

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)公開番号
特開2024-12875
(P2024-12875A)

(43)公開日 令和6年1月31日(2024.1.31)

(51)国際特許分類		F I		テーマコード (参考)	
A 6 1 K	8/19 (2006.01)	A 6 1 K	8/19	4 C 0 8 3	
A 6 1 K	8/894(2006.01)	A 6 1 K	8/894		
A 6 1 K	8/37 (2006.01)	A 6 1 K	8/37		
A 6 1 K	8/891(2006.01)	A 6 1 K	8/891		
A 6 1 K	8/06 (2006.01)	A 6 1 K	8/06		
		審査請求	未請求	請求項の数	5 O L (全14頁) 最終頁に続く
(21)出願番号	特願2022-114651(P2022-114651)			(71)出願人	000000918
(22)出願日	令和4年7月19日(2022.7.19)				花王株式会社
					東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番
					1 0 号
				(74)代理人	110000084
					弁理士法人アルガ特許事務所
				(72)発明者	小野寺 達司
					神奈川県小田原市寿町 5 丁目 3 番 2 8 号
					花王株式会社研究所内
				F ターム (参考)	4C083 AB172 AB212 AB232 A
					B242
					AB362 AB432 AB441 A
					B442
					AC102 AC342 AC352 A
					C441
					最終頁に続く

(54)【発明の名称】 油中水型乳化化粧料

(57)【要約】

【課題】長期保存しても、室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらず、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきしみ感がなく、付着性が良く、粉っぽくない仕上がりの油中水型乳化化粧料を提供する。

【解決手段】次の成分 (A)、(B)、(C)、(D) 及び (E)：

- (A) 有機変性粘土鉱物、
- (B) H L B 6 以下のシリコーン界面活性剤、
- (C) H L B 6 以下のソルビタン脂肪酸エステル 0 . 4 質量%以下、
- (D) アシル化アミノ酸で処理された体質顔料 0 . 1 ~ 2 0 質量%、
- (E) 揮発性油

を含有する油中水型乳化化粧料。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

次の成分 (A)、(B)、(C)、(D) 及び (E)：

(A) 有機変性粘土鉱物、

(B) HLB 6 以下のシリコン界面活性剤、

(C) HLB 6 以下のソルビタン脂肪酸エステル 0.4 質量% 以下、

(D) アシル化アミノ酸で処理された体質顔料 0.1 ~ 20 質量%、

(E) 揮発性油

を含有する油中水型乳化化粧料。

【請求項 2】

成分 (D) に対する成分 (A) の質量割合 (A) / (D) が、0.005 ~ 4 である請求項 1 記載の油中水型乳化化粧料。

【請求項 3】

成分 (A) の含有量が、0.01 ~ 5 質量% であり、成分 (B) の含有量が、0.1 ~ 10 質量% である請求項 1 又は 2 記載の油中水型乳化化粧料。

【請求項 4】

成分 (D) に対する成分 (B) の質量割合 (B) / (D) が、0.02 ~ 10 である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項記載の油中水型乳化化粧料。

【請求項 5】

30 における粘度が、1000 ~ 20000 mPa・s である請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項記載の油中水型乳化化粧料。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、油中水型乳化化粧料に関する。

【背景技術】**【0002】**

油中水型乳化化粧料は外相が油剤であるため、耐水性を付与しやすく、乳化タイプのファンデーションや、サンスクリーン等に多く用いられている。また、肌への付着性や、綺麗な仕上がりが得られるものが検討されている。

例えば、特許文献 1 には、カチオン変性粘土鉱物、疎水化処理された着色顔料、フェニル変性シリコン、揮発性油を含有する油中水型乳化化粧料が、肌への付きが良く、伸びが軽く、塗広げやすく、肌に薄膜感、艶感があり、肌表面が均一に仕上がって見えることが記載されている。

【先行技術文献】**【特許文献】****【0003】**

【特許文献 1】特開 2018 - 70516 号公報

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

しかしながら、カチオン変性粘土鉱物、シリコン界面活性剤、揮発性油を含有する油中水型乳化化粧料は、ゲル構造が不安定であり、温度による粘度変化が発生して、化粧料の使用感が低下したり、粉っぽい仕上がりになるという課題があった。

【課題を解決するための手段】**【0005】**

本発明者は、カチオン変性粘土鉱物、シリコン界面活性剤、揮発性油を含有する油中水型乳化化粧料に、特定量以下のソルビタン脂肪酸エステルと、アシル化アミノ酸で処理された体質顔料を併用することにより、長期保存しても、室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらず、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきし

10

20

30

40

50

み感がなく、付着性が良く、粉っぽくない仕上りの油中水型乳化化粧料が得られることを見出した。

【 0 0 0 6 】

本発明は、次の成分（ A ） 、 （ B ） 、 （ C ） 、 （ D ） 及び （ E ） ；

（ A ） 有機変性粘土鉱物、

（ B ） H L B 6 以下のシリコーン界面活性剤、

（ C ） H L B 6 以下のソルビタン脂肪酸エステル 0 . 4 質量 % 以下、

（ D ） アシル化アミノ酸で処理された体質顔料 0 . 1 ~ 2 0 質量 % 、

（ E ） 揮発性油

を含有する油中水型乳化化粧料に関する。

10

【 発明の効果 】

【 0 0 0 7 】

本発明の油中水型乳化化粧料は、長期保存しても、室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらない。また、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきしみ感がなく、付着性が良く、粉っぽくない仕上がりが見られるものである。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 0 8 】

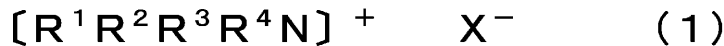
本発明で用いる成分（ A ） の有機変性粘土鉱物としては、通常の化粧料に用いられるものであれば制限されずに用いることができる。例えば、ベントナイト、ラポナイト、ヘクトライト、モンモリロナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム等の層状粘土鉱物を第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤で処理して得られるカチオン変性粘土鉱物が好ましい。

20

ここで、第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤は、下記式（ 1 ） ；

【 0 0 0 9 】

【 化 1 】



【 0 0 1 0 】

（ 式中、 R^1 は炭素原子数 1 0 ~ 2 2 のアルキル基又はベンジル基を示し、 R^2 はメチル基又は炭素原子数 1 0 ~ 2 2 のアルキル基を示し、 R^3 及び R^4 は炭素原子数 1 ~ 3 のアルキル基又はヒドロキシアルキル基を示し、 X はハロゲン原子又はメチルサルフェート残基を示す）

30

で表されるものである。

【 0 0 1 1 】

具体的には、ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルトリメチルアンモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムクロリド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルジメチルエチルアンモニウムクロリド、セチルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ステアリルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ベヘニルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ミリスチルジエチルメチルアンモニウムクロリド、セチルジエチルメチルアンモニウムクロリド、ステアリルジエチルメチルアンモニウムクロリド、ベヘニルジエチルメチルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルミリスチルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルセチルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルステアリルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルベヘニルアンモニウムクロリド、ベンジルメチルエチルセチルアンモニウムクロリド、ベンジルメチルエチルステアリルアンモニウムクロリド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロリド、ジベヘニルジヒドロキシエチルアンモニウムクロリド、及び上記各化合物のクロリドに代えてプロミド化合物としたもの等、さらにジパルミチルプロピルエチルアンモニウムメチルサルフェート等が挙げられる。

40

これらのうち、肌への付着性、仕上りの均一感に優れる観点から、ベンジルジメチル

50

ステアリルアンモニウムクロリド、ジメチルジステアリルアンモニウムクロリドが好ましく、少なくともジメチルジステアリルアンモニウムクロリドを含むのが好ましい。

【 0 0 1 2 】

層状粘土鉱物を第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤で処理して得られるカチオン変性粘土鉱物としては、ジメチルジステアリルアンモニウムヘクトライト、ジメチルジステアリルアンモニウムベントナイト、ベンジルジメチルステアリルアンモニウムヘクトライト等が好ましく、ジメチルジステアリルアンモニウムヘクトライトがより好ましい。また、市販品としては、ベントン 3 8、ベントン 3 8 V C G、ベントン 2 7（以上、エレメンティススペシャリティーズ社製）等が挙げられる。

【 0 0 1 3 】

有機変性粘土鉱物は、作業性向上の点、油の増粘効果に優れる点から、溶媒によって希釈された分散液として用いることもできる。

具体的には、有機変性粘土鉱物を予め溶媒に分散させたプレミックスゲルを用いることが好ましい。溶媒としては、有機変性粘土鉱物によって増粘可能であれば制限されないが、油の増粘効果の点から、オクチルドデカノール、ミネラルオイル等が好ましい。また、有機変性粘土鉱物を効率良く分散させて増粘効果を発現させる点から、炭酸プロピレン、エタノール、水、各種界面活性剤等の極性添加剤を含むことが好ましい。

プレミックスゲル中の有機変性粘土鉱物の含有量は、作業性向上の点、油の増粘効果、及び増粘した油性ゲル自体の油分離を抑制する点から、5～25質量%が好ましく、8～20質量%がより好ましく、10～18質量%がさらに好ましい。

プレミックスゲルとしては、カチオン変性粘土鉱物を10質量%含有するベントンゲル E U G V、ベントンゲル M I O V、ベントンゲル I S D V、18質量%含有するベントンゲル V S - 5 P C V、15質量%含有するベントンゲル P T M（以上、エレメンティススペシャリティーズ社製）等の市販品を用いることができる。

【 0 0 1 4 】

成分（A）は、1種又は2種以上を組合わせて用いることができ、含有量は、肌への付着性、仕上がりの均一感に優れる観点から、全組成中に0.01質量%以上であるのが好ましく、0.05質量%以上がより好ましく、0.1質量%以上がさらに好ましく、5質量%以下が好ましく、3質量%以下がより好ましく、1.5質量%以下がさらに好ましい。また、成分（A）の含有量は、全組成中に0.01～5質量%であるのが好ましく、0.05～3質量%がより好ましく、0.1～1.5質量%がさらに好ましい。

【 0 0 1 5 】

成分（B）は、HLB 6以下のシリコーン界面活性剤である。

シリコーン界面活性剤としては、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、ポリ（オキシエチレン・オキシプロピレン）メチルポリシロキサン共重合体等のポリエーテル変性シリコーン；ポリグリセリン変性シリコーン、アルキル変性ポリエーテル変性シリコーン、アルキル鎖共変性ポリエーテル変性シリコーンなどが挙げられる。

【 0 0 1 6 】

ポリエーテル変性シリコーンは、1価のポリオキシアルキル基を構造内に有するシリコーンであり、例えば、PEG-3ジメチコン、PEG-10ジメチコン、PEG-12ジメチコン、PEG-11メチルエーテルジメチコン、PEG-9ポリジメチルシロキシエチルジメチコン、セチルPEG/PPG-10/1ジメチコン等が挙げられる。

ポリグリセリン変性シリコーンは、1価のポリグリセリル基を構造内に有するシリコーンであり、例えば、ポリグリセリル-3ジシロキサンジメチコン、ポリグリセリル-3ポリジメチルシロキシエチルジメチコン等が挙げられる。

これらのうち、水並びに水溶性成分の油中への分散性を高める観点から、ポリエーテル変性シリコーン、アルキル変性ポリエーテル変性シリコーンから選ばれる1種又は2種以上を含むのが好ましい。

【 0 0 1 7 】

また、成分（B）のシリコーン界面活性剤は、水並びに水溶性成分の油中への分散性を

10

20

30

40

50

高める観点から、H L B 6 以下であり、H L B 2 以上 6 以下であるのが好ましく、H L B 3 以上 5 以下がより好ましい。

ここで、H L B (親水性 - 親油性のバランス Hydrophilic - Lipophilic Balance) は、界面活性剤の全分子量に占める親水基部分の分子量を示すものであり、グリフィン (Griffin) の式により求められるものである。また、2 種以上の非イオン界面活性剤から構成される場合、混合界面活性剤の H L B は、次のようにして求められる。混合界面活性剤の H L B は、各非イオン界面活性剤の H L B 値をその配合比率に基づいて相加算平均したものである。

$$\text{混合 H L B} = (\text{H L B}_x \times W_x) / W$$

H L B_x は、非イオン界面活性剤 X の H L B 値を示す。

W_x は、H L B_x の値を有する非イオン界面活性剤 X の質量 (g) を示す。

10

【0018】

また、成分 (B) としては、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体として、K F - 6015 (H L B 4.5)、K F - 6017 (H L B 4.5)、K F - 6028 (H L B 4) (以上、信越化学工業社製)、S H 3775 M (H L B 5) (東レ・ダウコーニング社製) 等、ポリ (オキシエチレン・オキシプロピレン) メチルポリシロキサン共重合体としては、D O W S I L B Y 22 - 008 M (H L B 2)、D O W S I L B Y 25 - 337 (H L B 3)、D O W S I L E S - 5226 (H L B 2)、D O W S I L E S - 5227 (H L B 2) (以上、東レ・ダウコーニング社製) 等、アルキル変性ポリエーテル変性シリコンとしては、K F - 6038 (H L B 3) (信越化学工業社製)、A B I L E M 90 (H L B 5) (エボニック社製) 等の市販品を用いることができる。

20

【0019】

成分 (B) は、1 種又は 2 種以上を組合わせて用いることができ、含有量は、水並びに水溶性成分の油中への分散性を高める観点から、全組成中に 0.1 質量% 以上であるのが好ましく、0.3 質量% 以上がより好ましく、0.5 質量% 以上がさらに好ましく、10 質量% 以下が好ましく、5 質量% 以下がより好ましく、3 質量% 以下がさらに好ましい。また、成分 (B) の含有量は、全組成中に 0.1 ~ 10 質量% であるのが好ましく、0.3 ~ 5 質量% がより好ましく、0.5 ~ 3 質量% がさらに好ましい。

【0020】

30

本発明で用いる成分 (C) は、H L B 6 以下のソルビタン脂肪酸エステルである。

ソルビタン脂肪酸エステルとしては、長期保存時の室温及び高温での粘度変化を抑制し、温度依存による塗布感触が変わらない観点から、H L B 2 以上 6 以下であるのが好ましく、H L B 3 以上 6 以下がより好ましい。

H L B は、成分 (B) と同様である。

【0021】

ソルビタン脂肪酸エステルとしては、モノイソステアリン酸ソルビタン、モノオレイン酸ソルビタン、セスキステアリン酸ソルビタン、セスキオレイン酸ソルビタン等が挙げられ、長期保存時の室温及び高温での粘度変化を抑制し、温度依存による塗布感触が変わらない観点から、モノイソステアリン酸ソルビタン、モノオレイン酸ソルビタン、セスキステアリン酸ソルビタンから選ばれる 1 種又は 2 種以上を含むのが好ましく、モノイソステアリン酸ソルビタン、セスキステアリン酸ソルビタンから選ばれる 1 種又は 2 種以上を含むのがより好ましく、モノイソステアリン酸ソルビタンを含むのがさらに好ましい。

40

成分 (C) のソルビタン脂肪酸エステルとしては、例えば、モノイソステアリン酸ソルビタンとしては、S p a n 120 (H L B 4.7) (クロード社製)、セスキステアリン酸ソルビタンとしては、N I K K O L S S - 15 V (H L B 4.2)、モノオレイン酸ソルビタンとしては、N I K K O L S O - 10 V (H L B 4.3) (以上、日光ケミカルズ社) 等の市販品を用いることができる。

【0022】

成分 (C) は、1 種又は 2 種以上を組合わせて用いることができ、含有量は、長期保存

50

時の室温及び高温での粘度変化を抑制し、温度依存による塗布感触が変わらない観点から、全組成中に 0.4 質量%以下であり、0.2 質量%以下が好ましく、0.1 質量%以下がより好ましく、実質的に含まないのがさらに好ましい。

【0023】

成分(D)は、アシル化アミノ酸で処理された体質顔料である。

体質顔料としては、通常の化粧品に用いられるもので、例えば、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウム、タルク、セリサイト、マイカ、合成フルオロフロゴパイト、ガラス末、金雲母、カオリン、クレー、ベントナイト、ヘクトライト、ゼオライト、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体質顔料及びこれらの複合粉体などが挙げられる。

10

これらのうち、長期保存時の室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらず、また、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきしみ感を抑制し、付着性に優れ、粉っぽさのない仕上がりを得る観点から、少なくともタルクを含むのが好ましい。

【0024】

成分(D)の体質顔料は、通常の方法により、アシル化アミノ酸で処理されたものである。

アシル化アミノ酸を構成するアミノ酸としては、例えば、プロリン、ヒドロキシプロリン、アラニン、グリシン、サルコシン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸等が挙げられ、これらの塩が含まれる。また、アシル化アミノ酸のアシル基を構成する脂肪酸は、炭素数 1 ~ 23 の脂肪酸が好ましく、炭素数 8 ~ 20 の脂肪酸がより好ましく、なかでも、ステアロイルグルタミン酸、ラウロイルアスパラギン酸、ジラウロイルグルタミン酸リシン、ラウロイルリジンがさらに好ましい。これらの塩としては、Na、Ca、Al、Mg、Zn、Zr、Ti 塩が挙げられる。

20

具体的には、長期保存時の室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらず、また、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきしみ感を抑制し、付着性に優れ、粉っぽさのない仕上がりを得る観点から、ステアロイルグルタミン酸 2Na、ラウロイルアスパラギン酸 Na 等で処理されたものが好ましく、なかでも、ステアロイルグルタミン酸 2Na で処理されたものがより好ましい。また、ジメチコン処理されていないアシル化アミノ酸処理が好ましい。

30

なお、成分(D)の含有量は、アシル化アミノ酸処理した剤を含めての質量を意味する。

【0025】

成分(D)は、1 種又は 2 種以上を用いることができ、含有量は、長期保存時の室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらず、また、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきしみ感を抑制し、付着性に優れ、粉っぽさのない仕上がりを得る観点から、全組成中に 0.1 質量%以上であり、0.2 質量%以上が好ましく、0.3 質量%以上がより好ましく、20 質量%以下であり、10 質量%以下が好ましく、6 質量%以下がより好ましい。また、成分(D)の含有量は、全組成中に 0.1 ~ 20 質量%であり、0.2 ~ 10 質量%が好ましく、0.3 ~ 6 質量%がより好ましい。

40

【0026】

本発明において、成分(D)に対する成分(A)の質量割合(A)/(D)は、長期保存時の室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらず、また、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきしみ感を抑制し、付着性に優れ、粉っぽさのない仕上がりを得る観点から、0.005 以上であるのが好ましく、0.01 以上がより好ましく、0.03 以上がさらに好ましく、4 以下が好ましく、2 以下がより好ましく、0.8 以下がさらに好ましい。また、成分(D)に対する成分(A)の質量割合(A)/(D)は、0.005 ~ 4 であるのが好ましく、0.01 ~ 2 がより好ましく、0.03 ~ 0.8 がさらに好ましい。

50

【 0 0 2 7 】

本発明において、成分（D）に対する成分（B）の質量割合（B）／（D）は、長期保存時の室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらず、また、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきしみ感を抑制し、付着性に優れ、粉っぽさのない仕上がりを得る観点から、0.02以上であるのが好ましく、0.05以上がより好ましく、0.1以上がさらに好ましく、10以下が好ましく、4以下がより好ましく、2以下がさらに好ましい。また、成分（D）に対する成分（B）の質量割合（B）／（D）は、0.02～10であるのが好ましく、0.05～4がより好ましく、0.1～2がさらに好ましい。

【 0 0 2 8 】

10

成分（E）の揮発性油において、揮発性とは、35～87の引火点を有するものである。

揮発性油としては、揮発性シリコーン油、揮発性炭化水素油が挙げられる。

揮発性シリコーン油としては、例えば、ジメチルポリシロキサン（1cs）、ジメチルポリシロキサン（1.5cs）、ジメチルポリシロキサン（2cs）等の直鎖状ジメチルポリシロキサン；メチルトリメチコン、トリス（トリメチルシリル）メチルシラン、テトラキス（トリメチルシリル）シラン等の分岐状シロキサン；オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン等の環状ジメチルシロキサンなどが挙げられる。

20

これらのうち、ジメチルポリシロキサン（1cs）、ジメチルポリシロキサン（1.5cs）、ジメチルポリシロキサン（2cs）、メチルトリメチコンが好ましい。

【 0 0 2 9 】

揮発性炭化水素油としては、例えば、n-デカン、n-ウンデカン、n-ドデカン等のパラフィン系炭化水素油；イソデカン、イソドデカン、水添ポリイソブテン等のイソパラフィン系炭化水素油；シクロデカン、シクロドデカン等の環状パラフィン炭化水素油が挙げられる。これらのうち、炭素数8～16の炭化水素油が好ましく、炭素数10～16の炭化水素油がより好ましく、炭素数12の炭化水素油がさらに好ましい。なかでも、イソパラフィン系炭化水素油が好ましく、イソドデカン、炭素数12の水添ポリイソブテンがより好ましい。

【 0 0 3 0 】

30

成分（E）の揮発性油としては、油性感やきしみ感を抑制し、付着性に優れ、粉っぽさのない仕上がりを得る観点から、揮発性シリコーン油が好ましい。

成分（E）は、1種又は2種以上を組合わせて用いることができ、含有量は、油性感やきしみ感を抑制し、付着性に優れ、粉っぽさのない仕上がりを得る観点から、全組成中に1質量%以上であるのが好ましく、20質量%以上がより好ましく、25質量%以上がさらに好ましく、50質量%以下が好ましく、45質量%以下が好ましく、38質量%以下がさらに好ましい。また、成分（E）の含有量は、全組成中に1～50質量%であるのが好ましく、20～45質量%がより好ましく、25～38質量%がさらに好ましい。

【 0 0 3 1 】

本発明の乳化化粧料において、水の含有量は、乳化形態を維持しつつ、使用感に優れる観点から、全組成中に5質量%以上であるのが好ましく、10質量%以上がより好ましく、15質量%以上がさらに好ましく、60質量%以下が好ましく、45質量%以下がより好ましく、35質量%以下がさらに好ましい。また、水の含有量は、全組成中に5～60質量%であるのが好ましく、10～45質量%がより好ましく、15～35質量%がさらに好ましい。

40

【 0 0 3 2 】

本発明の油中水型乳化化粧料は、さらに、着色顔料を含有することができる。

着色顔料としては、通常の化粧料に用いられるもので、例えば、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化アルミニウム、黄酸化鉄、黒酸化鉄、ベンガラ、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

50

属錯体、さらに、カーボンブラック等の無機顔料；赤色 3 号、赤色 104 号、赤色 106 号、赤色 201 号、赤色 202 号、赤色 204 号、赤色 205 号、赤色 220 号、赤色 226 号、赤色 227 号、赤色 228 号、赤色 230 号、赤色 401 号、赤色 405 号、赤色 505 号、橙色 203 号、橙色 204 号、橙色 205 号、黄色 4 号、黄色 5 号、黄色 401 号、青色 1 号、青色 404 号等の合成有機顔料； - カロチン、カラメル、パプリカ色素等の天然有機色素等が挙げられ、これらの着色顔料の複合体、これらの着色顔料とパール顔料とを組み合わせた複合顔料などが挙げられる。処理されるパール顔料としては、例えば、雲母、金雲母、タルク、シリカ、セリサイト、ガラス、カオリン、オキシ塩化ビスマス、酸化セリウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸マグネシウム、板状アルミナ粉末等の天然又は合成の無機粉体が挙げられる。複合顔料の具体例としては、酸化チタン被覆雲母、酸化鉄被覆雲母、酸化鉄被覆雲母チタン、酸化鉄被覆合成金雲母、酸化クロム被覆雲母チタン、酸化チタン被覆ガラス末、酸化鉄被覆ガラス末、酸化チタン内包ガラス末、酸化鉄内包ガラス末等が挙げられる。

10

これらのうち、金属酸化物が好ましく、酸化チタン、酸化亜鉛、黄酸化鉄、黒酸化鉄、ベンガラから選ばれる少なくとも 1 種又は 2 種以上を含むのがより好ましく、酸化チタン、黄酸化鉄、黒酸化鉄、ベンガラから選ばれる少なくとも 1 種又は 2 種以上を含むのがさらに好ましい。

【0033】

これらの着色顔料は、そのまま用いられるほか、通常の方法により、疎水化处理したものをを用いることもできる。

20

疎水化处理としては、例えば、フッ素化合物処理、シリコーン処理、アルキル処理、アルキルシラン処理、金属石鹸処理、水溶性高分子処理、アミノ酸処理、アシル化アミノ酸処理、レシチン処理、有機チタネート処理、ポリオール処理、アクリル樹脂処理、メタクリ樹脂処理、ウレタン樹脂処理等の表面処理が挙げられる。

これらのうち、付着性に優れ、メイクアップ効果に優れる観点から、シリコーン処理、アミノ酸処理、アシル化アミノ酸処理から選ばれる少なくとも 1 種又は 2 種以上による疎水化处理が好ましい。

なお、着色顔料を疎水化处理して用いる場合、着色顔料の含有量は、疎水化处理した剤を含めての質量を意味する。

【0034】

30

着色顔料は、1 種又は 2 種以上を組合わせて用いることができ、含有量は、付着性に優れ、メイクアップ効果に優れる観点から、全組成中に 0.1 質量%以上であるのが好ましく、1 質量%以上がより好ましく、5 質量%以上がさらに好ましく、35 質量%以下が好ましく、30 質量%以下がより好ましく、20 質量%以下がさらに好ましい。また、着色顔料の含有量は、全組成中に 0.1 ~ 35 質量%であるのが好ましく、1 ~ 30 質量%がより好ましく、5 ~ 20 質量%がさらに好ましい。

【0035】

本発明の油中水型乳化化粧料は、前記成分以外に、通常化粧料に用いられる成分、例えば、前記以外の油成分、前記以外の界面活性剤、前記以外の粉体、高分子化合物、酸化防止剤、香料、防腐剤、pH 調整剤、血行促進剤、冷感剤、制汗剤、殺菌剤、皮膚賦活剤、保湿剤、清涼剤等を含有することができる。

40

【0036】

本発明の油中水型乳化化粧料は、通常の方法に従って製造することができる。

本発明の油中水型乳化化粧料は、付着性に優れる観点から、30 における粘度が、1000 ~ 20000 mPa・s であるのが好ましく、1500 ~ 10000 mPa・s がより好ましい。

本発明において、粘度は、B 型粘度計 (TVB-10 型、東機産業社製)、ローター No. 3、12 rpm、30 秒により測定される。

【0037】

本発明の油中水型乳化化粧料は、例えば、化粧下地、ファンデーション、コンシーラー

50

、ほお紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、オーバーコート剤、口紅等のメイクアップ化粧料；日やけ止め乳液、日焼け止めクリーム等の紫外線防御化粧料などとして適用することができ、メイクアップ化粧料として好適である。

【実施例】

【0038】

製造例1（ポリ（N-プロピオニルエチレンイミン）変性シリコーン（ポリシリコーン9）の製造）

2-エチル-2-オキサゾリン12.9g（0.13モル）と酢酸エチル27.7gとを混合し、混合液をモレキュラーシーブ（ゼオラムA-4、東ソー社製）2.0gで、2815時間脱水を行った。

また、側鎖一級アミノプロピル変性ポリジメチルシロキサン（KF-8015、信越シリコーン社製、重量平均分子量100000、アミン当量20000）100gと酢酸エチル203gとを混合し、混合液をモレキュラーシーブ15.2gで、2815時間脱水を行った。

上記の脱水2-エチル-2-オキサゾリンの酢酸エチル溶液に硫酸ジエチル0.77g（0.005モル）を加え、窒素雰囲気下8時間、80で加熱還流し、末端反応性ポリ（N-プロピオニルエチレンイミン）を合成した。GPCにより測定した数平均分子量は2700であった。

この末端反応性ポリ（N-プロピオニルエチレンイミン）溶液を、上記の脱水した側鎖一級アミノプロピル変性ポリジメチルシロキサン溶液を一括して加え、10時間、80で加熱還流した。

反応混合物を減圧濃縮し、N-プロピオニルエチレンイミン-ジメチルシロキサン共重合体を白色ゴム状固体（108g）として得た。最終生成物におけるオルガノポリシロキサンセグメントの質量比は0.87、最終生成物の重量平均分子量は115000であった。

【0039】

実施例1～8及び比較例1～3

表1に示す組成の油中水型乳化化粧料（ファンデーション）を製造し、製造直後及び2週間保存後の粘度を測定するとともに、伸ばした際の柔らかい塗布感触、油性感のなさ、きしみ感のなさ、付着性の良さ、粉っぽさのなさを評価した。結果を表1に併せて示す。

【0040】

（製法）

成分（D）を含む粉体相成分を混合粉碎し、別途混合した成分（A）、（B）、（C）、（E）を含む油相成分に添加して、ディスパーで分散した。その後、水相成分を添加し、ディスパーで分散後、ホモキサーで攪拌することにより、油中水型乳化化粧料（ファンデーション）を得た。

【0041】

（評価方法）

（1）粘度測定：

各油中水型乳化化粧料について、製造直後、30又は45で2週間保存した後における粘度を、B型粘度計（TVB-10型、東機産業社製）、ローターNo.3、12rpm, 30秒により測定した。また、製造直後の粘度と、30又は45で2週間保存後の粘度より、粘度変化率（%）を求めた。

【0042】

（2）伸ばした際の柔らかい塗布感触：

専門パネラー3名により、各油中水型乳化化粧料（ファンデーション）を肌に伸ばした際の指先の柔らかい塗布感触を、以下の基準で官能評価した。結果は、3名の合計点で示した。

5；非常に柔らかい感触。

4；柔らかい感触。

10

20

30

40

50

- 3 ; やや柔らかい感触。
- 2 ; あまり柔らかくない感触。
- 1 ; 柔らかくない感触。

【 0 0 4 3 】

(3) 油性感のなさ :

専門パネラー 3 名により、各油中水型乳化化粧料 (ファンデーション) を肌に伸ばした際の油性感のなさを、以下の基準で官能評価した。結果は、3 名の合計点で示した。

- 5 ; まったく油性感がない。
- 4 ; 油性感がない。
- 3 ; あまり油性感がない。
- 2 ; やや油性感がある。
- 1 ; 油性感がある。

10

【 0 0 4 4 】

(4) きしみ感のなさ :

専門パネラー 3 名により、各油中水型乳化化粧料 (ファンデーション) を肌に伸ばした際のきしみ感のなさを、以下の基準で官能評価した。結果は、3 名の合計点で示した。

- 5 ; まったくきしみ感がない。
- 4 ; きしみ感がない。
- 3 ; あまりきしみ感がない。
- 2 ; ややきしみ感がある。
- 1 ; きしみ感がある。

20

【 0 0 4 5 】

(5) 付着性の良さ :

専門パネラー 3 名により、各油中水型乳化化粧料 (ファンデーション) を肌に伸ばした後の付着性の良さを、以下の基準で官能評価した。結果は、3 名の合計点で示した。

- 5 ; 非常に良い。
- 4 ; 良い。
- 3 ; やや良い。
- 2 ; あまり良くない。
- 1 ; 良くない。

30

【 0 0 4 6 】

(6) 粉っぽさのなさ :

専門パネラー 3 名により、各油中水型乳化化粧料 (ファンデーション) を肌に伸ばした後の仕上がりの粉っぽさのなさを、以下の基準で官能評価した。結果は、3 名の合計点で示した。

- 5 ; まったく粉っぽさがない。
- 4 ; 粉っぽさがない。
- 3 ; あまり粉っぽさがない。
- 2 ; やや粉っぽさがある。
- 1 ; 粉っぽさがある。

40

【 0 0 4 7 】

【表 1】

	成分名	原料名	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	比較例1	比較例2	比較例3
油相	(A)	ジステアリジモノウムヘクトラト	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	1	0.2	0.2	0.2
	(B)	PEG-12 ジメチコン	1	1	1	1	2	0.2	1	1	1	1	1
	(C)	セチルPEG/PPG-10/1 ジメチコン						1					
	(D)	イソステアリルセリリドヒタ		0.1							0.5		
	(E)	トリシロキサン	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
油相	(F)	メキシクイ酸エチルヘキシル	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
	(G)	イソノン酸ヘキシル	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	(H)	ジメチコン	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	(I)	トリメチルシリコンオイル	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6
	(J)	トリメチルシリコンオイル	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
粉体相	(K)	シリカ	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9
	(L)	シリカ	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	(M)	シリカ	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
	(N)	シリカ	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
	(O)	シリカ	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
水相	(P)	水	2	2	1	5	2	2	2	2	2	2	2
	(Q)	水	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	(R)	水	23.65	23.55	24.65	20.65	22.65	23.65	23.75	22.85	23.15	23.65	23.65
	(S)	水	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	(T)	水	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39
評価	(U)	水	7.51	7.51	7.51	7.51	7.51	7.51	7.51	7.51	7.51	7.51	7.51
	(V)	水	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
	(W)	水	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.10	0.10	0.20	0.20	0.20
	(X)	水	1.00	1.00	1.00	1.00	2.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	(Y)	水	0.00	0.10	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.50	0.00	0.00
評価	(Z)	水	2.00	2.00	1.00	5.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	(AA)	水	33.00	33.00	33.00	33.00	33.00	33.00	33.00	33.00	33.00	33.00	33.00
	(AB)	水	0.10	0.10	0.20	0.04	0.10	0.10	0.05	0.50	0.10	—	—
	(AC)	水	0.50	0.50	1.00	0.20	1.00	0.50	0.50	0.50	0.50	—	—
	(AD)	水	2870	3770	2600	5210	3080	2130	2100	5490	5210	3400	2680
評価	(AE)	水	3450	2670	3010	4910	3730	2260	2200	6530	2810	4430	5040
	(AF)	水	3990	3270	3160	4630	2760	1550	2560	7370	3080	5210	5590
	(AG)	水	20	29	16	6	21	6	5	19	46	30	88
	(AH)	水	39	13	22	11	10	27	22	34	41	53	112
	(AI)	水	15	15	15	15	15	15	14	12	12	13	11
評価	(AJ)	水	15	13	15	15	12	13	13	13	12	9	7
	(AK)	水	15	15	13	14	14	14	13	14	11	12	9
	(AL)	水	15	15	14	15	11	14	12	15	11	9	6
	(AM)	水	15	15	13	13	15	15	12	13	9	11	7
	(AN)	水	15	15	13	13	15	15	12	13	9	11	7

10

20

30

40

【0048】

実施例 9

表 2 に示す組成の油中水型乳化化粧料（ファンデーション）を、実施例 1 ～ 8 と同様に
して製造した。

得られた油中水型乳化化粧料は、長期保存しても、室温及び高温での粘度変化が少なく、
温度依存による塗布感触が変わらず、また、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やき
しみ感がなく、付着性が良く、粉っぽくない仕上がりが見られる。

【0049】

50

【表 2】

		成分名	原料名	実施例9
油相	(A)	ジステアルジモニウムヘクトライト	エレメンティスペシャリティーズ社製、ベントン 38VCG	0.2
	(B)	P E G - 1 2 ジメチコン	ダウ・東レ社製、DOWSIL SH 3775 M FLUID	1
	(C)	イソステアリン酸ソルビタン	クローダジャパン社製、スパン120	
	(E)	トリシロキサン	信越化学工業社製、シリコーン KF-96L-1CS	8
		ジメチコン	信越化学工業社製、シリコーン KF-96L-2CS	25
	その他成分	メトキシケイ化酸エチルヘキシル		4
		イソノナン酸イソノニル	日清オイリオ社製、サラコ99	2
		ジメチコン	信越化学工業社製、シリコーン KF-96A-100CS	6.6
		トリメチルシロキシケイ酸	旭化成ワッカーシリコーン社製、BELSIL TMS 803 SILICONE RESIN	3
		ジメチコン処理酸化亜鉛	テイカ社製、酸化亜鉛MZY-505M	9
粉体相	ステアリン酸、ジメチコン処理酸化チタン	三好化成社製、SA-UT-A40 MIBRID POWDER	4	
	ジメチコン処理酸化チタン	テイカ社製、酸化チタンMP-701	2.5	
	シリカ・ジメチコン処理ベンガラ		0.05	
	シリカ・ジメチコン処理黄酸化鉄		0.1	
	(D)	ステアロイルグルタミン酸 2 N a 処理タルク	浅田製粉社製、タルクJA-13R	1
		ジメチコン処理タルク	浅田製粉社製、タルクJA-68R	1
		鱗片状シリカ	AGC社製、サンラブリーC	0.5
		水	精製水	23.65
	水相	硫酸M g		0.5
		ポリシリコーン- 9	製造例 1	0.39
エタノール			7.51	
合 計				100.00
(A) 計				0.20
(B) 計				1.00
(C) 計				0.00
(D) 計				1.00
(E) 計				33.00
(A) / (D)				0.20
(B) / (D)				1.00
直後粘度 30℃基準 (V0)				4340
2週間後 30℃保管品粘度 (V1)				4920
2週間後 45℃保管品粘度 (V2)				5390
30℃保管品粘度変化率 ((V1) - (V0)) / (V0) * 100 (%)				13
45℃保管品粘度変化率 ((V2) - (V0)) / (V0) * 100 (%)				24

【0050】

実施例 10

表 3 に示す組成の油中水型乳化化粧料（ファンデーション）を、実施例 1 ～ 8 と同様にして製造した。

得られた油中水型乳化化粧料は、長期保存しても、室温及び高温での粘度変化が少なく、温度依存による塗布感触が変わらず、また、塗布時の塗布感触が柔らかく、油性感やきしみ感がなく、付着性が良く、粉っぽくない仕上がりが見られる。

【0051】

10

20

30

40

50

【表 3】

		成分名	原料名	実施例10
油相	(A)	ジステアルジモニウムヘクトライト	エレメンティススペシャルティーズ社製、ベントン 38VCG	1.35
	(B)	P E G - 1 2 ジメチコン	ダウ・東レ社製、DOWSIL SH 3775 M FLUID	2
	(C)	イソステアリン酸ソルビタン	クローダジャパン社製、スパン120	
	(E)	トリシロキサン	信越化学工業社製、シリコーン KF-96L-1CS	8
		ジメチコン	信越化学工業社製、シリコーン KF-96L-2CS	22.85
	その他成分	メトキシケイ化酸エチルヘキシル		4
		イソノナン酸イソノニル	日清オイリオ社製、サラコ99	2
		ジメチコン	信越化学工業社製、シリコーン KF-96A-100CS	6.6
		トリメチルシロキシケイ酸	旭化成ワッカーシリコーン社製、BELSIL TMS 803 SILICONE RESIN	3
ジメチコン処理酸化亜鉛		テイカ社製、酸化亜鉛MZY-505M	9	
ステアリン酸、ジメチコン処理酸化チタン		三好化成社製、SA-UT-A40 MIBRID POWDER	4	
粉体相	ジメチコン処理酸化チタン	テイカ社製、酸化チタンMP-701	2.5	
	シリカ・ジメチコン処理ベンガラ		0.05	
	シリカ・ジメチコン処理黄酸化鉄		0.1	
	(D)	ステアロイルグルタミン酸 2 N a 処理タルク	浅田製粉社製、タルクJA-13R	2
	水相	鱗片状シリカ	AGC社製、サンラプリーC	0.5
		水	精製水	23.65
		硫酸M g		0.5
ポリシリコーン- 9		製造例 1	0.39	
エタノール			7.51	
合 計				100.00
(A) 計				1.35
(B) 計				2.00
(C) 計				0.00
(D) 計				2.00
(E) 計				30.85
(A) / (D)				0.68
(B) / (D)				1.00

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I	テーマコード (参考)
A 6 1 K 8/92 (2006.01)	A 6 1 K 8/92	
A 6 1 Q 1/02 (2006.01)	A 6 1 Q 1/02	

F ターム (参考) AC442 AC912 AD151 AD152 AD162 BB01 BB14 BB25 CC12 DD32
EE01 EE03 EE06 EE07 FF05