

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5072245号
(P5072245)

(45) 発行日 平成24年11月14日(2012.11.14)

(24) 登録日 平成24年8月31日(2012.8.31)

(51) Int.Cl.		F I
A 6 1 K	8/06	(2006.01)
A 6 1 K	8/55	(2006.01)
A 6 1 K	8/34	(2006.01)
A 6 1 K	8/31	(2006.01)
A 6 1 K	8/39	(2006.01)

請求項の数 7 (全 24 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2006-82082(P2006-82082)	(73) 特許権者	000001959
(22) 出願日	平成18年3月24日(2006.3.24)		株式会社 資生堂
(65) 公開番号	特開2007-254404(P2007-254404A)		東京都中央区銀座7丁目5番5号
(43) 公開日	平成19年10月4日(2007.10.4)	(74) 代理人	100092901
審査請求日	平成21年1月27日(2009.1.27)		弁理士 岩橋 祐司
		(72) 発明者	大村 孝之
			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
		(72) 発明者	佐藤 恵衣子
			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
		審査官	弘 實 謙二
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水中油型乳化白濁皮膚化粧料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 25 における粘度が100 mPa・s以下である、常温で液状の油剤を5~10質量%と、

(B) 水素添加リン脂質を0.05~1.0質量%と、

(C) HLBが9~16であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される1種または2種以上の非イオン性界面活性剤を0.1~1質量%と、

(D) 1,3-ブチレングリコールと、

(E) 水と

を含み、前記成分(A)~(E)を含み、乳化滴の平均粒子径が100~500nmであることを特徴とする水中油型乳化白濁皮膚化粧料。

【請求項2】

請求項1に記載の水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、該乳化化粧料の25 における粘度が1~300 mPa・sであることを特徴とする水中油型乳化白濁皮膚化粧料。

【請求項3】

請求項1または2に記載の水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、(B)水素添加リン脂質の配合量が0.1~1質量%であることを特徴とする水中油型乳化白濁皮膚化粧料。

【請求項4】

請求項1~3のいずれかに記載の水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、(D)1,3

- ブチレングリコールの配合量が5～20質量%であることを特徴とする水中油型乳化白濁皮膚化粧料。

【請求項5】

請求項1～4のいずれかに記載の水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、さらに(F)エタノールを含むことを特徴とする水中油型乳化白濁皮膚化粧料。

【請求項6】

請求項1～5のいずれかに記載の水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、さらに(G)リン酸および/またはリン酸塩骨格を有するアニオン性界面活性剤を含むことを特徴とする水中油型乳化白濁皮膚化粧料。

【請求項7】

(A)25における粘度が100mPa・s以下である、常温で液状の油剤と、
(B)水素添加リン脂質と、
(C)HLBが9～16であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される1種または2種以上の非イオン性界面活性剤とを50～80で混合攪拌した油相中に、(D)1,3-ブチレングリコール:(E-1)水が3:7～7:3の質量比で混合された水相を、油相の質量:(D)と(E-1)の合計質量)=1:2～1:5の比となるように添加することにより、平均粒子径が100～500nmである乳化滴を得、さらに他の水性成分および(E-2)水を含む均一水相を添加して常温まで冷却した後得られる水中油型乳化白濁皮膚化粧料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、水中油型乳化白濁皮膚化粧料、特に化粧水と乳液の一剤化を指向した使用感およびその保存安定性の改善に関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、化粧水は肌に水分、保湿成分を補い、皮膚を柔軟にしてみずみずしくなめらかな潤いを維持するために使用されている。また、収斂効果、皮脂分泌抑制効果を発揮する化粧水も基礎化粧品としては欠かせないものとなっている。一般に化粧水に配合される成分としては、水、エタノール等のアルコール、グリセリン、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のような保湿剤、エステル油、オリーブ油、ホホバオイル等の植物油のような柔軟剤あるいはエモリエント剤、HLBが大きい界面活性剤である可溶化剤、化粧料のpH調整あるいは皮膚のpHバランスのためのクエン酸、乳酸等の緩衝剤、使用感の向上あるいは安定性確保のための増粘剤、その他、香料、防腐剤等が挙げられる。これらの成分によって構成される化粧水に、さらに乳液に求められる保湿、柔軟効果を付与しようとして保湿剤や油剤の配合量を上げると、分離などの問題が生じてしまう。

【0003】

一方、乳液は、皮膚のモイスチャーバランスを保つべく、主に水分、保湿剤、油分が配合され、皮膚に保湿および柔軟性を付与する基礎化粧品として広く使用されている。このような乳液に、前述の化粧水が発揮する効果である清涼感やみずみずしさを付与しようとして、水やエタノールの配合量を上げると、やはり分離などの問題が生じてしまう。

したがって、化粧水と乳液は製剤安定性の理由から、各々を別途に使用することが一般的であった。

【0004】

従来技術として、化粧水と乳液の使用感を1つの製剤により得ることを目的とした半透明状の化粧料が知られている(例えば、特許文献1および特許文献2を参照)。しかしながらこれらの化粧料は、安定性の問題から油剤の配合量が比較的少ないものであり、半透明を呈するものである。化粧料の外観が有する視覚的效果として、一般的な乳液の持つ白

10

20

30

40

50

色はクリーミ感をかもし出す効果があり、使用感の満足度の向上に寄与するものである。さらに、化粧水としての使用感には、シャバシャバとした水々しい質感、すなわち低粘度である化粧料であることが望まれる。したがって、化粧水と乳液の使用感を1つの製剤でまかなうことができ、低粘度でありながら安定性の高い乳白色の皮膚化粧料を調製することは困難であった。

【0005】

【特許文献1】特許第2521467号公報

【特許文献2】特開2003-95845号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0006】

また、化粧水と乳液が1本の化粧料として製剤化できれば、手軽に肌に塗布することが可能となり使用者の手間を省くことにもつながる。したがって化粧水と乳液の両者の役割を果たすことが可能な、低粘度においても優れた安定性を有する乳白色の化粧料を開発することは、研究者達の大きな課題とされていた。

【課題を解決するための手段】

【0007】

前述の課題に鑑み、本発明者等が鋭意研究を重ねた結果、(A)25における粘度が100mPa・s以下である、常温で液状の油剤と、(B)水素添加リン脂質と、(C)HLBが9~16であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される1種または2種以上の非イオン性界面活性剤と、(D)1,3-ブチレングリコールと、(E)水とを適切な配合比率で調製することによって、化粧水に求められるさっぱりさ、清涼感、および乳液に求められるしっとりした保湿、柔軟効果を一剤で補うことが可能であり、シャバシャバした質感を生み出す低粘度組成物でありながら、安定性に優れた乳化滴の平均粒子径が100~500nmである水中油型乳化白濁皮膚化粧料が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

20

【0008】

すなわち、本発明の第一の主題は、(A)25における粘度が100mPa・s以下である、常温で液状の油剤と、(B)水素添加リン脂質と、(C)HLBが9~16であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される1種または2種以上の非イオン性界面活性剤と、(D)1,3-ブチレングリコールと、(E)水とを含み、乳化滴の平均粒子径が100~500nmであることを特徴とする水中油型乳化白濁皮膚化粧料を提供することである。

30

【0009】

前記水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、該乳化化粧料の25における粘度が1~300mPa・sであることが好適である。

【0010】

前記水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、(A)25で粘度が100mPa・s以下である、常温で液状の油剤の配合量が1~10質量%であることが好適である。

40

また、前記水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、(A)25で粘度が100mPa・s以下である、常温で液状の油剤の配合量が5~10質量%であることが好適である。

【0011】

前記水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、(B)水素添加リン脂質の配合量が0.1~1質量%であることが好適である。

【0012】

また、前記水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、(C)HLBが9~16であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される1種または2種以上の非イオン性界面活性剤の配合

50

量が 0.1 ~ 1 質量% であることが好適である。

【0013】

また、前記水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、(D) 1, 3 - ブチレングリコールの配合量が 5 ~ 20 質量% であることが好適である。

【0014】

前記水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、さらに(F) エタノールを含むことが好適である。

【0015】

前記水中油型乳化白濁皮膚化粧料において、さらに(G) リン酸および/またはリン酸塩骨格を有するアニオン性界面活性剤を含むことが好適である。

10

【0016】

また、本発明の第二の主題は、

(A) 25 における粘度が 100 mPa・s 以下である、常温で液状の油剤と、

(B) 水素添加リン脂質と、

(C) HLBが 9 ~ 16 であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される 1 種または 2 種以上の非イオン性界面活性剤とを 50 ~ 80 で混合攪拌した油相中に、(D) 1, 3 - ブチレングリコール : (E-1) 水が 3 : 7 ~ 7 : 3 の質量比で混合された水相を、油相の質量 : ((D) と (E-1) の合計質量) = 1 : 2 ~ 1 : 5 の比となるように添加することにより、平均粒子径が 100 ~ 500 nm である乳化滴を得、さらに他の水性成分および (E-2) 水を含む均一水相を添加して常温まで冷却した後に得られる水中油型乳化白濁皮膚化粧料の製造方法を提供することである。

20

【発明の効果】

【0017】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料は、一剤で清涼感、収斂効果、およびしっかりと保湿、柔軟効果を皮膚に付与することが可能であり、低粘度にもかかわらず安定性に優れた乳白色を呈するものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明の好適な実施形態について詳述する。

30

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料は、(A) 25 における粘度が 100 mPa・s 以下である、常温で液状の油剤と、(B) 水素添加リン脂質と、(C) HLBが 9 ~ 16 であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される 1 種または 2 種以上の非イオン性界面活性剤と、(D) 1, 3 - ブチレングリコールと、(E) 水とを含み、前記成分(A) ~ (E) を含む水中油型乳化物の平均粒子径が 100 ~ 500 nm であることを特徴としている。

【0019】

なお、本発明において、水中油型乳化白濁皮膚化粧料の外観は乳白色の白濁を呈するものであり、分光光度計で透過率を測定した場合、5% 以下程度のものを意味する。

40

【0020】

本発明に用いられる(A) 25 における粘度が 100 mPa・s 以下である、常温で液状の油剤は、通常化粧品用原料として使用されるものであれば良く、例えば、炭化水素油、分岐脂肪酸、分岐アルコール、エステル油、エーテル油、シリコーン油等を適宜用いることができる。

具体的には、炭化水素油として、スクワラン(25 における粘度 32 mPa・s、以下 25 における粘度値のみを記す)、スクワレン(35)、流動パラフィン(43)、-オレフィンオリゴマー(45)、水添ポリイソブテン(45)、イソパラフィン(30)等が挙げられる。

また、分岐脂肪酸、分岐不飽和アルコールとして、イソステアリン酸(77)、イソス

50

テアリルアルコール(56)、オクチルドデカノール(57)、ヘキシルデカノール(41)デシルテトラデカノール(81)、オレイルアルコール(33)等が挙げられる。

また、エステル油として、2-エチルヘキサン酸2-エチルヘキシル(11)、2-エチルヘキサン酸イソノニル(12)、アジピン酸ジイソブチル(6)、コハク酸ジ2-エチルヘキシル(11)、2-エチルヘキサン酸セチル(13)、2-エチルヘキサン酸2-ヘキシルデシル(11)、ジ2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール(13)、トリ2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン(52)、トリ(カプリル・カプリン酸)グリセリン(25)、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール(19)、イソノナン酸2-エチルヘキシル(5)、イソノナン酸イソノニル(6)、イソノナン酸イソデシル(7)、イソノナン酸イソトリデシル(12)、ラウリン酸ヘキシル(6)、ミリスチン酸イロプロピル(5)、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル(5)、ミリスチン酸2-オクチルドデシル(28)、パルミチン酸イソプロピル(7)、パルミチン酸2-エチルヘキシル(11)、ステアリン酸2-ヘキシルデシル(27)、イソステアリン酸エチル(8)、イソステアリン酸イソプロピル(10)、イソステアリン酸2-ヘキシルデシル(34)、イソステアリン酸イソステアリル(38)、ネオペンタン酸イソデシル(4)、ネオペンタン酸イソステアリル(16)、ネオペンタン酸オクチルドデシル(15)、ジメチルオクタン酸2-オクチルドデシル(25)、ヒドロキシステアリン酸2-エチルヘキシル(64)、12-ステアロリルステアリン酸2-オクチルドデシル(89)、オレイン酸オレイル(28)、サリチル酸2-エチルヘキシル(9)、炭酸ジアルキル(55)等が挙げられる。

10

20

エーテル油として、ジオクチルエーテル、ポリオキシエチレン・ポロオキシプロピレンジメチルエーテル等が挙げられる。

シリコーン油として、オクタメチルトリシロキサン(1)、デカメチルトetraシロキサン(1.5)、デカメチルシクロペンタシロキサン(4)、カプリルメチコン(10)、メチルポリシロキサン等が挙げられる。

【0021】

上記の常温で液状の油剤の1種または2種以上を、本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料に配合することができる。成分(A)の配合量は、好ましくは1~10質量%であり、さらに好ましくは5~10質量%である。1質量%未満であると、乳液としての効果である皮膚へのしっとり感、柔軟さの付与が満足のいくものではなく、また10質量%を超えて配合すると乳化化粧料としての安定性に問題が生じる。

30

【0022】

本発明に用いられる(B)水素添加リン脂質は、ヨウ素価が40以下のものが好ましく、例えば、大豆レシチン、卵黄レシチン等の天然レシチンを常法に従って水素添加したものの他、ホスファチジルコリン、ホスファチジルエタノールアミン、ホスファチジルセリン等を水素添加したものが挙げられる。水素添加したリン脂質であると不飽和基が少ないため安定性が向上したものになり、それを化粧料に配合した場合には熱や酸化に対してより安定性が高いものとなる。市販としては、NIKKOL レシノールS-10、NIKKOL レシノールS-10E、NIKKOL レシノールS-10EX、NIKKOL レシノールS-10M、NIKKOL レシノールS-PIE(以上、日光ケミカルズ株式会社製)、COATSOME NC-21、COATSOME NC-61(以上、日本油脂株式会社製)、SLP-ホワイトH(辻製油株式会社製)等が挙げられる。

40

【0023】

また、上記水素添加リン脂質は、例えばホスファチジルコリンの含有率が高い高純度のものであると、化粧料とした際の安定性の観点でより優れたものとなるが、このような水素添加リン脂質は工業材料としては比較的高価である。本発明においては、水素添加リン脂質の純度に制限されず、共に配合される成分(C)の非イオン性界面活性剤を適度に組み合わせることにより、優れた安定性を有する水中油型の乳化化粧料を得ることが可能である。

【0024】

上記の水素添加リン脂質の1種または2種以上を組み合わせ、本発明にかかる水中油

50

型乳化白濁皮膚化粧料に配合することができる。成分(B)の配合量は、0.1~1質量%であることが好ましい。0.1質量%未満であると、本発明の乳化皮膚化粧料の乳化粒子径を100~500nmとすることが困難になり適さない。また1質量%を超えて配合すると、水素添加リン脂質の結晶が生じる場合があり好ましくない。

【0025】

次に本発明に用いられる(C)非イオン性界面活性剤について説明する。本発明においては、HLBが9~16であるステロールエーテル骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤が好適である。具体的には、以下のものが挙げられる。

【0026】

ステロールエーテル骨格のものとしては、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル等が挙げられる。

市販品としては、日本エマルジョン株式会社製の、EMALEX CS-10(ポリオキシエチレン(10モル)コレステリルエーテル、HLB; 10)、EMALEX CS-15(ポリオキシエチレン(15モル)コレステリルエーテル、HLB; 11)、EMALEX CS-20(ポリオキシエチレン(20モル)コレステリルエーテル、HLB; 12)、EMALEX CS-24(ポリオキシエチレン(24モル)コレステリルエーテル、HLB; 13)、EMALEX CS-30(ポリオキシエチレン(30モル)コレステリルエーテル、HLB; 14)等が挙げられる。

日光ケミカルズ株式会社製の、NIKKOL BPS-5(ポリオキシエチレン(5モル)フィトステロール、HLB; 9.5)、NIKKOL BPS-10(ポリオキシエチレン(10モル)フィトステロール、HLB; 12.5)、NIKKOL BPS-20(ポリオキシエチレン(20モル)フィトステロール、HLB; 15.5)等が挙げられる。

【0027】

アルキルエーテル骨格のものとしては、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンイソセチルエーテル、ポリオキシエチレンイソステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルドデシルエーテル、ポリオキシエチレンベヘニルエーテル、ポリオキシエチレンデシルテトラデシルエーテル、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンデシルエーテル等が挙げられる。

市販品としては、日本エマルジョン株式会社製の、EMALEX 107(ポリオキシエチレン(7モル)セチルエーテル、HLB; 10)、EMALEX 110(ポリオキシエチレン(10モル)セチルエーテル、HLB; 11)、EMALEX 112(ポリオキシエチレン(12モル)セチルエーテル、HLB; 12)、EMALEX 115(ポリオキシエチレン(15モル)セチルエーテル、HLB; 12)、EMALEX 117(ポリオキシエチレン(17モル)セチルエーテル、HLB; 13)、EMALEX 120(ポリオキシエチレン(20モル)セチルエーテル、HLB; 14)、EMALEX 125(ポリオキシエチレン(25モル)セチルエーテル、HLB; 15)、EMALEX 130(ポリオキシエチレン(30モル)セチルエーテル、HLB; 15)、EMALEX 508(ポリオキシエチレン(8モル)オレイルエーテル、HLB; 10)、EMALEX 510(ポリオキシエチレン(10モル)オレイルエーテル、HLB; 11)、EMALEX 512(ポリオキシエチレン(12モル)オレイルエーテル、HLB; 11)、EMALEX 515(ポリオキシエチレン(15モル)オレイルエーテル、HLB; 12)、EMALEX 520(ポリオキシエチレン(20モル)オレイルエーテル、HLB; 13)、EMALEX 523(ポリオキシエチレン(23モル)オレイルエーテル、HLB; 14)、EMALEX 550(ポリオキシエチレン(50モル)オレイルエーテル、HLB; 16)、EMALEX 608(ポリオキシエチレン(8モル)ステアリルエーテル、HLB; 10)、EMALEX 611(ポリオキシエチレン(11モル)ステアリルエーテル、HLB; 11)、EMALEX 615(ポリオキシエチレン(15モル)ステアリルエーテル、HLB; 12)、EMALEX 620(ポリオキシエチレン(20モル)ステアリルエーテル、HLB; 13)、EMALEX 625(ポリオキシエチレン(25モル)ステアリルエーテル、HLB; 14)、EMALEX 630(ポリオキシエチレン(30モル)ステアリルエーテル、HLB; 15)、EMALEX 640(ポリオキシエチレン(40モル)ステアリルエーテル、HLB; 16)、EMALEX 705(ポリオキシエチレン(5モル)ラウリルエーテル、HLB; 1

10

20

30

40

50

0)、EMALEX 707(ポリオキシエチレン(7モル)ラウリルエーテル、HLB; 11)、EMALEX 709(ポリオキシエチレン(9モル)ラウリルエーテル、HLB; 12)、EMALEX 712(ポリオキシエチレン(12モル)ラウリルエーテル、HLB; 13)、EMALEX 715(ポリオキシエチレン(15モル)ラウリルエーテル、HLB; 14)、EMALEX 720(ポリオキシエチレン(20モル)ラウリルエーテル、HLB; 15)、EMALEX 725(ポリオキシエチレン(25モル)ラウリルエーテル、HLB; 16)、EMALEX 730(ポリオキシエチレン(30モル)ラウリルエーテル、HLB; 16)、EMALEX 1610(ポリオキシエチレン(10モル)イソセチルエーテル、HLB; 11)、EMALEX 1615(ポリオキシエチレン(15モル)イソセチルエーテル、HLB; 13)、EMALEX 1620(ポリオキシエチレン(20モル)イソセチルエーテル、HLB; 14)、EMALEX 1625(ポリオキシエチレン(25モル)イソセチルエーテル、HLB; 15)、EMALEX 1810(ポリオキシエチレン(10モル)イソステアリルエーテル、HLB; 11)、EMALEX 1815(ポリオキシエチレン(15モル)イソステアリルエーテル、HLB; 12)、EMALEX 1820(ポリオキシエチレン(20モル)イソステアリルエーテル、HLB; 13)、EMALEX 1825(ポリオキシエチレン(25モル)イソステアリルエーテル、HLB; 14)、EMALEX OD-10(ポリオキシエチレン(10モル)オクチルドデシルエーテル、HLB; 10)、EMALEX OD-16(ポリオキシエチレン(16モル)オクチルドデシルエーテル、HLB; 12)、EMALEX OD-20(ポリオキシエチレン(20モル)オクチルドデシルエーテル、HLB; 13)、EMALEX OD-25(ポリオキシエチレン(25モル)オクチルドデシルエーテル、HLB; 14)、EMALEX OD-25JJ(ポリオキシエチレン(25モル)オクチルドデシルエーテル、HLB; 14)、EMALEX BHA-10(ポリオキシエチレン(10モル)ベヘニルエーテル、HLB; 10)、EMALEX BHA-20(ポリオキシエチレン(20モル)ベヘニルエーテル、HLB; 13)、EMALEX BHA-30(ポリオキシエチレン(30モル)ベヘニルエーテル、HLB; 14)、EMALEX 2410(ポリオキシエチレン(10モル)デシルテトラデシルエーテル、HLB; 9)、EMALEX 2415(ポリオキシエチレン(15モル)デシルテトラデシルエーテル、HLB; 11)、EMALEX 2420(ポリオキシエチレン(20モル)デシルテトラデシルエーテル、HLB; 12)、EMALEX 2425(ポリオキシエチレン(25モル)デシルテトラデシルエーテル、HLB; 13)、EMALEX DAPE-0205(ポリオキシエチレン(5モル)ポリオキシプロピレン(2モル)デシルエーテル、HLB; 9)、EMALEX DAPE-0207(ポリオキシエチレン(7モル)ポリオキシプロピレン(2モル)デシルエーテル、HLB; 11)、EMALEX DAPE-0210(ポリオキシエチレン(10モル)ポリオキシプロピレン(2モル)デシルエーテル、HLB; 12)、EMALEX 0212(ポリオキシエチレン(12モル)ポリオキシプロピレン(2モル)デシルエーテル、HLB; 13)、EMALEX 0215(ポリオキシエチレン(15モル)ポリオキシプロピレン(2モル)デシルエーテル、HLB; 13)、EMALEX 0220(ポリオキシエチレン(20モル)ポリオキシプロピレン(2モル)デシルエーテル、HLB; 14)、EMALEX 0230(ポリオキシエチレン(30モル)ポリオキシプロピレン(2モル)デシルエーテル、HLB; 16)等が挙げられる。

【0028】

日光ケミカルズ株式会社製の、NIKKOL BL-2(ポリオキシエチレン(2モル)ラウリルエーテル、HLB; 9.5)、NIKKOL BL-4.2(ポリオキシエチレン(4.2モル)ラウリルエーテル、HLB; 11.5)、NIKKOL BL-9EX(ポリオキシエチレン(9モル)ラウリルエーテル、HLB; 14.5)、NIKKOL BC-5.5(ポリオキシエチレン(5.5モル)セチルエーテル、HLB; 10.5)、NIKKOL BC-7(ポリオキシエチレン(7モル)セチルエーテル、HLB; 11.5)、NIKKOL BC-10TX(ポリオキシエチレン(10モル)セチルエーテル、HLB; 13.5)、NIKKOL BC-15TX(ポリオキシエチレン(15モル)セチルエーテル、HLB; 15.5)、NIKKOL BS-4(ポリオキシエチレン(4モル)ステアリルエーテル、HLB; 9.0)、NIKKOL BO-7V(ポリオキシエチレン(7モル)オレイルエーテル、HLB; 10.5)、NIKKOL BO-10V(ポリオキシエチレン(10モル)オレイルエーテル、HLB; 14.5)、NIKKOL BO-15V(ポリオキシエチレン(15モル)オレイルエーテル、HLB; 16.0)、NIKKOL BB-10(ポリオキシエチレン(10モル)ベヘニルエーテル、HLB; 10.0)、NIKKOL BB-20(ポリオキシエチレン(20モル)ベヘニルエーテル、HLB; 16.5)、NIKKOL BD-2(ポリオキシエチレン(2モル)(C12-15)アルキルエーテル、HLB; 9.0)、NIKKOL B

10

20

30

40

50

D-4(ポリオキシエチレン(4モル)(C12-15)アルキルエーテル、HLB; 10.5)、NIKKOL BD-10(ポリオキシエチレン(10モル)(C12-15)アルキルエーテル、HLB; 15.5)等が挙げられる。

【0029】

ソルビタン脂肪酸エステル骨格のものとしては、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル等が挙げられる。

具体的には、日本エマルジョン株式会社製のものとして、EMALEX SPE-100S(ステアリン酸ソルビタン、HLB; 9)、EMALEX SPO-100(オレイン酸ソルビタン、HLB; 9)、EMALEX SPIS-100(イソステアリン酸ソルビタン、HLB; 10)、EMALEX ET-2020(モノヤシ油脂肪酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 15)、EMALEX ET-8020(モノオレイン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 14)、EMALEX ET-8040(モノオレイン酸ポリオキシエチレン(40モル)ソルビタン、HLB; 16)等が挙げられる。

日光ケミカルズ株式会社製のものとして、NIKKOL TP-10V(モノパルミチン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 15.6)、NIKKOL TS-10V(モノステアリン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 14.9)、NIKKOL TS-10MV(モノステアリン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 14.9)、NIKKOL TS-106V(モノステアリン酸ポリオキシエチレン(6モル)ソルビタン、HLB; 9.5)、NIKKOL TS-30V(トリステアリン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 10.5)、NIKKOL TI-10V(モノイソステアリン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 15.0)、NIKKOL TO-10V(モノオレイン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 15.0)、NIKKOL TO-10MV(モノオレイン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 15.0)、NIKKOL TO-106V(モノオレイン酸ポリオキシエチレン(6モル)ソルビタン、HLB; 10.0)、NIKKOL TO-30V(トリオレイン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタン、HLB; 11.0)等が挙げられる。

【0030】

上記の成分(C)HLBが9~16であるステロルエーテル骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の1種または2種以上を組み合わせて用いることができる。成分(C)の配合量は、0.1~1質量%であることが好ましい。0.1質量%未満であると、本発明の乳化皮膚化粧料の乳化粒子径を100~500nmとすることが困難になり不適切である。また1質量%を超えて配合すると、使用感においてべたつきが生じやすくなる。

【0031】

本発明に用いられる(D)1,3-ブチレングリコールの配合量は5~20質量%であることが好ましい。5質量%未満であると、乳液としての皮膚への柔軟性付与の効果に劣るものとなり、しっとりさが欠けてしまう。また20質量%を超えて配合しても増量による効果の向上は認められず、使用感においてべたつきが生じやすくなる。

【0032】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料に含まれる(E)水の総配合量は、5~20質量%であることが好ましい。5質量%未満であると、化粧水としての効果であるさっぱりさ、清涼感に劣るものとなり、また20質量%を超えて配合しても増量による効果の向上は見られず安定性の面で問題が生じる場合がある。

【0033】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料には、さらに(F)エタノールを配合してもよい。エタノールの配合量は、5~20質量%であることが好ましい。5質量%未満であると、化粧水としての効果であるさっぱりさ、清涼感に劣るものとなり、また20質量%を超えて配合しても増量による効果の向上は認められず安定性の面で問題が生じる場合がある。

【0034】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料には、さらに(G)リン酸および/または

リン酸塩骨格を有するアニオン性界面活性剤を配合してもよい。成分 (G) を配合することにより、より安定性の高い水中油型乳化白濁皮膚化粧料とすることができる。成分 (G) を具体的に示すと以下のものが挙げられる。

【 0 0 3 5 】

日光ケミカルズ株式会社製のものとして、NIKKOL DLP-10 (ジポリオキシエチレン (1 0 モル) ラウリルエーテルリン酸ナトリウム)、NIKKOL DOP-8NV (ジポリオキシエチレン (8 モル) オレイルエーテルリン酸ナトリウム)、NIKKOL DDP-2 (ジポリオキシエチレン (2 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸)、NIKKOL DDP-4 (ジポリオキシエチレン (4 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸)、NIKKOL DDP-6 (ジポリオキシエチレン (6 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸)、NIKKOL DDP-8 (ジポリオキシエチレン (8 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸)、NIKKOL DDP-10 (ジポリオキシエチレン (1 0 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸)、NIKKOL TLP-4 (トリポリオキシエチレン (4 モル) ラウリルエーテルリン酸)、NIKKOL TCP-5 (トリポリオキシエチレン (5 モル) セチルエーテルリン酸)、NIKKOL TOP-OV (トリオレイルリン酸)、NIKKOL TDP-2 (トリポリオキシエチレン (2 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸)、NIKKOL TDP-6 (トリポリオキシエチレン (6 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸)、NIKKOL TDP-8 (トリポリオキシエチレン (8 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸)、NIKKOL TDP-10 (トリポリオキシエチレン (1 0 モル) (C 1 2 - 1 5) アルキルエーテルリン酸) 等が挙げられる。

【 0 0 3 6 】

上記のリン酸および/またはリン酸塩骨格を有するアニオン性界面活性剤の配合量は、0.01 ~ 0.5 質量%であることが好ましい。0.01 質量%未満であると、上記成分を配合した効果が認められず、また0.5 質量%を超えて配合しても増量による効果の向上は認められない。

【 0 0 3 7 】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料は、上記 (A) ~ (E) を必須成分として含有する乳化相に、さらに他の水性成分を含む均一水相を添加することにより得られるものである。

前記の他の水性成分とは、水あるいは水性溶媒を主な媒体としてなる水性成分であれば、特に限定されるものではなく、水あるいは水性溶媒の他、通常、化粧品、医薬品等に用いられる成分を、安定性に影響が出ない範囲の配合量で配合してもよい。

なお、本発明の水中油型乳化白濁皮膚化粧料における最終的な (E) 水の配合量は、先に調製される乳化相に含まれる水 (E - 1) の配合量と、他の水性成分を含む均一水相に含有される水 (E - 2) の配合量との和になる。すなわち、 $(E) = (E - 1) + (E - 2)$ である。

【 0 0 3 8 】

以下、本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料の製造方法について説明する。

製法例

成分 (A) 2 5 における粘度が $1 0 0 \text{ m P a } \cdot \text{ s}$ 以下である、常温で液状の油剤と、(B) 水素添加リン脂質と、(C) HLBが 9 ~ 1 6 であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される 1 種または 2 種以上の非イオン性界面活性剤とを 5 0 ~ 8 0 にて攪拌ばねで混合攪拌し、その油相中に、5 0 ~ 8 0 に加温した成分 (D) 1 , 3 - ブチレングリコールと (E - 1) 水の混合水相 1 を添加し、乳化滴の平均粒子径が 1 0 0 ~ 5 0 0 n m である乳化相を調製する。この際の成分 (D) : (E - 1) の比は質量比で 3 : 7 ~ 7 : 3 であり、(D) と (E - 1) の合計配合量は、油相の質量 : ((D) と (E - 1) の合計質量) = 1 : 2 ~ 1 : 5 の比であることを特徴とする。(D) : (E - 1) の比が質量比で 3 : 7 ~ 7 : 3 の範囲を逸脱したり、また油相の質量 : ((D) と (E - 1) の合計質量) = 1 : 2 ~ 1 : 5 の比の範囲内ではない配合量の混合水相であると、これを油相に添加した後に得られる乳化滴の平均粒子径が 1 0 0 ~ 5 0 0 n m とはならず望ましくない。

【0039】

本発明において、乳化滴の平均粒子径は、例えば以下のように測定される。

試験サンプルをイオン交換水で200倍に希釈して、粒度分布計F P A R - 1000（大塚電子株式会社製）を用いて、25にてその平均粒子径測定する。

【0040】

先に得られた乳化相に、さらに他の水性成分および残部の水（E-2）を含む均一な水相2を添加し、常温まで冷却すると、目的とする本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料が得られる。

上記製法によれば、機械的剪断力や高圧乳化装置のような特別な装置によらずに、攪拌ばねを用いて簡単に乳化滴の平均粒子径が100～500nmである微細な乳化滴からなる安定性に優れた乳化化粧料を調製することが可能である。

10

【0041】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料には、上記必須成分の他、本発明の目的を妨げない範囲において、通常の化粧水や乳液に配合される香料、色素、防腐剤、殺菌剤、保湿剤、紫外線吸収剤、紫外線散乱剤、塩、キレート剤、増粘剤、パール剤、界面活性剤、油剤、各種薬剤等を適宜配合することも可能である。

【0042】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料は、25における粘度が1～300mPa・sであることを特徴とする。粘度が300mPa・sを超えたものであると、化粧水としてのシャバシャバとした質感やみずみずしさに欠ける場合がある。上記範囲の比較的

20

【0043】

本発明において、粘度は、例えば以下のように測定される。

デジタルビスマトロン粘度計VDA2（芝浦システム株式会社製）を用いて、測定容器に入れた試験サンプルを25の恒温水槽に1時間浸した後にその粘度を測定する。

【実施例】

【0044】

以下、本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料の実施例を示し、本発明について更に詳述するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、配合量は特記しない限り、質量%である。

30

まず最初に、下記の表1～7に示される組成によって得られる試料の製造例を以下に示す。

【0045】

製造例1

ポリオキシエチレン（10モル）フィトステロールエーテル1部と、水素添加リン脂質（日光ケミカルズ（株）社製 NIKKOL S-10E）1部と、流動パラフィン4部とイソステアリン酸2部と、2-エチルヘキサン酸セチル4部と、香料1部を70にて混合攪拌した（油相）。イオン交換水：1，3-ブチレングリコールを質量比で1：1である溶液64部を70にて混合溶解した（水相1）。続いて、70に加温した油相を攪拌ばねを用いて混合攪拌しながら、前記水相1を徐々に添加した。得られた乳化物に、残部のイオン交換水916.9部と、エタノール50部と、エドト酸塩0.1部と、フェノキシエタノール5部とを均一に混合した水相2を常温にて添加し、目的の水中油型乳化白濁皮膚化粧料を得た。

40

【0046】

比較製造例1

ポリオキシエチレン（10モル）フィトステロールエーテル2部と、モノイソステアリン酸ポリオキシエチレン（20モル）ソルビタン2部と、トリポリオキシエチレン（4モ

50

ル)ラウリルエーテルリン酸0.5部と、水素添加リン脂質(日光ケミカルズ(株)社製 NIKKOL S-10E)5部と、流動パラフィン40部とイソステアリン酸6部と、2-エチルヘキサン酸セチル9部と、香料1部を70にて混合攪拌した(油相)。続いて、70に加温した油相を攪拌ばねを用いて混合攪拌しながら、イオン交換水850.4部と、エタノール70部と、ジプロピレングリコール10部と、エデト酸塩0.1部と、フェノキシエタノール5部とを均一に混合した水相を常温にて添加し、目的の水中油型乳化白濁皮膚化粧料を得た。

【0047】

続いて、前述のように調製した試料の具体的な評価方法および評価基準について以下に示す。

10

評価方法および評価基準

<安定性試験>

試料を0、25、50の各温度で1ヶ月間放置した後の外観を、目視および顕微鏡観察によって下記評価基準により判定した。

：分離・結晶析出が全くみられない。

：分離・結晶析出がほとんどみられない。

×：液相(油相または水相)の分離あるいは結晶析出がみられる。

【0048】

<使用感；うるおい感>

女性専門パネル(10名)により実使用試験を行い、肌へのなじみについて下記の評価基準により判定した。

20

：10名全員が、うるおい感があると評価した。

：7~9名が、うるおい感があると評価した。

：3~6名が、うるおい感があると評価した。

×：0~2名が、うるおい感があると評価した。

【0049】

<使用感；べたつきのなさ>

女性専門パネル(10名)による実使用試験を行い、べたつき感について下記の評価基準により判定した。

：10名全員が、べたつきがなくしっとりしたと評価した。

：7~9名が、べたつきがなくしっとりしたと評価した。

：3~6名が、べたつきがなくしっとりしたと評価した。

×：0~2名が、べたつきがなくしっとりしたと評価した。

30

【0050】

<使用感；さっぱり感>

女性専門パネル(10名)による実使用試験を行い、さっぱり感について下記の評価基準により判定した。

：10名全員が、さっぱり感があると評価した。

：7~9名が、さっぱり感があると評価した。

：3~6名が、さっぱり感があると評価した。

×：0~2名が、さっぱり感があると評価した。

40

【0051】

<使用感；エモリエント感(肌に柔軟性を感じる使用感)>

女性専門パネル(10名)による実使用試験を行い、エモリエント感について下記の評価基準により判定した。

：10名全員が、エモリエント感があると評価した。

：7~9名が、エモリエント感があると評価した。

：3~6名が、エモリエント感があると評価した。

×：0~2名が、エモリエント感があると評価した。

【0052】

50

乳化滴の平均粒子径

前述の製造例により得られた各試料の乳化滴の平均粒子径を粒度分布計（F P A R - 1 0 0 0（大塚電子株式会社製））を用いて、試験サンプルをイオン交換水で200倍希釈して測定した。以下の表には、粒子径が100～500nmの場合は実測値を示し、500nmを超えた場合は×と表記した。

【0053】

粘度

前述の製造例により得られた各試料の粘度を、デジタルビスメトン粘度計VDA2（芝浦システム株式会社製）を用いて、測定容器に入れた試験サンプルを25℃の恒温水槽に1時間浸した後に測定した。

【0054】

【表1】

		試験例			
		1	2	3	4
製法		比較 製造例1	比較 製造例1	製造例1	製造例1
(A)流動パラフィン		1.0	6.0	6.0	2.0
モノステアリン酸 POE(20)カビタン(※1)		0.5	0.5	0.5	0.5
水素添加リン脂質 (B)		0.5	0.5	0.5	0.5
1,3-ブチンジオール		—	—	10.0	10.0
ジブチンジオール		1.0	1.0	—	—
イステリン酸		0.2	0.2	0.2	0.4
2-エチルヘキサン酸セシル		0.4	0.4	0.4	0.5
フェニルエタノール		0.5	0.5	0.5	0.5
エタノール		10.0	10.0	10.0	10.0
ステアト酸塩		0.01	0.01	0.01	0.01
香料		0.1	0.1	0.1	0.1
イオン交換水		残部	残部	残部	残部
乳化平均粒子径 (nm)		×	×	200	215
安定性	0℃	○	△	○	○
	25℃	○	△	○	○
	50℃	○	×	○	○
使用感	うるおい感	△	○	◎	○
	べたつきのなさ	◎	◎	◎	◎
	さっぱり感	◎	◎	◎	◎
	エモリエント感	△	○	◎	◎

1：商品名NIKKOL TI-10V（日光ケミカルズ株式会社製）、HLB 15
水素添加リン脂質（B）：日光ケミカルズ（株）社製 NIKKOL レシノールS-10E

【0055】

上記表1に示されるように、従来品にみられる半透明化粧水である試験例1は油分（A

10

20

30

40

50

の配合量が少量であるため、うるおい感やエモリエント感に劣るものである。そこで、油分の配合を5質量%以上に増量させてみたところ（試験例2）、試験例1に適用される比較製造例1によって得られる組成物は、乳化粒子径が1～3μmとなり、安定性が低下した。

一方、試験例3は油分が5質量%以上であるにも関わらず、前述の製造例1に記載されるように、油相に水と1,3-ブチレングリコールの混合水相1を添加して乳化滴を形成させた後に、さらにその他の水性成分を含む均一水相2を添加して組成物を得ているために、乳化粒子径は200nmと微細であり安定性に優れたものであった。また、この製法によると、油分を若干減らした試験例4の組成においても安定性に優れたものであり、うるおい感をコントロールすることが可能であることも明らかになった。なお、試験例3および4の組成物は、透過率が3%程度である乳白色の組成物であった。

【0056】

以上の結果より、製造例1により得られた組成物は、油分を適度に含み、かつ安定性に優れていることに着目した本発明者らは、油相に添加する、水と1,3-ブチレングリコールの混合水相の好適な条件の検討を実施した、その結果を下記表2に示す。

【表2】

		試験例					
		5	6	7	8	9	10
水相中の(D):(E-1) 質量比		—	2:8	3:7	5:5	7:3	8:2
油相:(D)+(E-1)の合計 配合比		1:2.6	1:2.6	1:2.6	1:2.6	1:2.6	1:2.6
(D)1,3-ブチレングリコール		—	4	6	10	14	16
(E)イオン交換水 (E-1)+(E-2)		残部	残部	残部	残部	残部	残部
流動パラフィン		6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
モノオレフィン酸 POE(20)カルビトール(※2)		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
水素添加リン脂質(B)		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
イステリン酸		0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
2-エチルヘキサン酸セリル		0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
フェニルエタノール		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
エタノール		10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
ステアリン酸塩		0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
香料		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
乳化平均粒子径 (nm)		×	×	214	207	223	×
安定性	0℃	×	△	○	○	○	△
	25℃	×	△	○	○	○	△
	50℃	×	×	○	○	○	×
使用感	うるおい感	◎	○	◎	◎	◎	△
	べたつきのなさ	◎	○	◎	◎	◎	×
	さっぱり感	◎	○	◎	◎	◎	△
	エモリエント感	×	○	◎	◎	◎	○

水素添加リン脂質 (B) : NIKKOL レシノールS-10E (日光ケミカルズ株式会社製)

【 0 0 5 7 】

上記表 2 に示される結果は、前述の製造例 1 に準じて得られる各試験例に関するものである。また油相 : 水相 1 ((D) + (E-1)) の質量比は 1 : 2 . 6 に統一している。

これらの評価結果より明らかなように、油相に添加する (D) 1, 3 - ブチレングリコールと (E-1) 水の混合液からなる水相において、(D) : (E-1) の質量比がおおよそ 3 : 7 ~ 7 : 3 である範囲において、優れた安定性が確認された (試験例 7 ~ 9)。試験例 6 および 10 においては乳化滴の粒子径が望む 100 ~ 500 nm ではないため、安定性に劣るものとなったと考えられる。

また、該水相に 1, 3 - ブチレングリコールを含まないものであると、微細な乳化滴が形成されず、安定性が極めて劣るものであった (試験例 5)。

10

【 0 0 5 8 】

以上の結果より、油相に添加する (D) 1, 3 - ブチレングリコールと (E-1) 水の混合液からなる水相において、ある特定の質量比であることが本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料の安定性に関して好適であり、かつ (D) 1, 3 - ブチレングリコールの存在が、重要であることを見出した本発明者らは、さらに該混合水相の配合量について検討を行った。その結果を下記表 3 に示す。

【 0 0 5 9 】

【表 3】

		試験例						
		11	12	13	14	15	16	17
水相中の(D) : (E-1) 質量比		1:1	1:1	1:1	1:1	2:1	1.1:1	1:2.2
油相 : ((D)+(E-1)の合計) 配合比		1:1.1	1:2	1:3.8	1:4	1:4.8	1:5.9	1:2.2
(D)1,3-ブチレングリコール		4	7.5	10	15	18	22	4
(E)イオン交換水 ((E-1)+(E-2))		残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部
流動パラフィン		6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	5.0
POE(10)フィトステロールエステル		0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
水素添加リン脂質(B)		0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
イノシチン酸		0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
2-ヒドロキシ脂肪酸セシル		0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.2
フェニルエタノール		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
エタノール		10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
ステアリン酸塩		0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
香料		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
乳化平均粒子径 (nm)		×	245	213	224	345	×	×
安定性	0℃	△	○	○	○	○	○	△
	25℃	△	○	○	○	○	△	△
	50℃	×	○	○	○	○	△	×
使用感	うるおい感	○	○	◎	◎	◎	△	○
	べたつきのなさ	○	○	◎	◎	◎	×	○
	さっぱり感	○	○	◎	◎	◎	△	○
	エモリエント感	△	◎	◎	◎	◎	○	×

水素添加リン脂質(B) : NIKKOL レシノールS-10E (日光ケミカルズ株式会社製)

【0060】

上記試験例11~17は成分(D) : (E-1)の質量比はいずれも3 : 7 ~ 7 : 3の範囲を逸脱するものではない。また、前述の製造例1に準じて調製した。

表3の結果から明らかのように、油相に添加される水相1の配合量に関し、油相の質量 : ((D)と(E-1)の合計質量)の比が1 : 1.1であると(試験例11)、安定性が確保できないものであるが、1 : 2になると微細な粒子径である乳化滴が形成され安定性が良好になり、1 : 5付近までその傾向が確認された。しかしながら、それを越える配合比で水相1が添加されると(試験例16)、安定性は劣る傾向にあった。したがって、本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧品を調製する際、油相の質量 : ((D)と(E-1)の合計質量)の比は1 : 2 ~ 1 : 5であることが好適であることが認められた。

【0061】

さらに、試験例17のように、前記の好適な配合比の範囲内であっても、1,3-ブチレングリコールの配合量が4質量%であると良好な安定性が確保されないこと、及び試験例15および16の1,3-ブチレングリコールの配合量と評価結果の相関から、本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧品に配合される1,3-ブチレングリコールの好適な

配合量は5～20質量%であることも示唆された。

【0062】

引き続き、本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料に配合される成分(B)水素添加リン脂質に関して検討を行った。その結果を下記表4に示す。

【0063】

【表4】

		試験例					
		18	19	20	21	22	23
水素添加リン脂質(A)(純度25-30%)		1.0	0.5	0.8	—	—	0.2
水素添加リン脂質(B)(純度75-85%)		—	—	—	0.4	—	0.2
水素添加リン脂質(C)(純度90%)		—	—	—	—	0.4	—
モノイステアリン酸 POE(20)カビタン(※3)		1.0	0.2	—	—	—	0.5
POE(10)フィトステロールエステル(※4)		—	—	0.6	0.4	—	—
イステアリン酸カビタン(※5)		—	—	0.6	—	0.4	—
トリホリキシルン(4)ラウリルエステル酸(※6)		—	0.05	0.1	—	—	—
(D)1,3-ブチンジオール		20	9	6	10	10	10
(E)イオン交換水		残部	残部	残部	残部	残部	残部
ジプロピレングリコール		—	1	2	—	—	3
流動パラフィン		6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
イステアリン酸		2.0	0.5	2.5	0.5	0.5	0.5
2-エチルヘキサン酸セシル		0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
フェニキエタノール		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
エタノール		10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
ステアレート		0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
香料		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
乳化平均粒子径 (nm)		358	217	286	243	196	212
安定性	0℃	○	○	○	○	○	○
	25℃	○	○	○	○	○	○
	50℃	○	○	○	○	○	○
使用感	うるおい感	◎	◎	○	◎	◎	○
	べたつきのなさ	◎	◎	○	◎	◎	○
	さっぱり感	◎	◎	○	◎	◎	○
	エモリエント感	◎	◎	◎	◎	◎	◎

水素添加リン脂質(A) : NIKKOL レシノールS-10(日光ケミカルズ株式会社製)

水素添加リン脂質(B) : NIKKOL レシノールS-10E(日光ケミカルズ株式会社製)

水素添加リン脂質(C) : COATSOME NC-21(日本油脂株式会社製)

3 : 商品名 NIKKOL TI-10V, HLB;15(日光ケミカルズ株式会社製)

4 : 商品名 NIKKOL BPS-10, HLB;12.5(日光ケミカルズ株式会社製)

5 : 商品名 EMALLEX SPIS-100, HLB;10.0(日本エマルジョン株式会社製)

6：商品名 NIKKOL TLP-4, HLB;13.0 (日光ケミカルズ株式会社製)

【0064】

上記表4に示されるように、純度の異なる3種の水素添加リン脂質を用いて、表中の組成に示される非イオン性界面活性剤と様々に組み合わせたところ、試験例18~23のいずれにおいても安定性が良好な化粧料が得られた。特に試験例19では、界面活性剤として非イオン性界面活性剤に加え、リン酸骨格を有するアニオン性界面活性剤を配合したところ、試験例18と比べてさらに微細な乳化滴を形成することができ、安定性がより向上した。

ただし、試験例20および23において、使用感の点で若干評価に差が生じた。この結果から、共に配合される非イオン性界面活性剤の種類により、使用感や安定性が変わることが推測され、本発明者らは引き続き成分(C)の非イオン性界面活性剤の検討を実施した。その結果を下記表5に示す。

【0065】

【表 5】

		試験例					
		24	25	26	27	28	29
水素添加リン脂質 (B) (純度 75-85%)		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
モノステアリン酸 POE(20)ソルビタン		0.5	—	—	—	—	—
POE(10)フィトステロールエステル		—	0.5	—	—	—	0.2
モノステアリン酸グリセリル(※7)		—	—	0.5	—	—	—
POE(40)硬化ヒマシ油(※8)		—	—	—	0.5	—	0.2
モノステアリン酸トリフェニルグリコール(25モル)(※9)		—	—	—	—	0.5	—
(D)1,3-アフィングリコール		10	10	10	10	10	10
(E)イオン交換水		残部	残部	残部	残部	残部	残部
ジプロピレングリコール		1	1	1	1	1	1
流動パラフィン		6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
イステアリン酸		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
2-ヒルヘキサン酸セシル		0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
フェニルエタノール		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
エタノール		10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
ステアレート		0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
香料		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
乳化平均粒子径 (nm)		243	321	×	×	×	×
安定性	0°C	○	○	×	×	△	△
	25°C	○	○	×	×	△	△
	50°C	○	○	×	×	×	×
使用感	うるおい感	◎	◎	○	×	◎	○
	べたつきのなさ	◎	◎	△	×	○	○
	さっぱり感	◎	◎	×	×	△	○
	エモリエント感	◎	◎	○	◎	◎	◎

7 : 商品名 NIKKOL MGS-AV, HLB;4.0 (日光ケミカルズ株式会社製)

8 : 商品名 EMALOX HC-40, HLB;12.0 (日本エマルジョン株式会社製)

9 : 商品名 NIKKOL MYS-25V, HLB;15.0 (日光ケミカルズ株式会社製)

【0066】

上記表 5 に示されるように、非イオン性界面活性剤として、HLBが 1.5 であるモノイソステアリン酸ポリオキシエチレン(20モル)ソルビタンおよびHLBが 12.5 であるポリオキシエチレン(10モル)フィトステロールエステルを配合した試験例 24、25 では安定性、使用性に優れた組成物が得られた。またその他、前述の表 4 に示される非イオン性界面活性剤、イソステアリン酸ソルビタンでも良好な結果が得られている。

一方、親油性の非イオン性界面活性剤であるモノステアリン酸グリセリルを配合した場合には(試験例 26)、乳化滴が微細化されず、安定性が劣るものとなった。さらにさっぱり感といった化粧水として期待される効果の点も満足いくものではなかった。

また、親水性の非イオン性界面活性剤であっても、ポリオキシエチレン（４０モル）硬化ヒマシ油およびモノステアリン酸ポリエチレングリコール（２５モル）を配合した試験例２７、２８では、安定性が劣る組成物を与えた。これは共に配合される水素添加リン脂質との組み合わせが不適であることに起因していると考えられる。

【００６７】

以上の結果より、本発明において好適に用いられる非イオン性界面活性剤は、親水性、すなわちHLBが９～１６であり、かつ共に配合される成分（Ｂ）水素添加リン脂質と相性の良い特定の構造を有するものであると判断される。

【００６８】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧品に配合される成分（Ｂ）水素添加リン脂質および成分（Ｃ）非イオン性界面活性剤の配合量の検討結果を下記表６に示す。

【表６】

		試験例					
		30	31	32	33	34	35
水素添加リン脂質（Ａ）（純度 25-30%）		0.05	0.1	0.4	1.0	1.5	3.0
POE(10)フィトステロールエーテル		0.05	0.1	0.4	1.0	1.5	3.0
(D)1,3-アンプルグリコール		5	5	10	20	20	20
(E)イオン交換水		残部	残部	残部	残部	残部	残部
流動パラフィン		0.3	0.4	5.0	5.0	5.0	5.0
イノシリン酸		0.1	0.2	0.5	2.0	2.0	2.0
2-エチルヘキサン酸セシル		0.3	0.4	1.0	3.0	3.0	3.0
フェニルエタノール		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
エタノール		3.0	5.0	10.0	20.0	20.0	20.0
ステアレート		0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
香料		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
乳化平均粒子径（nm）		225	267	243	207	×	×
安定性	0℃	○	○	○	○	△	×
	25℃	○	○	○	○	△	×
	50℃	○	○	○	○	△	×
使用感	うるおい感	○	◎	◎	◎	◎	◎
	べたつきのなさ	◎	◎	◎	◎	○	×
	さっぱり感	◎	◎	◎	◎	△	△
	エモリエント感	○	◎	◎	◎	◎	◎

【００６９】

上記表６に示されるように、水素添加リン脂質およびPOE（１０モル）フィトステロールエーテルの配合量を０．０５質量％とし、その他各種成分も少ない場合には、微細な乳化粒子径は得られるものの、うるおい感やエモリエント感に若干欠ける組成物であった。水素添加リン脂質およびPOE（１０モル）フィトステロールエーテルの配合量を各々０．１質量％以上とし、それに合わせてその他各種成分も増やしていくと、使用感に優れたものになった（試験例３１～３３）。

ただし、水素添加リン脂質およびPOE（１０モル）フィトステロールエーテルの配合

量を各々1.5質量%以上とすると、乳化滴の粒子径が500nmを超え、組成物の安定性が低下する傾向になり、また使用感においてもべたつき感、さっぱり感が劣るものとなった(試験例34、35)。

【0070】

以上の結果より、本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料に配合される成分(B)水素添加リン脂質および成分(C)非イオン性界面活性剤の配合量は、組成物総量に対し各々0.1~1.0質量%であると好適であることが示唆される。

【0071】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料の好適な粘度の検討結果を下記表7に示す。

【表7】

		試験例			
		36	37	38	39
水素添加リン脂質(A)(純度25-30%)		0.4	0.4	0.4	0.4
POE(10)フィトステロールエステル		0.4	0.4	0.4	0.4
(D)1,3-ブチンジオール		10	10	10	10
(E)イオン交換水		残部	残部	残部	残部
流動パラフィン		5.0	5.0	5.0	5.0
イソステアリン酸		0.5	0.5	0.5	2.0
2-エチルヘキサン酸セチル		1.0	1.0	1.0	1.0
フェニキエタノール		0.5	0.5	0.5	0.5
エタノール		10.0	10.0	10.0	10.0
ステアレート		0.01	0.01	0.01	0.01
ジメチルアクリルアミド/アミノ酸共重合体		—	0.05	0.1	0.2
香料		0.1	0.1	0.1	0.1
粘度(mPa·s)		13	150	300	2100
乳化平均粒子径(nm)		212	234	205	226
安定性	0℃	○	○	○	○
	25℃	○	○	○	○
	50℃	○	○	○	○
使用感	うるおい感	◎	◎	◎	◎
	べたつきのなさ	◎	◎	○	△
	さっぱり感	◎	◎	○	△
	エモリエント感	◎	◎	◎	◎

【0072】

本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料は、化粧水および乳液の両者の効果が発揮されることを特徴としている。したがって、化粧水として手軽にシャバシャバと使用するためには、比較的粘度の組成物であることが望まれる。上記表7に示されるように、試験例36のように、粘度の低い組成物であっても、安定性が良好に維持された。粘度が300mPa·sを超えるものになると(試験例39)、化粧水としての使用感が劣るも

10

20

30

40

50

のとなり、使用性も低下し、本発明には不適なものとなる。

以上の結果より、本発明にかかる水中油型乳化白濁皮膚化粧料の好適な粘度は、 $1 \sim 3000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ であることが明らかである。

【0073】

通常、低粘度の乳化組成物は、静置しておくこととクリーミングを起こしやすい。本発明では、常温で液状の油剤と、水素添加リン脂質と、HLBが9～16であり、且つ、ステロール骨格、アルキルエーテル骨格、ソルビタン脂肪酸エステル骨格を有する非イオン性界面活性剤の中から選択される1種または2種以上の非イオン性界面活性剤とを含む油相中に、1,3-ブチレングリコールと水の特定配合比の混合水相1を添加して微細な乳化滴を形成させた後、その他の水性成分を含む水相2を添加して目的の組成物を得ることにより、低粘度であるにも関わらず安定性が良好に維持された乳化白濁皮膚化粧料を提供することが可能である。

10

【0074】

以下、実施例を挙げて本発明について更に説明を行うが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例1

(成分)	(質量%)	
(1) ポリオキシエチレン(10モル)ベヘニルエーテル (商品名:NIKKOL BB-10, HLB 10, 日光ケミカルズ株式会社製)	0.5	
(2) 水素添加リン脂質 (商品名:NIKKOL レシノールS-10, 日光ケミカルズ株式会社製)	0.5	20
(3) トリポリオキシエチレン(10モル)(C12-15)アルキルエーテル (商品名:NIKKOL TDP-10, 日光ケミカルズ株式会社製)	0.1	
(4) スクワラン	4.0	
(5) デカメチルシクロペンタシロキサン	3.0	
(6) イソノナン酸イソノニル	1.0	
(7) オクチルメトキシシンナメート	0.5	
(8) 香料	0.1	
(9) イオン交換水	残部	
(10) 1,3-ブチレングリコール	10.0	30
(11) エタノール	5.0	
(12) グリセリン	2.0	
(13) ジプロピレングリコール	1.0	
(14) エデト酸塩	0.01	
(15) パラベン	0.15	
(16) ばら抽出液	0.1	
(17) アスコルビン酸グルコシド	0.5	
(18) 水酸化カリウム	適量	

【0075】

<製法>

成分(1)～(8)を75にて攪拌バネを用いて均一になるよう混合攪拌した(油相)。成分(9)の一部と(10)の1:1の質量比である混合水相を油相中に添加し、乳化相を得た。常温にて、この乳化相に(9)の残部、および成分(11)～(18)を均一に混合した水相を添加し、目的の水中油型乳化白濁皮膚化粧料を得た。得られた水中油型乳化白濁皮膚化粧料は、乳化滴の平均乳化粒子径が236nmである微細粒子から成り、0、25、50の各温度における1ヶ月の安定性は分離や結晶析出が見られず良好なものであった。また、使用感においてもうるおい感、べたつきのなさ、さっぱり感、エモリエント感に優れたものであった。

40

透過率: 1.5%

【0076】

50

実施例 2

(成分)	(質量%)	
(1) ポリオキシエチレン(5モル)フィトステロールエーテル 商品名:NIKKOL BPS-5, HLB 9,5, 日光ケミカルズ株式会社製)	0.2	
(2) ポリオキシエチレン(20モル)フィトステロールエーテル 商品名:NIKKOL BPS-20, HLB 15,5, 日光ケミカルズ株式会社製)	0.2	
(3) 水素添加リン脂質 商品名:NIKKOL レシノールS-10, 日光ケミカルズ株式会社製)	0.2	
(4) 水素添加ポリイソブテン	2.0	
(5) -オレフィンオリゴマー	3.0	10
(6) パルミチン酸2-エチルヘキシル	3.0	
(7) 香料	0.2	
(8) イオン交換水	残部	
(9) 1,3-ブチレングリコール	7.0	
(10) エタノール	7.0	
(11) グリセリン	3.0	
(12) ジブロピレングリコール	4.0	
(13) ヘキサメタリン酸塩	0.01	
(14) パラベン	0.15	
(15) ヒアルロン酸ナトリウム	0.01	20
【0077】		

<製法>

成分(1)~(7)を60にて攪拌バネを用いて均一になるよう混合攪拌した(油相)。成分(8)の一部と(9)の2:1の質量比である混合水相を油相中に添加し、乳化相を得た。常温にて、この乳化相に(8)の残部、および成分(10)~(15)を均一に混合した水相を添加し、目的の水中油型乳化白濁皮膚化粧品を得た。得られた水中油型乳化白濁皮膚化粧品は、乳化滴の平均乳化粒子径が213nmである微細粒子から成り、0、25、50の各温度における1ヶ月の安定性は分離や結晶析出が見られず良好なものであった。また、使用感においてもうるおい感、べたつきのなさ、さっぱり感、エモリエント感に優れたものであった。

30

透過率:2.5%

【0078】

実施例 3

(成分)	(質量%)	
(1) イソステアリン酸ソルビタン 商品名:EMALEX SPIS-100, HLB 10, 日本エマルジョン株式会社製)	0.4	
(2) 水素添加リン脂質 商品名:COATSOME NC-21, 日本油脂株式会社製)	0.3	
(3) 流動パラフィン	4.5	
(4) スクワレン	0.5	40
(5) 2-エチルヘキサン酸イソノニル	2.5	
(6) 香料	0.01	
(7) イオン交換水	残部	
(8) 1,3-ブチレングリコール	12.0	
(9) エタノール	10.0	
(10) グリセリン	2.5	
(11) ジブロピレングリコール	0.5	
(12) ピロリン酸塩	0.01	
(13) フェノキシエタノール	0.01	
(14) シャクヤク抽出液	0.01	50

【 0 0 7 9 】

< 製法 >

成分(1)～(6)を70にて攪拌バネを用いて均一になるよう混合攪拌した(油相)。成分(7)の一部と(8)の1:1の質量比である混合水相を油相中に添加し、乳化相を得た。常温にて、この乳化相に(7)の残部、および成分(9)～(14)を均一に混合した水相を添加し、目的の水中油型乳化白濁皮膚化粧品を得た。得られた水中油型乳化白濁皮膚化粧品は、乳化滴の平均乳化粒子径が359nmである微細粒子から成り、0、25、50の各温度における1ヶ月の安定性は分離や結晶析出が見られず良好なものであった。また、使用感においてもうるおい感、べたつきのなさ、さっぱり感、エモリエント感に優れたものであった。

透過率：1.7%

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
A 6 1 Q 19/00 (2006.01) A 6 1 Q 19/00

(56)参考文献 特開2001-270807(JP,A)
特開昭56-089832(JP,A)
特開2005-255667(JP,A)
特開2006-111620(JP,A)
化粧品ハンドブック,日光ケミカルズ株式会社 外2社,1996年11月 1日,257~261頁

(58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)
A 6 1 K 8 / 0 0 - 8 / 9 9
A 6 1 Q 1 / 0 0 - 9 0 / 0 0
C A (S T N)