1	3-2	3-3	3-4
(1)	1, 3-ブチレングリコール	7.4	7.4	7.4	7.4
(2)	ジブチレングリコール	3.0	3.0	0.3	3.0
(3)	グリセリン	3.0	3.0	---	3.0
(4)	ポリオキシエチレンオクタドデシルエーテル	0.1	0.1	0.1	0.1
(5)	イソステアリン酸	12.0	12.0	12.0	---
(6)	スクワラン	18.0	18.0	18.0	30.0
(7)	ベヘニルアルコール	2.2	2.2	2.2	2.2
(8)	ステアロイルグルタミン酸	0.75	---	---	0.75
(9)	2-アミノ-2-メチル1, 3-プロパンジオール	0.94	---	---	0.94
(10)	ステアロイルグルタミン酸ナトリウム	---	0.75	---	---
(11)	クエン酸	0.005	0.005	0.005	0.005
(12)	クエン酸ナトリウム	0.045	0.045	0.045	0.045
(13)	エデト酸ナトリウム	0.01	0.01	0.01	0.01
(14)	イオン交換水	残余	残余	残余	残余
粘度 (mPa・s)		5000	4200	800	1600
平均乳化粒子径 (nm)		210	240	220	550
振とう安定性		---	---	△	△
長期安定性		◎	△	×	×
使用性		○	○	×	×

10

20

## (製法)

(1) ~ (8)、及び(14)の一部を攪拌混合後、ホモミキサーによって75 で乳化を行う。その後、均一に溶解した(9) ~ (14)を添加混合する。

## 【0037】

試験例3-3の組成物は、アニオン性界面活性剤を含まないので、所望の粘度が付与されず化粧水状となってしまった。そしてこの組成物は安定性が悪く、経時での分離等が見られ、べたついた好ましくない使用感触を有していた。

30

試験例3-4の組成物は、常温で液状の脂肪酸を含まないので、乳化粒子を微細化することができず、経時安定性が悪く、べたついた使用感触となってしまった。

これに対し、試験例3-1では、常温で液状の脂肪酸とアニオン性界面活性剤とを含むため、乳液状の水中油型乳化組成物が得られた。この組成物は、乳化粒子が十分に微細化されており、経時安定性が高く、べたつかず且つ保湿効果がある良好な使用感触を有していた。

## 【0038】

一方、試験例3-2の組成物は、常温で液状の脂肪酸とアニオン性界面活性剤とを含んでいるが、アニオン性界面活性剤を乳化後に添加しているため、経時安定性が劣るものであった。

40

以上のことから、油性成分の割合が25質量%以上として乳液状、ジェル状、あるいはクリーム状の組成物を得るためには、予めアニオン性界面活性剤を未中和状態で油相に配合しておき、乳化後に中和剤を添加して中和することにより界面活性を発現させるという方法により製造し、微粒子した乳化粒子を安定化させることが好ましいことがわかった。

以下にその他の好ましい実施例を挙げるが、本発明はこれにより何ら限定されるものではない。化粧水状からジェル状・クリーム状まで、所望の粘度を持つ製剤を簡便に得ることができた。

## 【実施例3】

## 【0039】

(配合成分)

(質量%)

50

( 1 ) イソステアリン酸	0.25	
( 2 ) スクワラン	0.25	
( 3 ) ベヘニルアルコール	0.15	
( 4 ) ポリオキシエチレンフィトステロール	0.1	
( 5 ) ステアロイルグルタミン酸	0.05	
( 6 ) 1, 3 - ブチレングリコール	0.6	
( 7 ) 水酸化カリウム	0.007	
( 8 ) クエン酸	0.005	
( 9 ) クエン酸ナトリウム	0.045	
( 10 ) エデト酸ナトリウム	0.01	10
( 11 ) イオン交換水	残余	

## ( 製法 )

( 1 ) ~ ( 6 ) 及び ( 11 ) の一部を攪拌混合した後、ホモミキサーによって 75 で乳化を行う。乳化後、均一に溶解した ( 7 ) ~ ( 11 ) を添加混合する。

化粧水状の水中油型乳化組成物が得られた。

平均乳化粒子径 140 n m

振とう安定性

長期安定性

使用性

## 【実施例 4】

## 【0040】

( 配合成分 )	( 質量 % )	
( 1 ) イソステアリン酸	0.3	
( 2 ) スクワラン	0.1	
( 3 ) オクタン酸セチル	0.1	
( 4 ) ベヘニルアルコール	0.1	
( 5 ) ステアリルアルコール	0.05	
( 6 ) ポリオキシエチレンオクチルドデシルエーテル	0.1	
( 7 ) セスキイソステアリン酸ソルビタン	0.03	
( 8 ) 1, 3 - ブチレングリコール	0.6	30
( 9 ) ステアロイルメチルタウリンナトリウム	0.05	
( 10 ) クエン酸	0.005	
( 11 ) クエン酸ナトリウム	0.045	
( 12 ) エデト酸ナトリウム	0.01	
( 13 ) イオン交換水	残余	

## ( 製法 )

( 1 ) ~ ( 8 )、及び ( 13 ) の一部を攪拌混合後、ホモミキサーによって 75 で乳化を行う。その後、均一に溶解した ( 9 ) ~ ( 13 ) を添加混合する。

化粧水状の水中油型乳化組成物が得られた。

平均乳化粒子径 135 n m

振とう安定性

長期安定性

使用性

## 【実施例 5】

## 【0041】

( 配合成分 )	( 質量 % )	
( 1 ) イソステアリン酸	0.2	
( 2 ) オクタン酸セチル	0.1	
( 3 ) ジメチルポリシロキサン	0.2	
( 4 ) ベヘニルアルコール	0.1	50

( 5 ) セタノール	0.05	
( 6 ) フィトステロール	0.02	
( 7 ) ポリオキシエチレンオクチルドデシルエーテル	0.1	
( 8 ) セスキオレイン酸ソルピタン	0.03	
( 9 ) ステアロイルメチルタウリン	0.05	
( 10 ) 1, 3 - ブチレングリコール	0.4	
( 11 ) ジブロピレングリコール	0.3	
( 12 ) 2 - アミノ - 2 - メチル 1, 3 - プロパンジオール	0.014	
( 13 ) クエン酸	0.005	
( 14 ) クエン酸ナトリウム	0.045	10
( 15 ) エデト酸ナトリウム	0.01	
( 16 ) イオン交換水	残余	

## ( 製法 )

( 1 ) ~ ( 11 )、及び ( 16 ) の一部を攪拌混合後、ホモミキサーによって 75 で乳化を行う。その後、均一に溶解した ( 12 ) ~ ( 16 ) を添加混合する。

化粧水状の水中油型乳化組成物が得られた。

平均乳化粒子径 132 n m

振とう安定性

長期安定性

使用性

20

## 【実施例 6】

## 【 0 0 4 2 】

( 配合成分 )	( 質量 % )	
( 1 ) イソステアリン酸	12.5	
( 2 ) オクタン酸セチル	5.0	
( 3 ) ジメチルポリシロキサン	15.0	
( 4 ) ベヘニルアルコール	2.4	
( 5 ) ステアリン酸	0.2	
( 6 ) ポリオキシエチレンフィトステロール	3.0	
( 7 ) セスキオレイン酸ソルピタン	0.1	30
( 8 ) トリオレイン酸ソルピタン	0.1	
( 9 ) ステアロイルグルタミン酸	0.8	
( 10 ) 1, 3 - ブチレングリコール	7.8	
( 11 ) プロピレングリコール	3.0	
( 12 ) グリセリン	3.0	
( 13 ) N - メチルタウリン	1.2	
( 14 ) クエン酸	0.005	
( 15 ) クエン酸ナトリウム	0.045	
( 16 ) エデト酸ナトリウム	0.01	
( 17 ) イオン交換水	残余	40

## ( 製法 )

( 1 ) ~ ( 12 )、及び ( 17 ) の一部を攪拌混合後、ホモミキサーによって 75 で乳化を行う。その後、均一に溶解した ( 13 ) ~ ( 17 ) を添加混合する。

ジェル状の水中油型乳化組成物が得られた。

粘度 25000 m P a · s

平均乳化粒子径 195 n m

長期安定性

使用性

## 【実施例 7】

## 【 0 0 4 3 】

50

( 配合成分 )	( 質量% )	
( 1 ) イソステアリン酸	13.0	
( 2 ) スクワラン	5.0	
( 3 ) オクタン酸セチル	2.0	
( 4 ) ジメチルポリシロキサン	15.0	
( 5 ) ベヘニルアルコール	2.5	
( 6 ) ベヘニン酸	0.1	
( 7 ) フィトステロール	0.05	
( 8 ) ポリオキシエチレンオクチルドデシルエーテル	3.3	
( 9 ) セスキイソステアリン酸ソルビタン	0.3	10
( 10 ) ステアロイルグルタミン酸	0.8	
( 11 ) 1, 3 - ブチレングリコール	8.0	
( 12 ) ジプロピレングリコール	3.0	
( 13 ) グリセリン	3.0	
( 14 ) 水酸化カリウム	0.064	
( 15 ) クエン酸	0.005	
( 16 ) クエン酸ナトリウム	0.045	
( 17 ) エデト酸ナトリウム	0.01	
( 18 ) イオン交換水	残余	
( 製法 )		20

( 1 ) ~ ( 13 )、及び ( 18 ) の一部を攪拌混合後、ホモミキサーによって 75 で乳化を行う。その後、均一に溶解した ( 14 ) ~ ( 18 ) を添加混合する。

クリーム状の水中油型乳化組成物が得られた。

粘度 120000mPa・s

平均乳化粒子径 220nm

長期安定性

使用性

#### 【実施例 8】

#### 【0044】

( 配合成分 )	( 質量% )	
( 1 ) イソステアリン酸	10.0	
( 2 ) スクワラン	7.0	
( 3 ) ジメチルポリシロキサン	4.0	
( 4 ) メトキシ桂皮酸オクチル	10.0	
( 5 ) ベヘニルアルコール	2.5	
( 6 ) イソステアリルアルコール	3.0	
( 7 ) ポリオキシエチレンフィトステロール	3.0	
( 8 ) セスキイソステアリン酸ソルビタン	0.3	
( 9 ) ステアロイルメチルタウリン	0.8	
( 10 ) 1, 3 - ブチレングリコール	12.0	40
( 11 ) グリセリン	3.0	
( 12 ) 2 - アミノ - 2 - メチル 1, 3 - プロパンジオール	0.22	
( 13 ) クエン酸	0.005	
( 14 ) クエン酸ナトリウム	0.045	
( 15 ) エデト酸ナトリウム	0.01	
( 16 ) イオン交換水	残余	
( 製法 )		

( 1 ) ~ ( 11 )、及び ( 16 ) の一部を攪拌混合後、ホモミキサーによって 75 で乳化を行う。その後、均一に溶解した ( 12 ) ~ ( 16 ) を添加混合する。

クリーム状の水中油型乳化組成物が得られた。

粘度 150000m P a · s  
平均乳化粒子径 218n m  
長期安定性  
使用性

【図面の簡単な説明】

【0045】

【図1】本発明の水中油型乳化組成物における微細乳化粒子の安定化の機構を示した図である。

【符号の説明】

【0046】

- 10 水中油型乳化組成物
- 12 油相
- 14 水相
- 16 中和することでアニオン性の界面活性を発現する化合物
- 22 中和剤

【図1】

