

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6307259号  
(P6307259)

(45) 発行日 平成30年4月4日(2018.4.4)

(24) 登録日 平成30年3月16日(2018.3.16)

(51) Int.Cl.		F I
A 6 1 K	8/27	(2006.01)
A 6 1 K	8/29	(2006.01)
A 6 1 K	8/89	(2006.01)
A 6 1 Q	1/02	(2006.01)
A 6 1 Q	17/04	(2006.01)

請求項の数 11 (全 33 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2013-256303 (P2013-256303)
(22) 出願日	平成25年12月11日(2013.12.11)
(65) 公開番号	特開2015-113303 (P2015-113303A)
(43) 公開日	平成27年6月22日(2015.6.22)
審査請求日	平成28年11月11日(2016.11.11)

(73) 特許権者	000110077
	東レ・ダウコーニング株式会社
	東京都千代田区大手町一丁目5番1号
(74) 代理人	100064908
	弁理士 志賀 正武
(74) 代理人	100108578
	弁理士 高橋 詔男
(74) 代理人	100089037
	弁理士 渡邊 隆
(74) 代理人	100094400
	弁理士 鈴木 三義
(74) 代理人	100108453
	弁理士 村山 靖彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 表面処理粉体、それを含むスラリー組成物、化粧品用原料及び化粧品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(a) 透過電子顕微鏡を用いて測定した平均粒子径が5～100nmの無機微粒子と、  
(b) 1種類以上のカルボン酸変性シリコーン(ただし、デンドリマー構造を有するオルガノシロキシ基を有するものを除く)と

を含み、前記無機微粒子の表面の一部又は全部が、前記カルボン酸変性シリコーンで処理されている、表面処理粉体。

【請求項2】

前記無機微粒子が金属酸化物微粒子である、請求項1に記載の表面処理粉体。

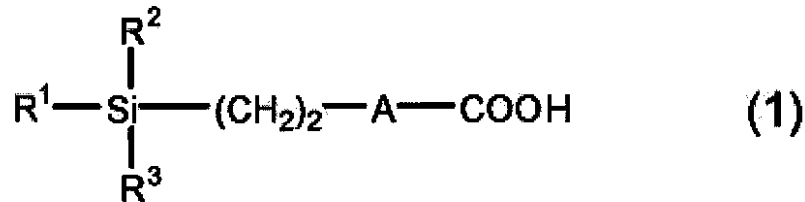
【請求項3】

前記金属酸化物微粒子が、酸化チタン微粒子又は酸化亜鉛微粒子である、請求項2に記載の表面処理粉体。

【請求項4】

前記カルボン酸変性シリコーンが、下記一般式(1)のオルガノシロキサン誘導体：

【化1】



{ 式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$  は、少なくとも1つが  $-\text{O}-\text{Si}(\text{R}^4)_3$  で表される基 ( $\text{R}^4$  は炭素数1～6のアルキル基又はフェニル基である) であり、その他の  $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$  は、それぞれ独立に、置換又は非置換の一価炭化水素基であり、

A は、 $\text{C}_q\text{H}_{2q}$  で表される直鎖状又は分岐鎖状のアルキレン基であり、 $q$  は0～20の整数であり、

但し、一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体の1分子中に含まれるケイ素原子の平均合計数は2～100である}

である、請求項1～3のいずれか一項に記載の表面処理粉体。

【請求項5】

前記一般式(1)において、 $\text{R}^1$  及び  $\text{R}^2$  が  $-\text{O}-\text{Si}(\text{R}^4)_3$  で表される基 ( $\text{R}^4$  は炭素数1～6のアルキル基である) であり、 $\text{R}^3$  が炭素数1～10の一価炭化水素基であり、 $q$  が6～20の整数である、請求項4に記載の表面処理粉体。

【請求項6】

前記カルボン酸変性シリコンが、前記無機微粒子100質量部に対して2～10質量部含まれる、請求項1～5のいずれか一項に記載の表面処理粉体。

【請求項7】

請求項1～6のいずれか一項に記載の表面処理粉体と、  
(c) 分散溶媒と  
を含む、スラリー組成物。

【請求項8】

請求項1～6のいずれか一項に記載の表面処理粉体を含む化粧料用原料。

【請求項9】

請求項8に記載の化粧料用原料を含む化粧料。

【請求項10】

皮膚用化粧料である、請求項9に記載の化粧料。

【請求項11】

メイクアップ化粧料又はサンスクリーン剤である、請求項10に記載の化粧料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、表面処理粉体、それを含むスラリー組成物、化粧料用原料及び化粧料に関し、特に化粧料に配合して用いる表面処理粉体の分散性及び使用感の改善に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、シリコンオイルに代表されるジメチルポリシロキサン固有の特性を生かし、構造の一部に様々な有機基を導入したオルガノポリシロキサンが開発されている。オルガノポリシロキサンは、低表面張力、低屈折率を有し、さらに低摩擦性、耐熱性、耐寒性、帯電防止性、撥水性、離型性、消泡性、及び耐薬品性等の特性を併せ持つことができるため、様々な分野において利用されている。用途に応じて、各種官能基を有するオルガノポリシロキサンが存在する。

【0003】

10

20

30

40

50

例えば、親水性の有機基であるカルボキシル基を含む様々なオルガノポリシロキサン誘導体が開発及び検討されてきており、代表的なものとして、直鎖ポリシロキサン構造の側鎖にカルボキシル基を導入したオルガノポリシロキサン誘導体が広く知られている。また、近年、カルボシロキサンドリマーも報告されている（例えば、特許文献1～3参照）。

#### 【0004】

一方、近年では紫外線が肌に対し悪影響を及ぼすことが認識され、これを防止するための日焼け止め化粧料の需要が増大している。また、見た目が均一で美しい肌を演出するためのメイクアップ化粧料においても紫外線遮蔽効果を高めることが要求されている。この紫外線遮蔽効果を達成するため、紫外線散乱剤、特に、酸化チタン及び/又は酸化亜鉛を少量の配合で用いることで、紫外線遮蔽能を高めることが強く望まれている。そこで、表面処理剤によって紫外線散乱剤としての微粒子粉体を表面処理することによって、分散性を向上させるとともに二次凝集を抑制し、少量の配合で効率的に紫外線遮蔽効果を改善する試みが広く行われている。これらの化粧料用粉体の表面処理剤として、ジメチコンやジメチコン/メチコンコポリマーが提案されている（特許文献4及び5）。

10

#### 【0005】

しかしながら、ジメチコンによる微粒子酸化チタン又は微粒子酸化亜鉛の表面処理は、ジメチコンの有する酸化チタン又は酸化亜鉛の微粒子表面への吸着性を利用して、ジメチコンを微粒子酸化チタン又は微粒子酸化亜鉛の粒子表面に被覆するものであるため、その被覆量に限界があった。また、ジメチコン/メチコンコポリマーによる微粒子酸化チタン又は微粒子酸化亜鉛の表面処理は、ジメチコン/メチコンコポリマーがその構造中に有するSi-H基が微粒子酸化チタン又は微粒子酸化亜鉛の粒子表面の活性点(-OH基)と脱水素反応して化学的結合することにより、微粒子酸化チタン又は微粒子酸化亜鉛の粒子表面を被覆するものであるため、その被覆量を高くすることは可能であるが、未反応のSi-H基が必ず残り、これが空気中のO<sub>2</sub>又はH<sub>2</sub>Oと反応して水素ガスを発生し、その発生した水素ガスが化粧料の容器を膨らませ、容器の形状を変形させて、化粧料の商品価値を低下させるという問題があった。

20

#### 【0006】

また、分散媒や分散剤との組み合わせといった観点から考えると、メチコン又はアルキルシラン等のシリコーン系で表面処理した粉体は、環状シリコーン又はジメチルシリコンオイル等の分散媒にポリエーテル変性シリコーン等を分散剤として用いてスラリーを調製する一方、ステアリン酸等の炭化水素系で表面処理した粉体は、ポリイソブテン又はエステル等の炭化水素系の分散媒にポリヒドロキシステアリン等を分散剤として用いてスラリーを調製する必要があり、分散剤及び分散媒の使い分けが必要であった。

30

#### 【0007】

特許文献6には、カルボン酸変性シリコーンの2価又は3価の金属塩が表面処理剤として利用可能であることが提案されているが、カルボン酸官能基(-COOH)を維持したまま使用することは開示されていない。さらに、100nm未満の小粒子径の無機粒子を処理することについて開示されていない。

#### 【0008】

特許文献7には、カルボン酸カルボキシル基変性オルガノ(ポリ)シロキサンをタルク、マイカ、及びセリサイト等の大粒径の無機粒子の処理に用いることは開示されているが、100nm未満の小粒子径の無機粒子を処理することについて、具体的に開示されていない。

40

#### 【先行技術文献】

#### 【特許文献】

#### 【0009】

【特許文献1】特開2000-072784号公報

【特許文献2】特開2000-239390号公報

【特許文献3】特開2001-213885号公報

50

【特許文献4】特開昭62-228006号公報  
 【特許文献5】特開2003-95839号公報  
 【特許文献6】国際公開第2009/022621号  
 【特許文献7】特開平09-59125号公報  
 【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明は、上記従来技術の課題を解決すべくなされたものであり、安全且つ簡便に処理することができるとともに、様々な分散媒に対して優れた分散性を有し、且つ、化粧品に配合した際にのびや肌なじみが良いといった優れた使用感を有する表面処理粉体を提供することを目的とする。

10

【0011】

また、本発明による表面処理粉体を含むスラリー組成物、化粧品用原料及び化粧品を提供することも本発明の目的である。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明者らは上記課題について鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち、本発明の目的は、

(a) 透過電子顕微鏡を用いて測定した平均粒子径が5～100nmの無機微粒子と、  
 (b) 1種類以上のカルボン酸変性シリコンと

20

を含み、前記無機微粒子の表面の一部又は全部が、前記カルボン酸変性シリコンで処理されている、表面処理粉体によって達成される。

【0013】

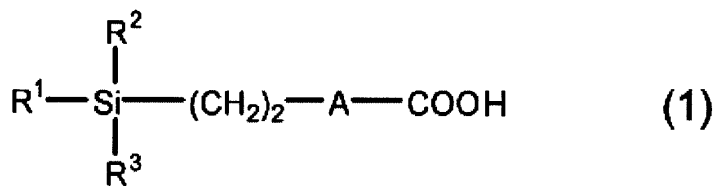
前記無機微粒子は、金属酸化物微粒子であることが好ましく、酸化チタン微粒子又は酸化亜鉛微粒子であることがより好ましい。

【0014】

前記カルボン酸変性シリコンは、下記一般式(1)のオルガノシロキサン誘導体：

【0015】

【化1】



30

【0016】

{式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は、少なくとも1つが $-\text{O}-\text{Si}(\text{R}^4)_3$ で表される基( $\text{R}^4$ は炭素数1～6のアルキル基又はフェニル基である)、又は $-\text{O}-\text{Si}(\text{R}^5)_2-\text{X}^1$ で表される基( $\text{R}^5$ は炭素数1～6のアルキル基又はフェニル基であり、 $\text{X}^1$ は $i=1$ のときの下記一般式(2)で表される基である)であり、その他の $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は、それぞれ独立

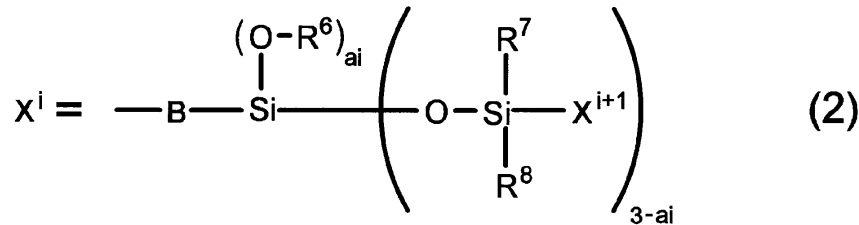
40

に、置換又は非置換の一価炭化水素基であり、  
 $\text{A}$ は、 $\text{C}_q\text{H}_{2q}$ で表される直鎖状又は分岐鎖状のアルキレン基であり、 $q$ は0～20の整数であり、

但し、一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体の1分子中に含まれるケイ素原子の平均合計数は2～100である}

【0017】

## 【化2】



## 【0018】

(式中、 $R^6$  は、水素原子、炭素数1～6のアルキル基又はフェニル基であり、  
 $R^7$  及び  $R^8$  は、それぞれ独立に、炭素数1～6のアルキル基又はフェニル基であり、  
 $B$  は、炭素数2～20の直鎖状又は分岐鎖状のアルキレン基であり、  
 $i$  は、 $X^i$  で示されるシリルアルキル基の階層を表し、該シリルアルキル基の繰り返し数である階層数が  $n$  のとき1～ $n$ の整数であり、階層数  $n$  は1～10の整数であり、  
 $a_i$  は、 $i$  が1のときは0～2の整数であり、 $i$  が2以上のときは3未満の整数であり、  
 $X^{i+1}$  は、 $i$  が  $n$  未満のときは該シリルアルキル基であり、 $i = n$  のときはメチル基である) であることが好ましい。

10

## 【0019】

また、前記一般式(1)において、 $R^1$  及び  $R^2$  が  $-\text{O}-\text{Si}(\text{R}^4)_3$  で表される基  
( $R^4$  は炭素数1～6のアルキル基である) であり、 $R^3$  が炭素数1～10の1価炭化水素基であり、 $q$  が6～20の整数であることが好ましい。

20

## 【0020】

前記カルボン酸変性シリコーンは、前記無機微粒子100質量部に対して2～10質量部含まれることが好ましい。

## 【0021】

本発明は、前記表面処理粉体と、(c)分散溶媒とを含むスラリー組成物にも関する。

## 【0022】

また、本発明は、前記表面処理粉体を含む化粧料用原料、及びこの化粧料用原料を含む化粧料にも関する。

30

## 【0023】

本発明の化粧料は、皮膚用化粧料、好ましくはメイクアップ化粧料又はサンスクリーン剤であることが好ましい。

## 【発明の効果】

## 【0024】

本発明によれば、カルボン酸変性シリコーンを表面処理剤として用い、無機微粒子の表面を該カルボン酸変性シリコーンで処理することによって、安全且つ簡便に処理することができるとともに、様々な分散媒に対して優れた分散性を有し、且つ、化粧料に配合した際に、塗布後の肌への白残りがなく、のびや肌なじみの良い優れた使用感を有する表面処理粉体を得ることができる。これらの処理粉体は、皮膚用化粧料、好ましくはメイクアップ化粧料又はサンスクリーン剤に好適に配合することができる。

40

## 【図面の簡単な説明】

## 【0025】

【図1】実施例5及び比較例5のスラリーを石英ガラス板上へ10 $\mu\text{m}$ の膜厚で塗布し、形成した膜の波長300nm～800nmにおける透過率曲線を表す。

【図2】実施例6及び比較例6スラリーを石英ガラス板上へ10 $\mu\text{m}$ の膜厚で塗布し、形成した膜の波長300nm～800nmにおける透過率曲線を表す。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0026】

以下、本発明の好適な実施形態について説明する。

50

## 【0027】

本発明の表面処理粉体は、

- (a) 透過電子顕微鏡を用いて測定した平均粒子径が5 ~ 100 nmの無機微粒子と、
- (b) 1種類以上のカルボン酸変性シリコンと

を含むことを特徴とする。

## 【0028】

また、本発明の表面処理粉体は、極小粒子径の無機微粒子の表面の一部又は全部が、カルボン酸変性シリコン、特に後述する特定の構造を有するカルボン酸変性シリコンで処理されていることを特徴とする。

## 【0029】

本発明の無機微粒子は、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化セリウム、低次酸化チタン、及び鉄ドーブ酸化チタン等の金属酸化物、水酸化鉄等の金属水酸化物、板状酸化鉄及びアルミニウムフレーク等の金属フレーク類、並びに炭化珪素等のセラミック類が挙げられる。また、無機微粒子の形状は、特に制限されるものではなく、不定形、粒状、板状、針状、繊維状、球状、回転楕円体状、金平糖状、半球碗状、まゆ状、紡錘状、星型、六角柱状、六角板状、板状集積型等であってもよい。無機微粒子は、金属酸化物微粒子であることが好ましく、特に、酸化チタン微粒子又は酸化亜鉛微粒子が好ましい。

## 【0030】

本発明に用いられる無機微粒子の平均粒子径は、5 ~ 100 nm、好ましくは7 ~ 90 nm、特に好ましくは10 ~ 50 nmである。異方性を有する無機微粒子の場合には、特に、短軸方向の長さが5 ~ 50 nmであり、長軸方向の長さが10 ~ 100 nmであることが好ましい。平均粒子径は透過電子顕微鏡を用いて測定することができ、透過電子顕微鏡を用いて拡大撮影した写真から各粒子の粒子径を測定し、測定した粒子の直径の平均値を計算することにより求めることができる。無機微粒子の平均粒子径が5 nmより小さい場合は、粒子同士の凝集力が非常に強くなって、それぞれの粒子に均一な表面処理をすることが難しくなる。また、無機微粒子の平均粒子径が100 nmより大きい場合は、可視光域の光の散乱力が無視できなくなって、透明性が損なわれてしまい、例えば、日焼け止め化粧料などに配合した場合、その商品価値を低下させてしまう場合がある。

## 【0031】

また、無機微粒子は、その粒子表面へのカルボン酸変性シリコンによる処理前に、耐光性や耐薬品性などの付与の目的で、あらかじめ、ケイ素、アルミニウム、チタン、ジルコニウムの水酸化物又は酸化物の少なくとも1種で表面処理したものであってもよい。

## 【0032】

すなわち、本発明のカルボン酸変性シリコンによる表面処理と、従来公知の表面処理を併用することにより、本発明の効果と従来公知の表面処理の効果とを併せ持つ表面処理粉体を得ることもできる。例えば、これらの粉体は、本発明の表面処理と独立に、従来公知の表面処理、例えばフッ素化合物処理（パーフルオロアルキルリン酸エステル処理やパーフルオロアルキルシラン処理、パーフルオロポリエーテル処理、フルオロシリコン処理、又はフッ素化シリコン樹脂処理が好ましい）、シリコン処理（メチルヒドロジェンポリシロキサン処理、ジメチルポリシロキサン処理、又は気相法テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン処理が好ましい）、シリコン樹脂処理（トリメチルシロキシケイ酸処理が好ましい）、ペンダント処理（気相法シリコン処理後にアルキル鎖などを付加する方法）、シランカップリング剤処理、チタンカップリング剤処理、シラン処理（アルキルシランやアルキルシラザン処理が好ましい）、油剤処理、N-アシル化リジン処理、ポリアクリル酸処理、金属石鹸処理（ステアリン酸やミリスチン酸塩が好ましい）、アクリル樹脂処理、又は金属酸化物処理などがされていてよく、これらの表面処理のうちの複数で処理されていてよい。

## 【0033】

また、本発明においては、これらの粉体の1種又は2種以上を混合して、カルボン酸変性シリコンを用いた表面処理を行うことも可能である。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 3 4 】

本発明の表面処理粉体は、単独で又は他の紫外線防御剤と組み合わせて、化粧品用原料又は化粧品として用いることができる。他の紫外線防御剤には、無機系の紫外線防御剤と有機系の紫外線防御剤があり、特に、無機系と有機系の紫外線防御剤を併用することが好ましく、UV-Aに対応した紫外線防御剤とUV-Bに対応した紫外線防御剤を併用することがより好ましい。

## 【 0 0 3 5 】

無機系の紫外線防御剤としては、上記の表面処理粉末に含まれる無機微粒子と同様の微粒子を用いることができる。

## 【 0 0 3 6 】

有機系の紫外線防御剤は親油性の紫外線防御剤であり、例えば、パラアミノ安息香酸（以下PABAと略す）、PABAモノグリセリンエステル、N,N-ジブロポキシPABAエチルエステル、N,N-ジエトキシPABAエチルエステル、N,N-ジメチルPABAエチルエステル、N,N-ジメチルPABAブチルエステル、及び2-[4-(ジエチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル（ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシル、商品名：ユビナールAプラス）等の安息香酸系紫外線吸収剤；ホモメンチル-N-アセチルアントラニレート等のアントラニル酸系紫外線吸収剤；アミルサリシレート、メンチルサリシレート、ホモメンチルサリシレート、オクチルサリシレート、フェニルサリシレート、ベンジルサリシレート、及びp-イソプロパノールフェニルサリシレート等のサリチル酸系紫外線吸収剤；オクチルシンナメート、エチル-4-イソプロピルシンナメート、メチル-2,5-ジイソプロピルシンナメート、エチル-2,4-ジイソプロピルシンナメート、メチル-2,4-ジイソプロピルシンナメート、プロピル-p-メトキシシンナメート、イソプロピル-p-メトキシシンナメート、イソアミル-p-メトキシシンナメート、オクチル-p-メトキシシンナメート（2-エチルヘキシル-p-メトキシシンナメート、メトキシケイヒ酸エチルヘキシル）、2-エトキシエチル-p-メトキシシンナメート、シクロヘキシル-p-メトキシシンナメート、エチル-シアノ-フェニルシンナメート、2-エチルヘキシル-シアノ-フェニルシンナメート、グリセリルモノ-2-エチルヘキサノイル-ジパラメトキシシンナメート、3,4,5-トリメトキシ桂皮酸3-メチル-4-[メチルビス(トリメチルシロキシ)シリル]ブチル、及びジメチルジエチルベンザルマロネート（商品名：パルソールSLX（INCI名：ポリシリコーン-15））等の桂皮酸系紫外線吸収剤；2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4,4'-ジメトキシベンゾフェノン、2,2',4,4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸塩、4-フェニルベンゾフェノン、2-エチルヘキシル-4'-フェニル-ベンゾフェノン-2-カルボキシレート、ヒドロキシ-4-n-オクトキシベンゾフェノン、及び4-ヒドロキシ-3-カルボキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤；3-(4'-メチルベンジリデン)-d,1-カンファー、3-ベンジリデン-d,1-カンファー、ウロカニン酸、ウロカニン酸エチルエステル、2-フェニル-5-メチルベンゾキサゾール、2,2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニルベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-t-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、ジベンザラジン、ジアニソイルメタン、4-メトキシ-4'-t-ブチルベンゾイルメタン、5-(3,3-ジメチル-2-ノルボルニリデン)-3-ペンタン-2-オン、及び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)〔商品名：登録商標チノソルブM〕等のベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤；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〕〔INCI：オクチルトリアゾン〕、2,4-ビス{[4-(2-エチル-ヘキシルオキシ)-2-ヒドロキ

10

20

30

40

50

シ]フェニル}-6-(4-メトキシフェニル)-1,3,5-トリアジン{INCI:ビス-エチルヘキシルオキシフェノールメトキシフェニルトリアジン、及び商品名:登録商標チノソルブS}等のトリアジン系紫外線吸収剤;並びに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{INCI:オクトクリレン}等が例示される。

【0037】

また、有機系の紫外線防御剤を疎水性のポリマー粉末中に含有したものをを用いることも可能である。ポリマー粉末は中空であってもなくてもよく、平均一次粒子径は0.1~50µmの範囲にあればよく、粒度分布はブロードであってもシャープであっても構わない。ポリマーの種類としてはアクリル樹脂、メタクリル樹脂、スチレン樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート、シリコーン樹脂、ナイロン、アクリルアミド樹脂、及びシリル化ポリペプチド樹脂が例示される。有機系の紫外線防御剤を0.1~30質量%の範囲で含有するポリマー粉末が好ましい。

10

【0038】

本発明のカルボン酸変性シリコーンは、カルボキシル基の結合位置について特に制限されるものではなく、側鎖型、両末端型、片末端型、又はT構造型等と称されるいずれの構造のものも使用することができる。さらに、カルボン酸変性基中のカルボキシル基の個数についても限定されるものではなく、 $-R-(O)_a-R-COOH$  (式中、Rはそれぞれ独立に二価の有機基であり、aは0又は1である)のように1個のカルボキシル基のみを含むカルボン酸変性基であってもよく、 $-R-CR^0(-R-COOH)_2$  (式中、Rはそれぞれ独立に二価の有機基であり、 $R^0$ は1価の有機基である)のように複数のカルボキシル基を含むカルボン酸変性基であってもよい。好適には、少なくとも1つのカルボキシル基がポリシロキサンの側鎖又は末端に導入されたオルガノシロキサンである。これらのカルボン酸変性シリコーンは、SF8418、BY16-880、BY16-750、BY16-754等(東レ・ダウコーニング社製)として市場において入手可能である。

20

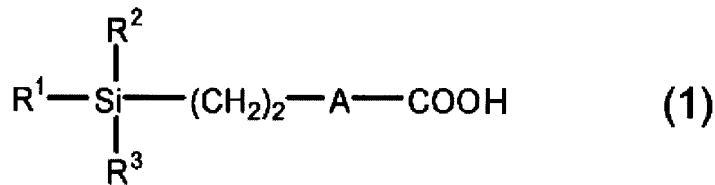
【0039】

特に、本発明に用いられるカルボン酸変性シリコーンとして好ましいものは、一般式(1)で表される、特定のオルガノシロキサン誘導体であり、平均粒子径が5~100nmの極小粒子径の無機微粒子の表面処理に好適に用いられる。

30

【0040】

【化3】



【0041】

{式中、 $R^1 \sim R^3$ は、少なくとも1つが $-O-Si(R^4)_3$ で表される基( $R^4$ は炭素数1~6のアルキル基又はフェニル基である)、又は $-O-Si(R^5)_2-X^1$ で表される基( $R^5$ は炭素数1~6のアルキル基又はフェニル基であり、 $X^1$ は*i*=1のときの下記一般式(2)で表される基である)であり、その他の $R^1 \sim R^3$ は、それぞれ独立に、置換又は非置換の一価炭化水素基であり、

40

Aは、 $C_qH_{2q}$ で表される直鎖状又は分岐鎖状のアルキレン基であり、qは0~20の整数であり、

但し、一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体の1分子中に含まれるケイ素原子の平均合計数は2~100である}。

【0042】

上記一般式(1)の $R^1 \sim R^3$ は、その全てが $-O-Si(R^4)_3$ で表される基又は

50



- O - Si ( R <sup>5</sup> ) <sub>2</sub> - X <sup>1</sup> で表される基であってもよく、少なくとも1つが - O - Si ( R <sup>4</sup> ) <sub>3</sub> で表される基又は - O - Si ( R <sup>5</sup> ) <sub>2</sub> - X <sup>1</sup> で表される基であり、その他の R <sup>1</sup> ~ R <sup>3</sup> が、それぞれ独立に、置換又は非置換の一価炭化水素基であってもよい。

【 0 0 4 3 】

また、R <sup>1</sup> ~ R <sup>3</sup> である非置換の一価炭化水素基としては、メチル基、エチル基、n - プロピル基、i - プロピル基、n - ブチル基、i - ブチル基、s - ブチル基、ペンチル基、ネオペンチル基、シクロペンチル基、及びヘキシル基等の直鎖状、分岐状あるいは環状のアルキル基；フェニル基、トリル基、及びキシリル基等のアリール基；並びにアラルキル基が例示される。R <sup>1</sup> ~ R <sup>3</sup> である置換の一価炭化水素基としては、3, 3, 3 - トリフロロプロピル基及び3, 3, 4, 4, 4 - ペンタフロロブチル基等のパーフルオロアルキル基；3 - アミノプロピル基及び3 - (アミノエチル)アミノプロピル基等のアミノアルキル基；並びにアセチルアミノアルキル基等のアミドアルキル基が例示される。また、R <sup>1</sup> ~ R <sup>3</sup> の炭化水素基の一部が水酸基、アルコキシ基、ポリエーテル基又はパーフルオロポリエーテル基で置換されていてもよく、アルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、及びプロポキシ基が例示される。

10

【 0 0 4 4 】

R <sup>1</sup> ~ R <sup>3</sup> の1つ又は2つが、- O - Si ( R <sup>4</sup> ) <sub>3</sub> で表される基、又は - O - Si ( R <sup>5</sup> ) <sub>2</sub> - X <sup>1</sup> で表される基のいずれかである場合、その他のR <sup>1</sup> ~ R <sup>3</sup> は、炭素数1 ~ 6の直鎖状又は分岐状のアルキル基であることが好ましく、メチル基又はエチル基がより好ましい。特に、一般式(1)中、R <sup>1</sup> ~ R <sup>3</sup> において、全部又は2つが - O - Si ( R <sup>4</sup> ) <sub>3</sub> で表される基、又は - O - Si ( R <sup>5</sup> ) <sub>2</sub> - X <sup>1</sup> で表される基のいずれかであることが好ましく、その他のR <sup>1</sup> ~ R <sup>3</sup> はメチル基又はエチル基であることが好ましい。

20

【 0 0 4 5 】

- O - Si ( R <sup>4</sup> ) <sub>3</sub> で表される基において、R <sup>4</sup> は、炭素数1 ~ 6のアルキル基又はフェニル基である。炭素数1 ~ 6のアルキル基としては、例えば、メチル、エチル、n - プロピル、i - プロピル、n - ブチル、i - ブチル、s - ブチル、t - ブチル、ペンチル、ネオペンチル、シクロペンチル、及びヘキシル等の直鎖状、分岐状又は環状のアルキル基が挙げられる。- O - Si ( R <sup>4</sup> ) <sub>3</sub> で表される基としては、例えば、- O - Si ( C H <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>、- O - Si ( C H <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ( C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )、- O - Si ( C H <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ( C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> )、- O - Si ( C H <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ( C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> )、- O - Si ( C H <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ( C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> )、- O - Si ( C H <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ( C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> )、及び - O - Si ( C H <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ( C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) 等が挙げられる。なお、- O - Si ( R <sup>4</sup> ) <sub>3</sub> で表される基は、トリアルキルシロキシ基が好ましく、トリメチルシロキシ基がより好ましい。

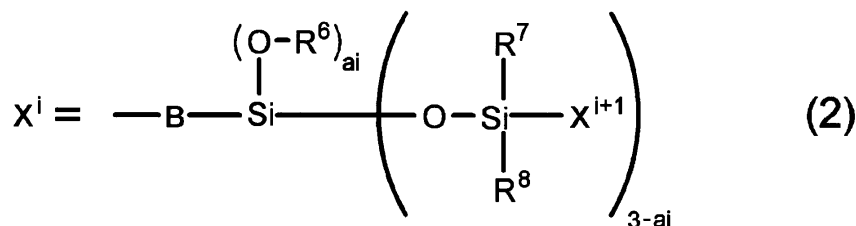
30

【 0 0 4 6 】

- O - Si ( R <sup>5</sup> ) <sub>2</sub> - X <sup>1</sup> で表される基は、 dendritic 構造を有するオルガノシロキシ基であり、R <sup>5</sup> は、炭素数1 ~ 6のアルキル基又はフェニル基である。また、X <sup>1</sup> は i = 1 のときの下記一般式(2)で示される基である。

【 0 0 4 7 】

【化4】



40

【 0 0 4 8 】

(式中、R <sup>6</sup> は、水素原子、炭素数1 ~ 6のアルキル基又はフェニル基であり、R <sup>7</sup> 及びR <sup>8</sup> は、それぞれ独立に、炭素数1 ~ 6のアルキル基又はフェニル基であり、Bは、炭素数2 ~ 20の直鎖状又は分岐鎖状のアルキレン基であり、

50

$i$  は、 $X^i$  で示されるシリルアルキル基の階層を表し、該シリルアルキル基の繰り返し数である階層数が  $n$  のとき  $1 \sim n$  の整数であり、階層数  $n$  は  $1 \sim 10$  の整数であり、

$a_i$  は、 $i$  が  $1$  のときは  $0 \sim 2$  の整数であり、 $i$  が  $2$  以上のときは  $3$  未満の整数であり、

$X^{i+1}$  は、 $i$  が  $n$  未満のときは該シリルアルキル基であり、 $i = n$  のときはメチル基である)

【0049】

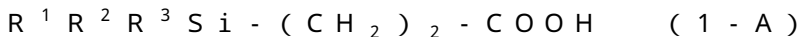
一般式(2)の  $R^6 \sim R^8$  は炭素数  $1 \sim 6$  のアルキル基であることが好ましく、全てメチル基であることがより好ましい。Bの炭素数  $2 \sim 20$  の直鎖状又は分岐鎖状のアルキレン基としては、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、及びヘキシレン基等の直鎖状アルキレン基；メチルメチレン基、メチルエチレン基、1-メチルペンチレン基、及び1,4-ジメチルブチレン基等の分岐状アルキレン基が例示される。これらの中でも、エチレン基又はヘキシレン基が好ましい。

10

【0050】

Aは、 $C_q H_{2q}$  で表される直鎖状又は分岐鎖状のアルキレン基であり、 $q$  は  $0 \sim 20$  の整数である。なお、 $q = 0$  の場合、一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体は、下記一般式(1-A)で表される化合物であり、カルボキシ変性基はエチレン基を介してケイ素と結合している。 $q$  は、 $2 \sim 15$  であることが好ましく、 $6 \sim 12$  であることがより好ましい。 $q$  の値が  $20$  を超える場合、耐皮脂性に劣ることがある。

【0051】



20

【0052】

また、一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体は、1分子中のケイ素原子の平均合計数が  $2 \sim 100$  の範囲にあることを特徴とする。ケイ素原子の平均合計数は  $3 \sim 30$  の範囲が好ましい。1分子中のケイ素原子の合計数が  $100$  を超えると粉体へ付着しにくくなり、耐水性、耐皮脂性ともに劣る場合がある。

【0053】

一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体としては、より具体的には、 $R^1$  及び  $R^2$  が  $-O-Si(R^4)_3$  で表される基 ( $R^4$  は、炭素数  $1 \sim 6$  のアルキル基である) であり、 $R^3$  が炭素数  $1 \sim 10$ 、好ましくは  $1 \sim 6$  の直鎖状又は分岐状のアルキル基であり、 $q$  の値が  $6 \sim 20$ 、好ましくは  $6 \sim 12$  であるオルガノシロキサンが用いられる。

30

【0054】

一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体は、 $R^1 R^2 R^3 Si H$  で示されるケイ素原子結合水素原子含有シロキサンと、 $CH=CH_2-A-COOSiMe_3$  で示されるビニル末端を有するカルボン酸トリメチルシリル誘導体とを、白金系触媒の存在下に付加反応させ、保護基であるトリメチルシリル基1モルあたり、少なくとも1モル以上のメタノール等の一価アルコール、水又はこれらの混合物を加えて加熱することにより、加アルコール分解によって得られる。ここで、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、及びAは、一般式(1)で定義した基である。

【0055】

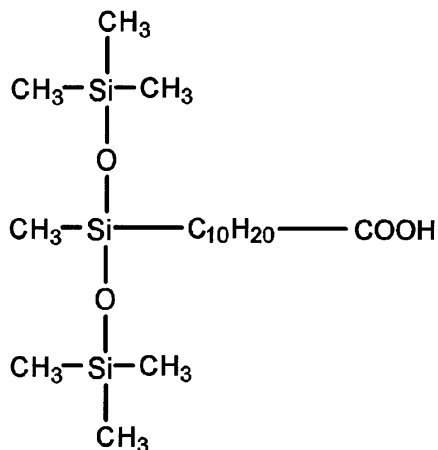
本発明に用いられるカルボン酸変性シリコーンは、最も好適には、下記構造式で示される化合物1である。下記構造を有するカルボン酸変性シリコーンで平均粒子径が  $5 \sim 100$  nmの極小粒径の無機微粒子の表面を処理することにより、 $Si-H$ 基を有する表面処理剤に比して、安全且つ簡便に処理することができる。また、他のカルボン酸変性シリコーンを用いた場合に比して、様々な分散媒に対してより優れた分散性を有し、且つ、化粧品に配合した際に、塗布後の肌への白残りがなく、のびや肌なじみの良い優れた使用感を有する表面処理粉体を得ることができる。

40

【0056】

【化5】

## 化合物1



10

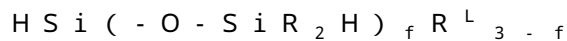
【0057】

また、一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体の製造方法は、特開2000-072784号公報、特開2000-239390号公報、及び特開2001-213885号公報に詳細に記載されている。本発明の一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体の製造方法は、特に以下の工程(1)~(3)により容易に製造することができる。

20

【0058】

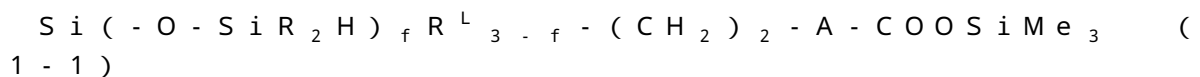
工程(1):



(式中、Rは炭素原子数1~6のアルキル基又はフェニル基であり、R<sup>L</sup>はそれぞれ独立に、置換又は非置換の一価炭化水素基であり、fは1~3の整数である)で示されるジメチルシロキシ基を有するオルガノシランと、 $\text{CH}=\text{CH}_2-\text{A}-\text{COOSiMe}_3$ で表されるビニル末端を有するカルボン酸トリメチルシリル誘導体(式中、Aは一般式(1)で定義した基である)とを、白金系金属触媒の存在下に付加反応させ、下記一般式(1-1)の中間体を得る工程。

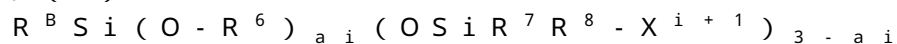
30

【0059】



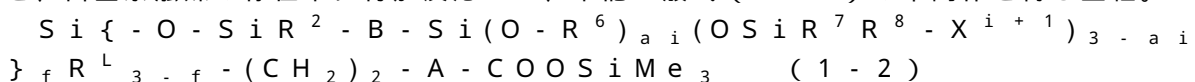
【0060】

工程(2):



(式中、R<sup>B</sup>は炭素数2~20の直鎖状又は分岐鎖状のアルケニル基であり、R<sup>6</sup>、R<sup>7</sup>、R<sup>8</sup>、X<sup>i+1</sup>、及びa<sub>i</sub>は一般式(1)で定義した基及び数である)で示されるアルケニル基を有するオルガノシランと、工程(1)で得られた一般式(1-1)の中間体とを、白金系触媒の存在下に付加反応させ、下記一般式(1-2)の中間体を得る工程。

40



【0061】

工程(3):

一般式(1-2)の中間体に、保護基であるトリメチルシリル基1モルあたり、少なくとも1モル以上のメタノール等の一価アルコール、水又はこれらの混合物を加えて加熱することにより、加アルコール分解により脱保護させる工程。

【0062】

本発明の一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体を製造するために使用する

50

白金系触媒は、ケイ素結合水素原子とアルケニル基のヒドロシリル化反応触媒であり、塩化白金酸、アルコール変性塩化白金酸、白金のオレフィン錯体、白金のケトン錯体、白金のビニルシロキサン錯体、四塩化白金、白金微粉末、アルミナ又はシリカの担体に固体状白金を担持させたもの、白金黒、白金のオレフィン錯体、白金のアルケニルシロキサン錯体、白金のカルボニル錯体、及びこれらの白金系触媒を含むメチルメタクリレート樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスチレン樹脂、又はシリコン樹脂等の熱可塑性有機樹脂粉末が例示される。好ましくは、白金の1,3-ジビニル-1,1,3,3-テトラメチルジシロキサン錯体又は塩化白金酸である。

#### 【0063】

本発明のカルボン酸変性シリコンを用いて無機微粒子の表面処理を行う場合、その処理量は、無機微粒子の種類によって異なるが、無機微粒子100質量部に対して2~10質量部であることが好ましく、3~8質量部であることがさらに好ましい。2質量部よりも少ないと、化粧品に配合した場合の使用感触の改善効果が十分に得られない場合がある。また、10質量部を超えた量のカルボン酸変性シリコンで処理すると、化粧品に配合した場合にのびが重くなる等、使用感が悪化する傾向にあるので好ましくない。

10

#### 【0064】

無機微粒子を表面処理する方法は特に限定されるものではないが、本発明のカルボン酸変性シリコンを溶解又は分散し得る有機溶媒中にカルボン酸変性シリコンを分散させた後、当該カルボン酸変性シリコンの分散液と無機微粒子とを機械力を用いて混合し、ろ過又は溶媒を留去する方法により、有機溶媒を除去する方法が好ましい。特に、前記の一般式(1)で表されるカルボン酸変性シリコン、特に化合物1であるカルボン酸変性シリコンを用いて無機微粒子を処理する場合、揮発性の有機溶媒を用いて表面処理を行った後、ろ過及び加熱又は乾燥等の手段を用いて当該揮発性の有機溶媒を除去することが好ましい。

20

#### 【0065】

前記有機溶媒は、本発明のカルボン酸変性シリコンを溶解又は分散することができるものであれば限定されず、例えば、ヘキサン、エタノール、イソプロピルアルコール、テトラヒドロフラン、イソプロピルエーテル、ジエチルエーテル、アセトン、トルエン、クロロホルム、ジクロロメタン、メチルエチルケトン、キシレン、酢酸エチル、及びイソドデカンなどの有機溶媒のほか、デカメチルシクロテトラシロキサン(D5)、及びオクタメチルシクロテトラシロキサン(D4)等の環状シリコン類を用いてもよい。特に、イソプロピルエーテル、イソプロピルアルコール、ヘキサン、及びイソドデカンが好ましく、前記の一般式(1)で表されるカルボン酸変性シリコン、特に化合物1であるカルボン酸変性シリコンを用いて無機微粒子を処理する場合、イソドデカンを使用することが最も好ましい。

30

#### 【0066】

本発明は、表面処理粉体と(c)分散溶媒とを含むスラリー組成物にも関する。上記の方法等により予め表面の一部又は全部が本発明のカルボン酸変性シリコンにより処理された無機微粒子は、様々な分散溶媒に対して優れた分散性を有するため、ミキサー等の公知の機械的手段を用いて分散溶媒中に分散することにより、分散性及び取り扱い作業性に優れたスラリー組成物を得ることができる。

40

#### 【0067】

本発明のスラリー組成物に含まれる分散溶媒は特に限定されるものではないが、例えば、シリコンオイル、脂肪族炭化水素、芳香族炭化水素、及びエステル油等が挙げられる。これらのシリコンオイル、炭化水素油、及びエステル油は、一般的な化粧品に配合可能な油剤として、後述するものと共通である。

#### 【0068】

特に、前記の一般式(1)で表されるカルボン酸変性シリコン、特に化合物1であるカルボン酸変性シリコンを用いて表面処理した無機微粒子を用いたスラリー組成物の場合、後述するシリコンオイルの使用が好適であるが、特に、メチル基、 $C_2 \sim C_{12}$ の

50

アルキル基又はフェニル基を有する低重合度のシリコーン化合物が例示される。より具体的には、25 における粘度が2 ~ 10 mPa・sの範囲にある分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、環状ジメチルポリシロキサン、SH556（東レ・ダウコーニング社製）として市場で入手可能なフェニルトリメチコン、FZ-3196（東レ・ダウコーニング社製）として市場で入手可能なアルキル変性ポリシロキサン（カプリルメチコン）を挙げることができ、他の化粧品原料との相溶性及び親和性に優れ、化粧品に配合した場合、のび、感触及び白残りを生じにくいスラリー組成物を得ることができる。

【0069】

本発明のスラリー組成物において、上記の表面処理により得られた無機微粒子と分散溶媒との配合比は、所望のスラリー組成物の粘度や最終的な化粧料の配合組成に応じて適宜選択することができ、特に制限されるものではない。特に、平均粒子径5 ~ 100 nmの酸化チタン微粒子又は酸化亜鉛微粒子を、前記の一般式(1)で表されるカルボン酸変性シリコーン、特に化合物1であるカルボン酸変性シリコーンを用いて表面処理し、皮膚用化粧料の原料用スラリー組成物を調製する場合には、処理された無機微粒子100質量部に対し、分散溶媒が10 ~ 200質量部の範囲でスラリー組成物を調製することが可能であり、且つ、好ましい。

【0070】

上記の方法により得られたスラリー組成物は、そのまま油性化粧品原料として化粧料に配合してもよく、界面活性剤、特に、シリコーン系界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、及び半極性界面活性剤からなる群より選ばれる1種又は2種類以上の界面活性剤、並びに水又はその他の親水性溶媒を用いて乳化物を形成し、所望の化粧料に配合することもできる。

【0071】

本発明の表面処理粉体は、化粧品用原料として有用であり、本発明は、表面処理粉体又はそれを含むスラリーを含む、化粧品原料及び化粧料にも関する。化粧品中の表面処理粉体の含有量としては、化粧品全体の0.1 ~ 99質量%の範囲が好ましく、化粧品全体の1 ~ 50質量%の範囲がより好ましく、1 ~ 30質量%の範囲が最も好ましい。

【0072】

本発明の化粧料は、皮膚洗浄剤、スキンケア化粧料、メイクアップ化粧料、制汗剤、サンスクリーン剤等の皮膚用化粧料として用いることが好ましく、メイクアップ化粧料又はサンスクリーン剤として用いることがより好ましい。

【0073】

本発明の化粧料は、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される成分、水、着色剤、アルコール類、水溶性高分子、皮膜形成剤、油剤、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、界面活性剤、樹脂、塩類、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分（美白剤、細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、及び抗脂漏剤等）、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物等、生理活性物質、医薬有効成分、及び香料を添加することができ、これらは特に限定されるものではない。

【0074】

水は、人体に有害な成分を含有せず、清浄であればよく、水道水、精製水、ミネラルウォーター、及び海洋深層水が例示される。本発明の化粧料が水系である場合、水相には本発明の効果を損なわない範囲で任意に水溶性の添加成分を配合することができる。また、化粧料の保存安定性等を改善する目的で、公知のpH調整剤、防腐剤、抗菌剤又は酸化防止剤を適宜配合することもできる。

【0075】

着色剤としては、ベンガラ、酸化鉄、水酸化鉄、及びチタン酸鉄等の無機赤色顔料、一酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄及び黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄及びカーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット及びコバルトバイオレット等の無

10

20

30

40

50

機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、及びチタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青及び群青等の無機青色系顔料、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505号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、緑色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色206号、及び橙色207号等のタール系色素をレーキ化したもの、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等の天然色素をレーキ化したもの等の有色顔料；酸化チタン被覆雲母、雲母チタン、酸化鉄処理雲母チタン、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、及び酸化チタン被覆着色雲母等のパール顔料；アルミニウム、金、銀、銅、白金、ステンレス等の金属粉末が挙げられる。

10

#### 【0076】

また、これらの着色剤には、撥水化処理がされていることが好ましい。これらの着色剤同士を複合化したもの、或いは、一般油剤、シリコン化合物、フッ素化合物、又は界面活性剤等で表面処理が行われたものも使用することができ、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

#### 【0077】

このような撥水化処理の例としては、着色剤を各種の撥水化表面処理剤で処理したものが挙げられ、例えばメチルヒドロジェンポリシロキサン処理、シリコンレジン処理、シリコンガム処理、アクリルシリコン処理、フッ素化シリコン処理等のオルガノシロキサン処理、ステアリン酸亜鉛処理等の金属石鹸処理、シランカップリング剤処理、及びアルキルシラン処理等のシラン処理、パーフルオロアルキルシラン、パーフルオロアルキルリン酸エステル塩、及びパーフルオロポリエーテル処理等のフッ素化合物処理及びN-ラウロイル-L-リジン処理等のアミノ酸処理、スクワラン処理等の油剤処理、並びにアクリル酸アルキル処理等のアクリル処理等が挙げられ、これらの1種以上を組み合わせ使用することが可能である。

20

#### 【0078】

アルコール類としては、低級アルコール、糖アルコール及び高級アルコールから選択される1種類以上を使用することができる。具体的には、エタノール及びイソプロパノール等の低級アルコール；ソルビトール及びマルトース等の糖アルコール；並びにラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル（パチルアルコール）、及びモノオレイルグリセリルエーテル（セラキルアルコール）等の高級アルコールが挙げられる。

30

#### 【0079】

水溶性高分子は、化粧料の使用感を向上させる目的で配合され、通常化粧料に使用されるものであれば、両性、カチオン性、アニオン性、非イオン性、又は水膨潤性粘土鉱物のいずれであっても用いることができ、1種類又は2種類以上の水溶性高分子を併用することもできる。これらの水溶性高分子は、含水成分の増粘効果を有するため、特にゲル状の含水化粧料、油中水型エマルジョン化粧料、水中油型エマルジョン化粧料を得る場合に有用である。

40

#### 【0080】

両性水溶性高分子としては、両性化デンプン、塩化ジメチルジアリルアンモニウム誘導体（例えば、アクリルアミド・アクリル酸・塩化ジメチルジアリルアンモニウム共重合体、アクリル酸・塩化ジメチルジアリルアンモニウム共重合体）、及びメタクリル酸誘導体

50

(例えば、ポリメタクリロイルエチルジメチルベタイン、N - メタクリロイルオキシエチルN, N - ジメチルアンモニウム - - メチルカルボキシベタイン・メタクリル酸アルキル共重合体等)が例示される。

【0081】

カチオン性水溶性高分子としては、第4級窒素変性ポリサッカライド(例えば、カチオン変性セルロース、カチオン変性ヒドロキシエチルセルロース、カチオン変性グアーガム、カチオン変性ローカストビーンガム、カチオン変性デンプン等)、塩化ジメチルジアリルアンモニウム誘導体(例えば、塩化ジメチルジアリルアンモニウム・アクリルアミド共重合体、ポリ塩化ジメチルメチレンピペリジニウム等)、ビニルピロリドン誘導体(例えば、ビニルピロリドン・ジメチルアミノエチルメタクリル酸共重合体塩、ビニルピロリドン・メタクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロライド共重合体、ビニルピロリドン・塩化メチルビニルイミダゾリウム共重合体等)、及びメタクリル酸誘導体(例えば、メタクリロイルエチルジメチルベタイン・塩化メタクリロイルエチルトリメチルアンモニウム・メタクリル酸2 - ヒドロキシエチル共重合体、メタクリロイルエチルジメチルベタイン・塩化メタクリロイルエチルトリメチルアンモニウム・メタクリル酸メトキシポリエチレングリコール共重合体等)が例示される。

10

【0082】

アニオン性水溶性高分子としては、ポリアクリル酸又はそのアルカリ金属塩、ポリメタアクリル酸又はそのアルカリ金属塩、ヒアルロン酸又はそのアルカリ金属塩、アセチル化ヒアルロン酸又はそのアルカリ金属塩、及びメチルビニルエーテル・無水マレイン酸共重合体の加水分解物等の脂肪族カルボン酸又はその金属塩の水溶性重合体、カルボキシメチルセルロース又はそのアルカリ金属塩、メチルビニルエーテル - マレイン酸ハーフエステル共重合体、アクリル樹脂アルカノールアミン液、並びにカルボキシビニルポリマーが例示される。

20

【0083】

非イオン性水溶性高分子としては、ポリビニルピロリドン、高重合ポリエチレングリコール、ビニルピロリドン/酢酸ビニル共重合体、ビニルピロリドン/ジメチルアミノエチルメタクリレート共重合体、ビニルカプロラクタム/ビニルピロリドン/ジメチルアミノエチルメタクリレート共重合体、セルロース又はその誘導体(例えば、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、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)、ケラチン及びコラーゲン又はその誘導体、アルギン酸カルシウム、プルラン、寒天、ゼラチン、タマリンド種子多糖類、キサンタンガム、カラギーナン、ハイメトキシシルベクチン、ローメトキシシルベクチン、グアーガム、ベクチン、アラビアゴム、結晶セルロース、アラビノガラクトン、カラヤガム、トラガカントガム、アルギン酸、アルブミン、カゼイン、カードラン、ジュランガム、デキストラン、クインシードガム、トラガントガム、キチン・キトサン誘導体、デンプン(コメ、トウモロコシ、バレイショ、及びコムギ等)、並びにケラチン及びコラーゲン又はその誘導体等の天然の高分子化合物が例示される。

30

【0084】

水膨潤性粘土鉱物は無機系水溶性高分子であって、三層構造を有するコロイド含有ケイ酸アルミニウム的一种で、一般的に、下記式(A)で表されるものが例示される。

40

$(X, Y)_2 \cdot 3(Si, Al)_4O_{10}(OH)_2Z_{1/3} \cdot nH_2O$  (A)  
(但し、Xは、Al、Fe(III)、Mn(III)、又は、Cr(III)であり、Yは、Mg、Fe(II)、Ni、Zn、又はLiであり、Zは、K、Na、又はCaである)このような無機系水溶性高分子として、具体的には、ベントナイト、モンモリロナイト、パイデライト、ノントロナイト、サポナイト、ヘクトライト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、及び無水ケイ酸が例示され、これらは天然物及び合成物のいずれであってもよい。

【0085】

油剤としては、固体、半固体、液状のいずれのものも使用することができる。具体的に

50

は、シリコーンオイル、炭化水素油、エステル油、植物性油脂類、動物性油脂類、脂肪酸、高級アルコール、トリグリセライド、人工皮脂、及びフッ素系油剤から選択される1種類又は2種類以上が例示できる。

【0086】

シリコーンオイルは、環状オルガノポリシロキサンとしてヘキサメチルシクロトリシロキサン(D3)、オクタメチルシクロテトラシロキサン(D4)、デカメチルシクロペンタシロキサン(D5)、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン(D6)、1,1-ジエチルヘキサメチルシクロテトラシロキサン、フェニルヘプタメチルシクロテトラシロキサン、1,1-ジフェニルヘキサメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラビニルテトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラシクロヘキシルテトラメチルシクロテトラシロキサン、トリス(3,3,3-トリフルオロプロピル)トリメチルシクロトリシロキサン、1,3,5,7-テトラ(3-メタクリロキシプロピル)テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラ(3-アクリロキシプロピル)テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラ(3-カルボキシプロピル)テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラ(3-ビニロキシプロピル)テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラ(p-ビニルフェニル)テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラ[3-(p-ビニルフェニル)プロピル]テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラ(N-アクリロイル-N-メチル-3-アミノプロピル)テトラメチルシクロテトラシロキサン、及び1,3,5,7-テトラ(N,N-ビス(ラウロイル)-3-アミノプロピル)テトラメチルシクロテトラシロキサン等が例示される。直鎖状オルガノポリシロキサンとしては、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン(2cstや6cst等低粘度~100万cst等高粘度のジメチルシリコーン)、オルガノハイドロジェンポリシロキサン、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルフェニルポリシロキサン、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジフェニルポリシロキサン、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・ジフェニルシロキサン共重合体、トリメチルペンタフェニルトリシロキサン、フェニル(トリメチルシロキシ)シロキサン、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルアルキルポリシロキサン、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン・メチルアルキルシロキサン共重合体、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチル(3,3,3-トリフルオロプロピル)シロキサン共重合体、 $\gamma$ -ジヒドロキシポリジメチルシロキサン、 $\gamma$ -ジエトキシポリジメチルシロキサン、1,1,1,3,5,5,5-ヘプタメチル-3-オクチルトリシロキサン、1,1,1,3,5,5,5-ヘプタメチル-3-ドデシルトリシロキサン、1,1,1,3,5,5,5-ヘプタメチル-3-ヘキサデシルトリシロキサン、トリストリメチルシロキシメチルシラン、トリストリメチルシロキシアルキルシラン、テトラキストリメチルシロキシシラン、テトラメチル-1,3-ジヒドロキシジシロキサン、オクタメチル-1,7-ジヒドロキシテトラシロキサン、ヘキサメチル-1,5-ジエトキシトリシロキサン、ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、高級アルコキシ変性シリコーン、及び高級脂肪酸変性シリコーン等が例示される。

【0087】

炭化水素油としては、流動パラフィン、軽質流動イソパラフィン、重質流動イソパラフィン、ワセリン、n-パラフィン、イソパラフィン、イソドデカン、イソヘキサデカン、ポリイソブチレン、水素化ポリイソブチレン、ポリブテン、オゾケライト、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックス、ポリエチレンワックス、ポリエチレン・ポリピロピレンワックス、スクワラン、スクワレン、プリスタン、及びポリイソプレン等が例示される。

【0088】

エステル油としては、オクタン酸ヘキシルデシル、オクタン酸セチル、ミリスチン酸イ

10

20

30

40

50



ソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、オレイン酸オレイル、オレイン酸デシル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ジメチルオクタノ酸ヘキシルデシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジブチル、酢酸ラノリン、モノステアリン酸エチレングリコール、モノステアリン酸プロピレングリコール、ジオレイン酸プロピレングリコール、モノステアリン酸グリセリル、モノオレイン酸グリセリル、トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル、トリ2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、トリエチルヘキサン酸ジトリメチロールプロパン、(イソステアリン酸/セバシン酸)ジトリメチロールプロパン、トリオクタノ酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、アジピン酸ジイソプロピル、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、リンゴ酸ジイソステアリル、モノイソステアリン酸水添ヒマシ油、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸オクチルドデシル、イソステアリン酸イソプロピル、イソステアリン酸イソセチル、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸エチル、オレイン酸オクチルドデシル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、コハク酸ジオクチル、ステアリン酸イソセチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、セバシン酸ジエチル、セバシン酸ジオクチル、セバシン酸ジブチルオクチル、パリミチン酸セチル、パルミチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸オクチル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジ(コレステリル/ベヘニル/オクチルドデシル)、N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジ(コレステリル/オクチルドデシル)、N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジ(フィトステリル/ベヘニル/オクチルドデシル)、N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジ(フィトステリル/オクチルドデシル)、N-ラウロイルサルコシンイソプロピル、リンゴ酸ジイソステアリル、ジオクタノ酸ネオペンチルグリコール、ネオペンタン酸イソデシル、ネオペンタン酸イソトリデシル、ネオペンタン酸イソステアリル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシル、イソノナン酸オクチル、イソノナン酸イソトリデシル、ジネオペンタン酸ジエチルペンタンジオール、ジネオペンタン酸メチルペンタンジオール、ネオデカン酸オクチルドデシル、ジオクタノ酸2-ブチル-2-エチル-1,3-プロパンジオール、テトラオクタノ酸ペンタエリスリチル、水素添加ロジンペンタエリスリチル、トリエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル、(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、テトライソステアリン酸ポリグリセリル、ノナイソステアリン酸ポリグリセリル-10、デカ(エルカ酸/イソステアリン酸/リシノレイン酸)ポリグリセリル-8、(ヘキシルデカン酸/セバシン酸)ジグリセリルオリゴエステル、ジステアリン酸グリコール(ジステアリン酸エチレングリコール)、ダイマージリノール酸ジイソプロピル、ダイマージリノール酸ジイソステアリル、ダイマージリノール酸ジ(イソステアリル/フィトステリル)、ダイマージリノール酸(フィトステリル/ベヘニル)、ダイマージリノール酸(フィトステリル/イソステアリル/セチル/ステアリル/ベヘニル)、ダイマージリノール酸ダイマージリノレイル、ジイソステアリン酸ダイマージリノレイル、ダイマージリノレイル水添ロジン縮合物、ダイマージリノール酸硬化ヒマシ油、ヒドロキシアルキルダイマージリノレイルエーテル、トリイソオクタノ酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリミリスチン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、トリオクタノ酸グリセリル、トリオレイン酸グリセリル、ジイソステアリン酸グリセリル、トリ(カプリル酸/カプリン酸)グリセリル、トリ(カプリル酸/カプリン酸/ミリスチン酸/ステアリン酸)グリセリル、水添ロジントリグリセリド(水素添加エステルガム)、ロジントリグリセリド(エステルガム)、ベヘン酸エイコサン二酸グリセリル、ジ-2-ヘプチルウンデ

10

20

30

40

50

カン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル、酢酸コレステリル、ノナン酸コレステリル、ステアリン酸コレステリル、イソステアリン酸コレステリル、オレイン酸コレステリル、12-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、イソステアリン酸フィトステリル、軟質ラノリン脂肪酸コレステリル、硬質ラノリン脂肪酸コレステリル、長鎖分岐脂肪酸コレステリル、長鎖 - ヒドロキシ脂肪酸コレステリル、リシノレイン酸オクチルドデシル、ラノリン脂肪酸オクチルドデシル、エルカ酸オクチルドデシル、イソステアリン酸硬化ヒマシ油、アボカド油脂肪酸エチル、及びラノリン脂肪酸イソプロピル等が例示される。

【0089】

天然動植物油脂類及び半合成油脂として、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カボックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、オリーブスクワラン、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシク油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、水添ホホバエステル、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル、及び卵黄油等が挙げられる。ここで、POEはポリオキシエチレンを意味する。

【0090】

高級脂肪酸としては、例えば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキサエン酸(DHA)、イソステアリン酸、及び12-ヒドロキシステアリン酸等が挙げられる。

【0091】

高級アルコールとしては、例えば、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル(パチルアルコール)、及びモノオレイルグリセリルエーテル(セラキルアルコール)等が挙げられる。

【0092】

フッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、及びパーフルオロオクタタン等が挙げられ、これらの油剤は必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0093】

油溶性ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジシクミリスレート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、及び、 $\alpha$ -ジ-n-ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、及びショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、イヌリンステアリン酸エステル及びフラクトオリゴ糖2-エチルヘキサン酸エステル等のフラクトオリゴ糖脂肪酸エステル、モノベンジリ

10

20

30

40

50

デンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、並びにジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー及びジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等が挙げられ、これらは必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【 0 0 9 4 】

界面活性剤としては、シリコーン系界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、及び半極性界面活性剤からなる群より選ばれる１種又は２種類以上の界面活性剤を併用することができる。

【 0 0 9 5 】

シリコーン系界面活性剤は、油剤の乳化や洗浄、粉体の分散や表面処理用成分として使用される場合が多く、代表的には、ポリグリセリル変性シリコーン、グリセリル変性シリコーン、糖変性シリコーン、フッ素ポリエーテル変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、カルボン酸変性シリコーン、糖変性シリコーン、直鎖状シリコーン・ポリエーテルブロック共重合体（ポリシリコーン - 13等）、及び長鎖アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン等が例示される。

【 0 0 9 6 】

アニオン性界面活性剤としては、飽和又は不飽和脂肪酸塩（例えば、ラウリン酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、及びリノレン酸ナトリウム等）、アルキル硫酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸（例えば、ヘキシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、及びドデシルベンゼンスルホン酸等）及びその塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩、スルホコハク酸アルキルエステル塩、ポリオキシアルキレンスルホコハク酸アルキルエステル塩、ポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、アルカンスルホン酸塩、オクチルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ドデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、アルキルスルホネート、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル酢酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルリン酸塩、アシルグルタミン酸塩、 $\alpha$ -アシルスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルアリルスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルカンスルホン酸塩、アルキル又はアルケニル硫酸塩、アルキルアミド硫酸塩、アルキル又はアルケニルリン酸塩、アルキルアミドリリン酸塩、アルキロイルアルキルタウリン塩、N-アシルアミノ酸塩、スルホコハク酸塩、アルキルエーテルカルボン酸塩、アミドエーテルカルボン酸塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩、アラニン誘導体、グリシン誘導体、及びアルギニン誘導体が例示される。塩としてはナトリウム塩等のアルカリ金属塩、マグネシウム塩等のアルカリ土類金属塩、トリエタノールアミン塩等のアルカノールアミン塩、及びアンモニウム塩が挙げられる。

【 0 0 9 7 】

カチオン性界面活性剤としては、塩化アルキルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化牛脂アルキルトリメチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、臭化ステアリルトリメチルアンモニウム、臭化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化ジココイルジメチルアンモニウム、塩化ジオクチルジメチルアンモニウム、塩化ジ（POE）オレイルメチルアンモニウム（2EO）、塩化ベンザルコニウム、塩化アルキルベンザルコニウム、塩化アルキルジメチルベンザルコニウム、塩化ベンゼトニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム、ラノリン誘導四級アンモニウム塩、ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド、ステアリン酸ジメチルアミノプロピルアミド、塩化ベヘニン酸アミドプロピルジメチルヒドロキシプロピルアンモニウム、塩化ステアロイルコラミノホルミルメチルピリジニウム、塩化セチルピリジニウム、塩化トール油アルキルベンジルヒドロキシエチルイミダゾリニウム、及びベンジルアンモニウム塩が例示される。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 9 8 】

ノニオン性界面活性剤として、ジイソステアリン酸ポリグリセリル、ポリヒドロキシステアリン酸ジグリセリル、イソステアリルグリセリルエーテル、ポリオキシアルキレンエーテル類、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル類、ポリオキシアルキレン脂肪酸エステル類、ポリオキシアルキレン脂肪酸ジエステル類、ポリオキシアルキレン樹脂酸エステル類、ポリオキシアルキレン（硬化）ヒマシ油類、ポリオキシアルキレンアルキルフェノール類、ポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル類、ポリオキシアルキレンフェニルフェニルエーテル類、ポリオキシアルキレンアルキルエステル類、ポリオキシアルキレンアルキルエステル類、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレンソルビタンアルキルエステル類、ポリオキシアルキレンソルビタン脂肪酸エステル類、ポリオキシアルキレンソルビット脂肪酸エステル類、ポリオキシアルキレングリセリン脂肪酸エステル類、ポリグリセリンアルキルエーテル類、ポリグリセリン脂肪酸エステル類、ショ糖脂肪酸エステル類、脂肪酸アルカノールアミド、アルキルグルコシド類、ポリオキシアルキレン脂肪酸ビスフェニルエーテル類、ポリプロピレングリコール、ジエチレングリコール、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックポリマー、アルキルポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックポリマーエーテル、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックポリマー、アルキルポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックポリマーエーテル、及びフッ素系界面活性剤等が例示される。

10

## 【 0 0 9 9 】

両性界面活性剤としては、イミダゾリン型、アミドベタイン型、アルキルベタイン型、アルキルアミドベタイン型、アルキルスルホベタイン型、アミドスルホベタイン型、ヒドロキシルスルホベタイン型、カルボベタイン型、ホスホベタイン型、アミノカルボン酸型、及びアミドアミノ酸型両性界面活性剤が例示される。具体的には、2 - ウンデシル - N , N - ( ヒドロキシエチルカルボキシメチル ) - 2 - イミダゾリンナトリウム、及び2 - ココイル - 2 - イミタゾリニウムヒドロキサイド - 1 - カルボキシエチロキシ - 2 - ナトリウム塩等のイミダゾリン型両性界面活性剤；ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン及びミリスチルベタイン等のアルキルベタイン型両性界面活性剤；ヤシ油脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、パーム核油脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、牛脂脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、硬化牛脂脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ミリスチン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、パルミチン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ステアリン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、及びオレイン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン等のアミドベタイン型両性界面活性剤；ヤシ油脂肪酸ジメチルスルホプロピルベタイン等のアルキルスルホベタイン型両性界面活性剤；ラウリルジメチルアミノヒドロキシルスルホベタイン等のアルキルヒドロキシルスルホベタイン型両性界面活性剤；ラウリルヒドロキシホスホベタイン等のホスホベタイン型両性界面活性剤；N - ラウロイル - N ' - ヒドロキシエチル - N ' - カルボキシメチルエチレンジアミンナトリウム、N - オレオイル - N ' - ヒドロキシエチル - N ' - カルボキシメチルエチレンジアミンナトリウム、N - ココイル - N ' - ヒドロキシエチル - N ' - カルボキシメチルエチレンジアミンナトリウム、N - ラウロイル - N ' - ヒドロキシエチル - N ' - カルボキシメチルエチレンジアミンカリウム、N - オレオイル - N ' - ヒドロキシエチル - N ' - カルボキシメチルエチレンジアミンカリウム、N - ラウロイル - N - ヒドロキシエチル - N ' - カルボキシメチルエチレンジアミンナトリウム、N - オレオイル - N - ヒドロキシエチル - N ' - カルボキシメチルエチレンジアミンナトリウム、N - ココイル - N - ヒドロキシエチル - N ' - カルボキシメチルエチレンジアミンナトリウム、N - ラウロイル - N - ヒドロキシエチル - N ' , N ' - ジカルボキシメチルエチレンジアミンモノナトリウム、N - オレオイル - N - ヒドロキシエチル - N ' , N ' - ジカルボキシメチルエチレンジアミンモノナトリウム、N - ココイル - N - ヒドロキシエチル - N ' , N ' - ジカルボキシメチルエチレンジアミンモノナトリウム、N - ラウロイル - N - ヒドロキシエチル - N ' , N ' - ジカルボキシメチルエチレンジア

20

30

40

50

ミンジナトリウム、N - オレオイル - N - ヒドロキシエチル - N' , N' - ジカルボキシメチルエチレンジアミンジナトリウム、及びN - ココイル - N - ヒドロキシエチル - N' , N' - ジカルボキシメチルエチレンジアミンジナトリウム等ののアミドアミノ酸型両性界面活性剤が例示される。

【0100】

半極性界面活性剤としては、アルキルアミノオキサイド型界面活性剤、アルキルアミノオキサイド、アルキルアミドアミノオキサイド、アルキルヒドロキシアミノオキサイド等が例示され、炭素数10～18のアルキルジメチルアミノオキサイド、及び炭素数8～18のアルコキシエチルジヒドロキシエチルアミノオキサイド等が好ましく用いられる。具体的には、ドデシルジメチルアミノオキサイド、ジメチルオクチルアミノオキサイド、ジエチルデシルアミノオキサイド、ビス - (2 - ヒドロキシエチル)ドデシルアミノオキサイド、ジブロピルテトラデシルアミノオキサイド、メチルエチルヘキサデシルアミノオキサイド、ドデシルアミドプロピルジメチルアミノオキサイド、セチルジメチルアミノオキサイド、ステアリルジメチルアミノオキサイド、タロウジメチルアミノオキサイド、ジメチル - 2 - ヒドロキシオクタデシルアミノオキサイド、ラウリルジメチルアミノオキシド、ミリスチルジメチルアミノオキシド、ステアリルジメチルアミノオキシド、イソステアリルジメチルアミノオキシド、ヤシ脂肪酸アルキルジメチルアミノオキシド、カプリル酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、カプリン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、ミリスチン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、パルミチン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、ステアリン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、イソステアリン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、オレイン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、リシノレイン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、12 - ヒドロキシステアリン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、ヤシ脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、パーム核油脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、ヒマシ油脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド、ラウリン酸アミドエチルジメチルアミノオキシド、ミリスチン酸アミドエチルジメチルアミノオキシド、ヤシ脂肪酸アミドエチルジメチルアミノオキシド、ラウリン酸アミドエチルジエチルアミノオキシド、ミリスチン酸アミドエチルジエチルアミノオキシド、ヤシ脂肪酸アミドエチルジエチルアミノオキシド、ラウリン酸アミドエチルジヒドロキシエチルアミノオキシド、ミリスチン酸アミドエチルジヒドロキシエチルアミノオキシド、及びヤシ脂肪酸アミドエチルジヒドロキシエチルアミノオキシドが例示される。

【0101】

塩類として、無機塩、有機酸塩、アミン塩及びアミノ酸塩が挙げられる。無機塩としては、例えば、塩酸、硫酸、炭酸、硝酸等の無機酸のナトリウム塩、カリウム塩、マグネシウム塩、カルシウム塩、アルミニウム塩、ジルコニウム塩、及び亜鉛塩等；有機酸塩としては、例えば、酢酸、デヒドロ酢酸、クエン酸、りんご酸、コハク酸、アスコルビン酸、及びステアリン酸等の有機酸類の塩；並びにアミン塩及びアミノ酸塩としては、例えば、トリエタノールアミン等のアミン類の塩、及びグルタミン酸等のアミノ酸類の塩等が挙げられる。また、その他、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸等の塩、アルミニウムジルコニウムグリシン錯体等、及び化粧品処方の中で使用される酸 - アルカリの中和塩等も使用することができる。

【0102】

保湿剤としては、グリセリン、ソルビトール、プロピレングリコール、ジブロピレングリコール、1,3 - ブチレングリコール、グルコース、キシリトール、マルチトール、及びポリエチレングリコール等の多価アルコール類；ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド、及びPEG / PPGジメチルエーテル等が挙げられる。

【0103】

防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウ

10

20

30

40

50

ム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、及びフェノキシエタノール等が挙げられ、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、トリクロサン、感光素、及びフェノキシエタノール等が挙げられるが、口紅の場合は配合しないことが好ましい。

【0104】

酸化防止剤としては、例えば、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン、及びフィチン酸等が挙げられる。

【0105】

pH調整剤としては、例えば、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d 1 - リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、及び炭酸水素アンモニウム等が挙げられる。

10

【0106】

キレート剤としては、例えば、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、及びリン酸等が挙げられる。

【0107】

清涼剤としては、L - メントール及びカンフル等が挙げられ、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、グリチルリチン酸、トラネキサム酸、及びアズレン等が挙げられる。

【0108】

美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、及びユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸 - ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、 - ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、及び - オリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛及びタンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ及びチアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられ、ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、及びフラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB 2 類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート、及びピリドキシントリパルミテート等のビタミンB 6 類、ビタミンB 1 2 及びその誘導体、ビタミンB 1 5 及びその誘導体等のビタミンB 類、L - アスコルビン酸、L - アスコルビン酸ジパルミチン酸エステル、L - アスコルビン酸 - 2 - 硫酸ナトリウム、及びL - アスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンC 類、エルゴカルシフェロール、及びコレカルシフェロール等のビタミンD 類、 - トコフェノール、 - トコフェロール、 - トコフェロール、酢酸d 1 - - トコフェロール、ニコチン酸d 1 - - トコフェロール、及びコハク酸d 1 - - トコフェロール等のビタミンE 類、ビタミンH、ビタミンP、ニコチン酸及びニコチン酸ベンジル等のニコチン酸類、並びにパントテン酸カルシウム、D - パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、及びアセチルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類等が挙げられる。

20

30

40

【0109】

アミノ酸としては、グリシン、ヴァリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シスチン、システイン、メチオニン、及びトリプトファン等のアミノ酸並びにノ又はその塩が例示される。

【0110】

核酸としては、デオキシリボ核酸等が挙げられ、ホルモンとしては、エストラジオール及びエテニルエストラジオール等が挙げられる。

【0111】

50

生理活性成分は、皮膚又は毛髪に塗布した場合に皮膚又は毛髪に何らかの生理活性を与える物質であって、親油性であるものが例示される。例えば、抗炎症剤、老化防止剤、ひきしめ剤、発毛剤、育毛剤、保湿剤、血行促進剤、乾燥剤、温感剤、ビタミン類、創傷治癒促進剤、刺激緩和剤、鎮痛剤、細胞賦活剤、及び酵素成分等が挙げられる。同様に、天然系の植物抽出成分、海藻抽出成分、及び/又は生薬成分を好ましく配合することができる。

## 【0112】

医薬有効成分は、疾患治療効果を有する物質であって、例えば、タンパク質、ペプチド、及び低分子化合物が挙げられる。

## 【0113】

香料は、親油性の香料であれば特に限定されるものではなく、種々の植物の花、種子、葉、又は根等から抽出した香料、海藻類から抽出した香料、動物の各部位又は分泌物から抽出した香料（例、じゃこウ、マッコウ）、及び人工的に合成した香料（例、メントール、ムスク、酢酸エステル、バニラ）が例示される。香料は、化粧品に香気、香りを付与するために配合される。色素は油溶性染料、体質顔料、無機顔料、有機顔料、及び親油性の蛍光増白剤等がある。

## 【0114】

本発明のカルボン酸変性シリコーンによって粉体を表面処理することにより、分散性が改善されるとともに使用感に優れた表面処理粉体が得られる。したがって、得られた表面処理粉体を化粧品に配合した場合には、肌上へののびや付着性のみならず、非常に優れた化粧持ち効果を発揮することができる。化粧品に配合する場合、サンスクリーン剤、化粧下地料、及びファンデーションなどがその対象として挙げられる。

## 【0115】

また、本発明にかかる表面処理粉体を化粧品に配合する場合、その配合量は、各種化粧品に合わせて適宜決定されるが、化粧品組成物中1～50質量%配合することが好ましく、1～30質量%の配合が特に好ましい。

## 【0116】

つぎに、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明する。ただし、本発明はそれらの実施例のみに限定されるものではない。

## 【実施例】

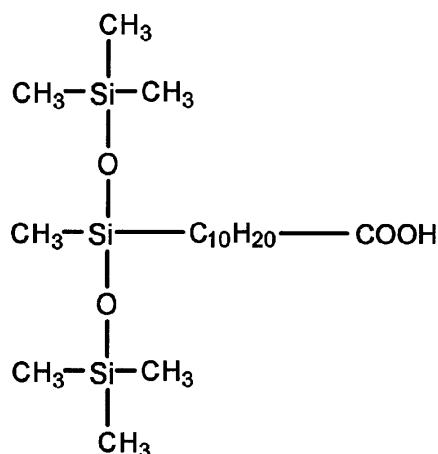
## 【0117】

以下に実施例に用いたカルボン酸変性シリコーン（化合物1）の構造を示す。

## 【0118】

## 【化6】

## 化合物1



## 【0119】

オルガノシロキサンとして上記化合物 1 を用いて、各種微粒子粉体に対して表面処理を施すことによって表面処理粉体を調製し、有機物 (w t %) 及び疎水化度 (%) についての評価を行った。試験方法は以下に示すとおりである。

【0120】

(有機物 (w t %))

表面処理粉体を、1100 の温度、酸素雰囲気下で、シリカ表面に化学結合する疎水性基を  $\text{CO}_2$  に熱分解した後、微量炭素分析装置 (Horiba 製「EMIA-110」) により、有機物 (w t %) を求めた。

【0121】

(疎水化度 (%))

表面処理粉体の試料 0.5 g に、メタノールと水の混合溶液 (25 ) 100 ml を加え、シェーカーで 30 分間振り混ぜた後、一晚静置して混合溶液に対する粉体の浮遊割合を測定した。水-メタノールの比を変えて上記操作を行い、浮遊量が 0 % となるメタノール濃度 (容量 %) を疎水化度 (%) として求めた。

【0122】

また、得られた表面処理粉体を用いてスラリーを調製し、粘度及び透過率についての評価を行った。試験方法は以下に示すとおりである。

【0123】

(粘度)

B 型回転粘度計 (ビスメトロン粘度計、芝浦システム (株)) No. 3 ローターを使用し、25、30 rpm で 1 分後の粘度を測定した。

【0124】

(透過率測定)

分光光度計 (spectrophotometer U-2010, 日立製作所) で、300 ~ 800 nm の可視紫外光線透過率を測定した。

【0125】

続いて得られたスラリーを用いてサンスクリーンを調製し、使用感触 (のびの良さ、べたつきのなさ、肌なじみの良さ) についての評価を行った。試験内容及び評価基準は以下に示すとおりである。

【0126】

(使用感触)

専門パネラー 10 名により、のびの良さ、べたつきのなさ、肌なじみの良さ、白残りの少なさを評価した。なお、評価は以下の基準に従い、5 段階評価によりその平均値を記載した。

【0127】

評価基準

5 : 非常に良い

4 : 良い

3 : 普通

2 : やや悪い

1 : 悪い

【0128】

算出した平均値により、下記の 4 段階で評価した。

○ : 平均点が 4.5 以上

△ : 平均点が 3.5 以上 4.5 未満

□ : 平均点が 2.5 以上 3.5 未満

× : 平均点が 2.5 未満

【0129】

[実施例 1]

トルエン中にオルガノシロキサン誘導体 (化合物 1) とチタン工業製微粒子酸化チタン

10

20

30

40

50



(まゆ状、水酸化アルミ処理品、平均粒子径：短軸直径30nm、長軸直径80nm)を順番に添加して攪拌した後、150のオープンでトルエンを乾燥除去し、焼付け処理を行った。その後、粉碎機で粉碎して表面処理粉体を得た。評価結果を下記表1に示す。

【0130】

【表1】

<表1>

	表面処理剤	水酸化Al(wt%)	有機物(wt%)	疎水化度(%)
実施例1	オルガノシロキサン誘導体 (化合物1)	22.3	6.4	27.5~30.0
比較例1	ハイドロジェンジメチコン	21.4	5.4	45.0~47.5
比較例2	ステアリン酸	21.5	6.8	30.0~32.5

10

【0131】

[比較例1]

実施例1と同種類の微粒子酸化チタン(水酸化アルミ処理品)をメチルハイドロジェンポリシロキサンで表面処理したチタン工業製微粒子酸化チタン(商品名:ST-605EC)を比較例1とした。

【0132】

[比較例2]

実施例1と同種類の微粒子酸化チタン(水酸化アルミ処理品)をステアリン酸で表面処理したチタン工業製微粒子酸化チタンを比較例2とした。

20

【0133】

[実施例2]

イソドデカン80g中にオルガノシロキサン誘導体(化合物1)を1.5g、石原産業社製微粒子酸化亜鉛(商品名:FZO-50、未処理品、平均粒子径:21nm)30gを順番に添加して攪拌し、さらに該混合物を超音波洗浄器にて約20分かけて均一化した後、吸引ろ過して、固液を分離し、得られた固体分を150のオープンでイソドデカンで乾燥除去し、焼付け処理を行った。その後、粉碎機で粉碎して実施例2の表面処理粉体を得た。

【0134】

[実施例3]

イソドデカン80g中にオルガノシロキサン誘導体(化合物1)を1.5g、石原産業社製酸化チタン(商品名:TTO-S-4、水酸化アルミ処理、ステアリン酸被覆品、平均粒子径:短軸直径10~20nm、長軸直径50~100nm)30gを順番に添加して攪拌し、さらに該混合物を超音波洗浄器にて約20分かけて均一化した後、吸引ろ過して、固液を分離し、得られた固体分を150のオープンでイソドデカンで乾燥除去し、焼付け処理を行った。その後、粉碎機で粉碎して実施例3の表面処理粉体を得た。

30

【0135】

[実施例4]

イソドデカン80g中にオルガノシロキサン誘導体(化合物1)を1.5g、テイカ製酸化亜鉛(商品名:MZ-300、未処理品、平均粒子径:35nm)30gを順番に添加して攪拌し、さらに該混合物を超音波洗浄器にて約20分かけて均一化した後、吸引ろ過して、固液を分離し、得られた固体分を150のオープンでイソドデカンで乾燥除去し、焼付け処理を行った。その後、粉碎機で粉碎して実施例4の表面処理粉体を得た。

40

【0136】

[比較例3]

実施例4で使用したテイカ製未処理酸化亜鉛MZ-300を比較例4とした。

【0137】

[比較例4]

実施例4と同様の酸化亜鉛をジメチコン・メチコンコポリマーで表面処理したテイカ製

50

酸化亜鉛 M Z Y - 3 0 3 S を比較例 4 とした。

【 0 1 3 8 】

[ 実施例 5 ] [ 比較例 5 ]

実施例 1 及び比較例 1 の表面処理微粒子酸化チタンを、それぞれ微粒子酸化チタン / 環状シリコーン ( 東レ・ダウコーニング社製 S H 2 4 5 ) / シリコーン系分散剤 ( 東レ・ダウコーニング社製 E S - 5 6 1 2 ) / 1 m m ジルコニアビーズ = 4 0 g / 5 0 g / 1 0 g / 3 0 0 g の配合割合で 2 5 0 m L ガラスマヨネーズ瓶に採取し、ペイントコンディショナー ( レッドデビル社製 ) を使用して 2 時間分散した。得られた各スラリーを石英ガラス板上へ 1 0 μ m の膜厚で塗布し、形成した膜の波長 3 0 0 n m ~ 8 0 0 n m における透過率曲線を測定した。測定結果を図 1 に示す。実施例 5 の表面処理粉体を用いた場合は比較例 5 よりも透明性がやや低かったものの、十分な使用レベルであることが確認された。また、スラリーの粘度を測定したところ、実施例 5 は 2 8 0 m P a . s であったのに対し、比較例 5 は 1 2 0 m P a . s であった。両者ともに環状シリコーンへの分散性に優れていた。さらに、室温で 1 7 ヶ月保管した場合の保存安定性を比較した結果、両者ともに濃度上昇及びケーキングは起きないことを確認した。

10

【 0 1 3 9 】

[ 実施例 6 ] [ 比較例 6 ]

実施例 1 及び比較例 2 の表面処理微粒子酸化チタンを、それぞれ微粒子酸化チタン / 水添ポリイソブテン ( 日油製 パールリーム 4 ) / 有機系分散剤 ( 日清オイリオ社製 サラコス H S - 6 C ) / 1 m m ジルコニアビーズ = 5 5 g / 4 0 g / 5 g / 3 0 0 g の配合割合で 2 5 0 m L ガラスマヨネーズ瓶に採取し、ペイントコンディショナー ( レッドデビル社製 ) を使用して 2 時間分散した。得られた各スラリーを石英ガラス板上へ 1 0 μ m の膜厚で塗布し、形成した膜の波長 3 0 0 n m ~ 8 0 0 n m における透過率曲線を測定した。測定結果を図 2 に示す。実施例 6 のスラリーの透過率は、比較例 6 のスラリーの透過率と同程度であることが分かった。また、スラリーの粘度を測定したところ、実施例 6 は 9 4 0 m P a . s であったのに対し、比較例 6 は 4 4 0 m P a . s と環状シリコーン分散体と比較するとやや粘度が高かったものの、両者ともに使用レベルであった。

20

【 0 1 4 0 】

[ 実施例 7 ] [ 比較例 7 ]

実施例 2 及びその未処理の微粒子酸化亜鉛 F Z O - 5 0 を、それぞれ微粒子酸化亜鉛 / 環状シリコーン ( 東レ・ダウコーニング社製 S H 2 4 5 ) / シリコーン系分散剤 ( 東レ・ダウコーニング社製 E S - 5 6 1 2 ) / 0 . 8 m m ジルコニアビーズ = 1 8 g / 1 0 . 5 g / 1 . 5 g / 1 2 0 g の配合割合で 2 2 5 m L ガラスマヨネーズ瓶に採取し、ペイントシェーカー ( 浅田鉄工社製 ) を使用して 1 5 時間分散した。得られた各スラリーの粘度は実施例 7 が 2 0 0 0 m P a . s であったのに対し、未処理の比較例 7 は粉が濡れたのみで液状とならず、粘度の測定は不可能であった。

30

【 0 1 4 1 】

[ 実施例 8 ] [ 比較例 8 ] [ 比較例 9 ]

実施例 4 と比較例 3 及び 4 の微粒子酸化亜鉛を、それぞれ微粒子酸化亜鉛 / 環状シリコーン ( 東レ・ダウコーニング社製 S H 2 4 5 ) / シリコーン系分散剤 ( 東レ・ダウコーニング社製 E S - 5 6 1 2 ) / 0 . 8 m m ジルコニアビーズ = 1 8 g / 1 0 . 5 g / 1 . 5 g / 1 2 0 g の配合割合で 2 2 5 m L ガラスマヨネーズ瓶に採取し、ペイントシェーカー ( 浅田鉄工社製 ) を使用して 1 5 時間分散した。得られた各スラリーの粘度は実施例 1 0 が 1 0 0 0 m P a . s であったのに対し、比較例 3 を使用した比較例 8 は粉が濡れたのみで液状とならず粘度の測定は不可であり、比較例 9 のシリコーン処理品は 1 5 0 m P a . s であった。

40

【 0 1 4 2 】

実施例 5 ~ 8 及び比較例 5 ~ 9 で用いた微粒子粉体、表面処理剤、分散溶媒、及びスラリー粘度を下記表 2 にまとめた。本実施例に係るスラリー組成物は、ハイドロジェンジメチコン処理と異なり、水素発生の問題を生じることなく、実用性のある粘度範囲でスラリー

50

一組成物を調製できることが確認できた。

【 0 1 4 3 】

【 表 2 】

<表2>

	微粒子粉体	被覆剤	分散溶媒	スラリー粘度(mPa・s)
実施例5	酸化チタンA* <sup>1</sup>	水酸化Al/化合物1	環状シリコーン	280
比較例5	酸化チタンA	水酸化Al/ハイドロジェンジメチコン	環状シリコーン	120* <sup>4</sup>
実施例6	酸化チタンA	水酸化Al/化合物1	水添ポリイソブテン	940
比較例6	酸化チタンA	水酸化Al/ステアリン酸	水添ポリイソブテン	640
実施例7	酸化亜鉛A* <sup>2</sup>	化合物1	環状シリコーン	2000
比較例7	酸化亜鉛A	未処理	環状シリコーン	測定不能
実施例8	酸化亜鉛B* <sup>3</sup>	化合物1	環状シリコーン	1000
比較例8	酸化亜鉛B	未処理	環状シリコーン	測定不能
比較例9	酸化亜鉛B	ハイドロジェンジメチコン	環状シリコーン	150* <sup>4</sup>

\* 1 チタン工業製まゆ状微粒子酸化チタンST-605

\* 2 石原産業製微粒子酸化亜鉛FZO-50

\* 3 テイカ製微粒子酸化亜鉛MZ-300

\* 4 Si-H処理のため、水素発生の問題あり

【 0 1 4 4 】

[ 実施例 9 ] [ 比較例 1 0 ]

実施例 5 及び比較例 5 の環状シリコーン分散体を用いて表 3 に示すサンスクリーン剤を調製したところ、べたつきのなさに有意差がないものの、のびの良さ、肌なじみの良さ、及び白残りの少なさについては実施例 9 の方が優れていた。

【 0 1 4 5 】

10

20

【表 3】

&lt;表3&gt;

		実施例9	比較例10
油相	シリコーン乳化剤* <sup>1</sup>	1.5	1.5
	メキシケイヒ酸エチルヘキシル	7.5	7.5
	ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシル	2	2
	カプリリルメチコン	3	3
	イソノナン酸イソトリデシル	3	3
	イソヘキサデカン	8	8
	シリコーン架橋体* <sup>2</sup>	2	2
	アクリル変性シリコーン* <sup>3</sup>	1	1
	増粘剤* <sup>4</sup>	1	1
	実施例5の分散体	15	—
	比較例5の分散体	—	15
水相	ブチレングリコール	7	7
	クエン酸ナトリウム	0.2	0.2
	塩化ナトリウム	0.5	0.5
	水	残余	残余
使用感			
のびの良さ		◎	○
べたつきのなさ		○	○
肌なじみの良さ		◎	△
白残りの少なさ		◎	△

\* 1: 東レ・ダウコーニング社製ES-5300 FORMULATION AID

\* 2: 東レ・ダウコーニング社製9041 SILICONE ELASTOMER BLEND

\* 3: 東レ・ダウコーニング社製FA-4002 ID SILICONE ACRYLATE

\* 4: エレメンティス製ベントン38V

【0146】

[ 実施例10 ] [ 比較例11 ]

実施例5及び比較例5の環状シリコーン分散体を用いて表4に示すサンスクリーン剤を調製したところ、のびの良さには有意差がないものの、べたつきのなさ、肌なじみの良さ、及び白残りの少なさについては実施例10の方が優れていた。

【0147】

10

20

30

【表4】

&lt;表4&gt;

		実施例10	比較例11
油相	シリコーン乳化剤*1	2	2
	メキシケイヒ酸エチルヘキシル	5.25	5.25
	ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシル	1.75	1.75
	カプリリルメチコン	5	5
	シリコーン架橋体*2	3	3
	シリコーンレジン*3	1	1
	実施例5の分散体	30	
	比較例5の分散体		30
水相	ブチレングリコール	3	3
	塩化ナトリウム	1	1
	水	残余	残余
使用感			
のびの良さ		◎	◎
べたつきのなさ		◎	○
肌なじみの良さ		◎	△
白残りの少なさ		◎	△

\*1:東レ・ダウコーニング社製ES-5300 FORMULATION AID

\*2:東レ・ダウコーニング社製EL-8050 ID SILICONE ORGANIC ELASTOMER BLEND

\*3:東レ・ダウコーニング社製MQ-1640 FLAKE RESIN

【0148】

[実施例11][比較例12]

実施例8及び比較例9の環状シリコーン分散体を用いて表5に示すサンスクリーン剤を調製したところ、のびの良さには有意差がないものの、べたつきのなさ、肌なじみの良さ、及び白残りの少なさについては実施例11の方が優れていた。

【0149】

【表5】

&lt;表5&gt;

		実施例11	比較例12
油相	メキシケイヒ酸エチルヘキシル	10	10
	環状シリコーン	25.75	25.75
	シリコーン架橋体*1	3	3
	シリコーンレジン溶液*2	3.3	3.3
	実施例8の微粒子酸化亜鉛分散体	26.7	
	比較例9の微粒子酸化亜鉛分散体		26.7
	実施例5の微粒子酸化チタン分散体	0.75	
	比較例5の微粒子酸化チタン分散体		0.75
	メチルパラベン	0.1	0.1
	エタノール	5	5
水相	ブチレングリコール	3	3
	水	残余	残余
使用感			
のびの良さ		◎	◎
べたつきのなさ		◎	△
肌なじみの良さ		◎	○
白残りの少なさ		◎	○

\*1:東レ・ダウコーニング社製9045 SILICONE ELASTOMER BLEND

\*2:東レ・ダウコーニング社製BY11-018

【0150】

以下、本発明の表面処理粉体を配合することができる、本発明の化粧料の処方例を示す。ただし、本発明はこれらに限定されるものではない。

## 【0151】

処方例1：BBクリーム（ファンデーション）

（成分）

相A

- 1) シリコーン乳化剤（注1） 4質量部
- 2) カプリリルメチコン（注2） 16質量部
- 3) メトキシケイヒ酸エチルヘキシル 7質量部
- 4) サリチル酸エチルヘキシル 2.5質量部
- 5) シリコーンレジン（注3） 2質量部
- 6) シリコーン架橋体（注4） 3質量部
- 7) 酢酸トコフェロール 0.5質量部

10

相B

- 8) アスコルビルリン酸ナトリウム 0.5質量部
- 9) グリセリン 8質量部
- 10) 塩化ナトリウム 0.7質量部
- 11) 精製水 39.8質量部

相C

- 12) 酸化チタン（注5） 5.6質量部
- 13) 黄色酸化鉄（注6） 0.25質量部
- 14) 赤色酸化鉄（注7） 0.1質量部
- 15) 黒色酸化鉄（注8） 0.05質量部
- 16) フェニルトリメチコン（注9） 9.2質量部
- 17) 実施例4の酸化亜鉛 0.8質量部

20

注1：ダウコーニング社製、5200 FORMULATION AID

注2：ダウコーニング社製、FZ-3196

注3：ダウコーニング社製、MQ-1640 FLAKE RESIN

注4：ダウコーニング社製、9701 COSMETIC POWDER

30

注5：三好化成工業製、SI-チタンCR-50-Z

注6：三好化成工業製、SA-IOY-8

注7：三好化成工業製、SA-IOR-8

注8：三好化成工業製、SA-IOB-8

注9：東レ・ダウコーニング社製、SH556

## 【0152】

処方例1のBBクリームを以下の手順で調製する。

1. 成分1～7を混合する。
2. 成分8～11を混合する。
3. 成分12～17を混合する。
4. 工程1で得られる相Aと工程3で得られる相Cを混合する。
5. 工程4で得られる混合物を攪拌しながら工程2で得られる相Bをゆっくり加え乳化する。

40

## 【0153】

処方例2：（W/O）クリーム状サンスクリーン剤

（成分）

相A

- 1) メトキシケイ皮酸エチルヘキシル 6.0質量部
- 2) ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシル 1.5質量部
- 3) シクロペンタシロキサン 5質量部

50

- 4) アクリル変性シリコーン(注1) 3質量部
- 5) ジメチコン(6cs) 1質量部
- 6) トリオクタノイン 1質量部
- 7) シリコーン架橋体(注2) 3質量部
- 8) ポリシリコーン13(注3) 2質量部
- 9) 実施例8の酸化亜鉛スラリー 10質量部
- 10) 実施例2の酸化チタンスラリー 2質量部

相B

- 11) 塩化ナトリウム 1質量部
- 12) パンテノール 0.5質量部
- 13) 精製水 61.95質量部
- 14) グリセリン 2質量部
- 15) 防腐剤 0.05質量部

10

注1: 東レ・ダウコーニング社製FA4001CM SILICONE ACRYLATE

注2: ダウコーニング社製9040 SILICONE ELASTOMER BLEND

注3: 東レ・ダウコーニング社製FZ-2233

【0154】

20

処方例2の(W/O)クリーム状サンスクリーン剤を以下の手順で調製する。

1. 成分1~10を混合する。
2. 成分11~15を混合する。
3. 工程1で得られる相Aに工程2で得られる相Bを加えて乳化する。

【0155】

処方例3: サンスクリーン剤

(成分)

相A

- 1) 実施例4の酸化亜鉛 15質量部
- 2) イソドデカン 8.75質量部
- 3) シリコーン系分散剤(注1) 1.25質量部
- 4) メトキシケイ皮酸エチルヘキシル 10質量部
- 5) シリコーン乳化剤(注2) 0.5質量部
- 6) イソドデカン 30質量部
- 7) シリコーン架橋体(注3) 3質量部
- 8) シリコーンレジン(注4) 1質量部

30

相B

- 9) メチルパラベン 0.1質量部
- 10) エタノール 5質量部

相C

- 11) 1,3-ブチレングリコール 3質量部
- 12) 精製水 22.4質量部

40

注1: ダウコーニング社製ES-5612 FORMULATION AID

注2: ダウコーニング社製ES-5300 FORMULATION AID

注3: ダウコーニング社製EL-8050ID SILICONE ORGANIC ELASTOMER BLEND

注4: ダウコーニング社製MQ-1640 SILICONE FLAKE RESIN

【0156】

処方例3のサンスクリーン剤を以下の手順で調製する。

50

1. 成分 1 ~ 3 を混合する。
2. 成分 4 ~ 8 を混合する。
3. 成分 9 及び 10 を混合する。
4. 成分 11 及び 12 を混合する。
5. 工程 1 ~ 3 で得られる相 A 及び相 B を混合する。
6. 工程 5 で得られる混合物に工程 4 で得られる相 C を加えて乳化する。

【産業上の利用可能性】

【0157】

本発明の表面処理粉体及びそれを含むスラリーは、化粧品用原料又は化粧品として好適に用いることができる。また、その優れた特性により、のびや肌なじみの良い優れた使用感を有する皮膚用化粧品、好ましくはメイクアップ化粧品又はサンスクリーン剤を提供することができる。

10

【図 1】

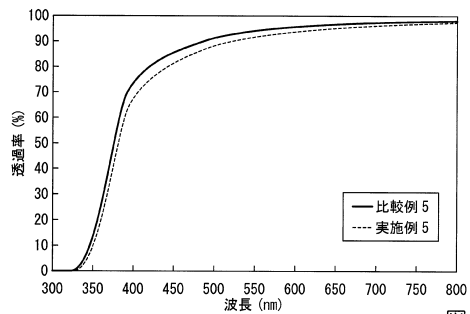


図 1

【図 2】

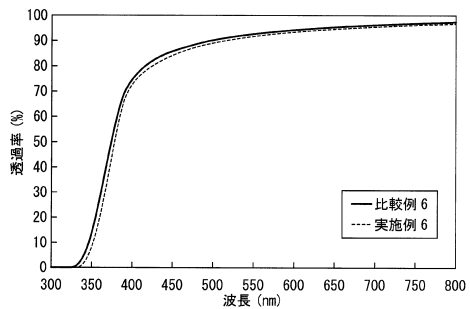


図 2



## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		
C 0 1 G	9/02	(2006.01)	C 0 1 G	9/02 A
C 0 1 G	23/04	(2006.01)	C 0 1 G	23/04 B
C 0 1 B	13/14	(2006.01)	C 0 1 G	9/02 B
			C 0 1 B	13/14 A

- (72)発明者 神崎 康枝  
千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング株式会社内
- (72)発明者 宮野 淳  
千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング株式会社内
- (72)発明者 杉浦 常仁  
千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング株式会社内
- (72)発明者 飯村 智浩  
千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング株式会社内

審査官 駒木 亮一

- (56)参考文献 国際公開第2009/022621(WO, A1)  
特開2008-266285(JP, A)  
特開2010-143844(JP, A)  
特開平09-059125(JP, A)

- (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 0 7 F 7 / 0 0 - 7 / 3 0  
C 0 8 G 7 7 / 0 0 - 7 7 / 6 2