

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4274964号  
(P4274964)

(45) 発行日 平成21年6月10日(2009.6.10)

(24) 登録日 平成21年3月13日(2009.3.13)

(51) Int.Cl.		F 1
<b>A 6 1 K</b>	<b>8/19</b>	<b>(2006.01)</b>
<b>A 6 1 K</b>	<b>8/92</b>	<b>(2006.01)</b>
<b>A 6 1 K</b>	<b>8/02</b>	<b>(2006.01)</b>
<b>A 6 1 Q</b>	<b>1/06</b>	<b>(2006.01)</b>
<b>A 6 1 Q</b>	<b>1/10</b>	<b>(2006.01)</b>

請求項の数 1 (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-28548 (P2004-28548)  
 (22) 出願日 平成16年2月4日(2004.2.4)  
 (65) 公開番号 特開2005-220058 (P2005-220058A)  
 (43) 公開日 平成17年8月18日(2005.8.18)  
 審査請求日 平成19年1月19日(2007.1.19)

(73) 特許権者 390041036  
 株式会社日本色材工業研究所  
 東京都港区三田5-3-13  
 (72) 発明者 日比 博久  
 東京都港区三田5-3-13 株式会社日本色材工業研究所内

審査官 ▲高▼岡 裕美

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 油性固型化粧品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

管状の塩基性炭酸マグネシウム 1 ~ 4 5 質量% と固形状油分 2 ~ 4 0 質量% とを含有することを特徴とする油性固型化粧品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は油性固型化粧品に関し、さらに詳しくは、化粧料を塗布した際の「のび」、「なめらかさ」、「べたつきのなさ」等の使用感に優れ、落下強度、保存安定性にも優れる油性固型化粧品に関する。

【背景技術】

【0002】

ファンデーション、アイシャドウ、口紅等の化粧料は、油分、界面活性剤、粉体を中心に構成されており、化粧料としての快適な使用性並びに使用感を得るために、種々の形状、性質を有する成分の配合検討がなされてきた。これらの成分に加え、さらに所望に応じてスティック状や金皿、樹脂皿、パレット等に直接流し込み、所望の形状に成型するために特定成分の配合が検討されてきた。

【0003】

口紅等のスティック状化粧料の強度を向上させるには、高融点ワックスを多量に配合したり、シヨ糖脂肪酸エステルや有機変性粘土鉱物等の油ゲル化剤を添加して固化させる等

の方法がこれまで採用されてきた（例えば、特許文献1、2、3、4参照）。また、パウダーファンデーション等の固型粉末状化粧品においては、ペースト状の粘稠性油剤や固形状油剤を粉体間のバインダーとして配合する等の方法が用いられてきた（例えば、特許文献5参照）。特許文献5には、架橋型オルガノポリシロキサン、ペースト状、固形の油分を配合した固型粉末状化粧品が開示されている。

【0004】

しかしながら、上述した従来の技術では成型するための強度を向上させるものの、反面、配合量や他の成分との組み合わせによっては使用感触上問題を生じる場合があった。例えば、スティック状に成型するために高融点ワックスを多量に配合すると強度は向上するものの、伸びが悪く滑らかさがなくなり、また、ゲル化剤の添加で固化させると液状油のべたつきが生じ使用感が悪くなったり、経時的に液状油が表面に出てきてしまうといった欠点があった。さらに、このべたつきを解消するために吸油量の大きい煙霧状無水珪酸や板状粉体等を配合すると、外観が損なわれたり、系が脆くなり強度が下がり使用性の劣るものとなった。また、ウイスキー状炭酸カルシウム粉末を含有することにより、上記欠点を解決する方法が提案されているが（例えば、特許文献6参照）、十分に満足できる効果が得られなかった。

10

【0005】

また、皿状においては上述した油剤の配合によって、成型強度はある程度保たれるものの、使用感が重くなったり、経時的に系が締まって使用性が悪化する場合があった。したがって、使用性や使用感を損ねることなく、良好な強度並びに形状保持性を有する油性固形化粧料の開発が望まれていた。

20

【0006】

【特許文献1】特開昭63-230618号公報

【特許文献2】特開平3-63206号公報

【特許文献3】特開平7-118121号公報

【特許文献4】特開平8-59428号公報

【特許文献5】特開2000-281532号公報

【特許文献6】特開平9-295914号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

30

【0007】

本発明は上記事情に鑑みてなされたもので、その目的は、化粧料を塗布した際の「のび」、「なめらかさ」、「べたつきのなさ」等の使用感に優れ、落下強度、保存安定性にも優れる油性固型化粧料を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者は上記課題を解決するために鋭意研究を行った結果、固形状油分を含有した油性固形化粧料に、粉末成分として特定形状の塩基性炭酸マグネシウム粉末を配合することにより上記課題が解決されることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】

40

すなわち、本発明は、柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムと固形状油分とを含有することを特徴とする油性固形化粧料である。

【0010】

本発明において、固形、固形状、液状とは常温での状態を表す。また、比表面積はBET法での比表面積であり、マウンテック製自動表面積計Macsorb(HM model-1201)にて測定した。また、細孔分布は、CE Instruments製水銀圧入式ポロシメーター(シリーズ140型、440型)にて測定した。

【発明の効果】

【0011】

50

本発明によれば、化粧料を塗布した際の「のび」、「なめらかさ」、「べたつきのなさ」等の使用感に優れ、落下強度、保存安定性にも優れる油性固型化粧料が得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、本発明を実施するための最良の形態について詳述する。

【0013】

本発明において用いられる柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムは、塩基性炭酸マグネシウムの薄片状微細結晶の凝集粒子からなる柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムであり、この凝集粒子をなす薄片状微細結晶は、厚さ $0.005 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、径 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ のものが好ましく、この結晶がカードハウス構造状に集合して柱状又は管状にな

10

【0014】

前記塩基性炭酸マグネシウムの柱状又は管状の凝集粒子は、単純な攪拌、温度やpHなどの環境の変化によって、薄片状微細結晶が容易に分散してしまうような凝集粒子ではない。

【0015】

本発明における柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムは、その形状が、外径 $1 \sim 20 \mu\text{m}$ 、長さ $5 \sim 200 \mu\text{m}$ 、長さ/外径の比が $2 \sim 50$ 好ましくは $4 \sim 50$ であるか、あるいはBET法での比表面積が $40 \sim 200 \text{m}^2/\text{g}$ であることが好ましい。これらの形状及び比表面積は、一方だけでも前記範囲にあることが好ましく、両方とも前記範囲内

20

【0016】

本発明においては、柱状の塩基性炭酸マグネシウムと管状の塩基性炭酸マグネシウムを併用しても構わない。また本発明においては、前記形状が管状であることが好ましい。管状であることによって、本発明の効果を十分に発揮することができる。前記管状の塩基性炭酸マグネシウムは、内径が $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ 、内径/外径の比が $0.1 \sim 0.95$ の形状とすることにより、特に優れた効果を発揮させることができる。

【0017】

本発明において好適に用いられる管状の塩基性炭酸マグネシウムは、BET法での比表面積が $70 \sim 200 \text{m}^2/\text{g}$ 、好ましくは $85 \sim 200 \text{m}^2/\text{g}$ 、より好ましくは $90 \sim 200 \text{m}^2/\text{g}$ であるか、または、水銀圧入法により測定される細孔分布において、細孔径 $0.01 \sim 100 \mu\text{m}$ の細孔容積(A)が $5000 \sim 12000 \text{mm}^3/\text{g}$ であって、細孔径 $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ の細孔容積(B)との比である $B/A$ が $0.45 \sim 0.85$ であることが好ましく、この両者が、両者とも前記範囲にあることが、さらに好ましく、それによ

30

【0018】

本発明の柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムは、例えば特開2003-306325号公報に記載の方法で得ることができる。すなわち、水溶液中にて水溶性マグネシウム塩と水溶性炭酸塩とを混合し、 $20 \sim 60$  の温度で、正炭酸マグネシウムの柱状粒子を生成させる第1ステップと、該正炭酸マグネシウムの柱状粒子の懸濁液を第1ステップ

40

正炭酸マグネシウムを生成させた温度より高い温度であって、かつ $35 \sim 80$  の温度で加熱処理する第2ステップとにより製造することができる。

【0019】

本発明における柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムは、表面を疎水化処理によって疎水性に改質したものをを用いることができる。疎水化処理の方法としては、特に限定されることはないが、例えば、メチルヒドロジェンポリシロキサンを用いたコーティング焼き付け処理、金属石鹸、脂肪酸デキストリン、トリメチルシロキシケイ酸、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、フッ素基を有する高分子等によるコーティング処理等が挙げられる。

【0020】

50

柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムの含有量は、油性固形化粧品全量中1～45質量%が好ましい。この範囲で用いると、化粧品使用時の伸びが良好で、落下強度がより優れた油性固形化粧品を得ることができる。さらに好ましい含有量は、油性固形化粧品全量中5～30質量%である。

**【0021】**

本発明においては、前記必須成分の柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウム以外の他の粉末を本発明の効果を損わない範囲で配合することができる。他の粉末としては、例えば、マイカ、タルク、カオリン、セリサイト、合成雲母、炭酸カルシウム、無水ケイ酸（シリカ）、酸化アルミニウム、硫酸バリウム、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、酸化コバルト、群青、紺青、酸化チタン、酸化亜鉛、雲母チタン、窒化ホウ素、ケイ酸カルシウム、アルミニウムパウダー、魚鱗箔、オキシ塩化ビスマス、赤色228号、赤色226号、青色404号、黄色4号、橙色204号、青色1号、緑色3号、

10

**【0022】**

ポリアミド球状樹脂粉末（ナイロン球状粉末）、球状ポリエチレン末、ポリメタクリル酸メチル球状粉末、架橋型ポリ（メタ）クリル酸メチル球状樹脂粉末、球状ポリエステル末、架橋ポリスチレン球状樹脂粉末、スチレンとアクリル酸の共重合体球状樹脂粉末、ベンゾグアナミン球状樹脂粉末、ポリ四弗化エチレン球状粉末、球状セルロース、球状スチレン樹脂粉末、球状ポリメチルシルセスキオキサンパウダー、球状オルガノポリシロキサンエラストマーパウダー、球状ウレタンパウダー、シロキサン結合が三次元的に伸びた網状構造をなしケイ素原子1個にメチル基が結合した無機と有機の中間的構造を有するポリメチルシルセスキオキサン球状粉末、シリコーンゴム球状粉体、異種のオルガノポリシロキサンからなる球状複合粉体、球状シリカ、球状アルミナ、球状酸化チタン、球状炭酸マグネシウム、球状珪酸マグネシウム、球状珪酸カルシウム、球状無水珪酸等が挙げられる。

20

**【0023】**

これらの任意配合粉末は1種又は2種以上が任意に選択され配合することができる。

**【0024】**

また、これらの任意配合粉末は、表面が親水性であっても疎水性であってもよい。例えば、表面が親水性の場合は、そのまま用いても、あるいは疎水化処理によって表面を疎水性にしたものを用いることもできる。疎水化処理の方法としては、特に限定されることはないが、例えば、メチルヒドロジェンポリシロキサンを用いたコーティング焼き付け処理、金属石鹸、脂肪酸デキストリン、トリメチルシロキシケイ酸、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、フッ素基を有する高分子等によるコーティング処理等が挙げられる。

30

**【0025】**

本発明において用いられる固形状油分としては、化粧品に配合できる固形状油分であれば特に制限されない。固形状油分の例を挙げれば、例えば、硬化油、モクロウ、カカオ脂、硬化ヒマシ油、部分水素添加ゴマ油、部分水素添加牛脂、部分水素添加パーム油等の固形油脂；固形パラフィン、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス等の固形炭化水素；ミツロウ、ラノリン、ゲイロウ、キャンデリラロウ、カルナウバロウ、イボタロウ、部分水素添加ホホバ油、コメヌカロウ等の固形ロウ類（エステル）；ステアリン酸、パルミチン酸、ミリスチン酸、12-ヒドロキシステアリン酸、ベヘン酸等の固形高級脂肪酸；セチルアルコール、ステアリルアルコール、セトステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ラノリン脂肪酸等の固形高級アルコール；ミリスチン酸ミリスチル、パルミチン酸セチル、トリミリスチン酸グリセリル等の固形エステル；アルキル変成ポリシロキサンワックス等のシリコーンワックス等が挙げられる。固形状油分は1種又は2種以上が選択されて配合される。

40

**【0026】**

固形状油分の含有量は、油性固形化粧品全量中2～40質量%が好ましい。さらに好ましい含有量は油性固形化粧品全量中5～20質量%である。

50

## 【 0 0 2 7 】

本発明においては、液状油分を含有しても構わない。液状油分としては、例えば、オリーブ油、ヒマシ油、マカデミアナッツ油、月見草油、アボカド油等の液状油脂、ホホバ油、液状ラノリン等の液状ロウ類（エステル）、流動パラフィン、スクワラン、ポリブテン、軽質流動イソパラフィン、 $\alpha$ -オレフィンオリゴマー等の液状炭化水素、ミリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、2-エチルヘキサン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ステアリン酸オクチル、パルミチン酸オクチル等の液状脂肪酸モノエステル、アジピン酸ジイソプロピル、セバチン酸ジ2-エチルヘキシル等の液状二塩基酸ジエステル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール等の液状グリコールエステル、トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル等の液状グリセリンエステル、ジイソステアリン酸ジグリセリル、トリイソステアリン酸ジグリセリル等の液状ポリグリセリンエステル、テトラ2-エチルヘキサン酸ペンタエリトリット、ジオクタン酸ペンタエリトリット等の液状ペンタエリトリットエステル、トリ2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン等の液状トリメチロールプロパンエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等の液状リンゴ酸エステル等の液状エステル類、イソステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸等の液状高級脂肪酸、イソステアリルアルコール、オレイルアルコール、オクチルドデカノール等の液状高級アルコール、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等の液状鎖状ポリシロキサン、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液状環状シリコン、アミノ変性ポリシロキサン、アルキル変性ポリシロキサン、フッ素変性ポリシロキサン等の液状変性ポリシロキサン等の液状シリコン油、パーフロロポリエーテル等の液状フッ素化合物等が挙げられる。液状油分は1種又は2種以上を選択して配合される。

10

20

## 【 0 0 2 8 】

本発明の油性固形化粧品には、前記成分の他に、通常化粧品、医薬部外品、医薬品等に用いられる他の成分を本発明の効果を損なわない範囲で適宜配合することができる。前記任意配合成分としては、例えば、界面活性剤、保湿剤、多価アルコール、非水溶性高分子、油ゲル化剤、低級アルコール、紫外線吸収剤、金属イオン封鎖剤、酸化防止剤、防腐剤、香料、水等を挙げるができる。

## 【 0 0 2 9 】

本発明の油性固形化粧品は、ファンデーション、白粉、頬紅、口紅、アイシャドウ、アイブロー、コンシーラー、日焼け止め化粧品等が挙げられるが、本発明の効果が特に発揮されやすい化粧品は、メーキャップ化粧品である。

30

## 【実施例】

## 【 0 0 3 0 】

以下実施例を挙げて本発明を具体的に説明する。配合量は質量%である。実施例の説明に先立ち本発明で用いた柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムの調製及び効果試験方法について説明する。

## 【 0 0 3 1 】

[ 柱状又は管状の塩基性炭酸マグネシウムの調製 ]

40

## 【 0 0 3 2 】

[ 製造例 1 ]

40 に調節した硫酸マグネシウム7水塩水溶液（125 g / L）2.0 Lに、40 に温度を維持しながら無水炭酸ナトリウム水溶液（220 g / L）0.50 Lを徐々に添加し50分間攪拌して、正炭酸マグネシウムを得た（第1ステップ）。この正炭酸マグネシウムをSEMにて観察したところ、径が1~3  $\mu\text{m}$ 、長さが10~50  $\mu\text{m}$ の柱状粒子であることが確認された。続いて、第1ステップで得られた正炭酸マグネシウムの柱状粒子の懸濁液（pH 10.2）を加熱して、温度を55 に保持しながら120分間攪拌して、塩基性炭酸マグネシウムを生成させた（第2ステップ）。得られた生成物を、イオン交換水及びエタノールにて洗浄、乾燥させた後、SEMにて観察したところ、厚さが0.

50

0.1 ~ 0.04  $\mu\text{m}$ 、径 0.5 ~ 2  $\mu\text{m}$  の薄片状一次粒子が凝集した凝集粒子で、外径が 1 ~ 5  $\mu\text{m}$ 、内径が 0.5 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、長さが 5 ~ 20  $\mu\text{m}$  の管状の塩基性炭酸マグネシウムであることが確認された。

【0033】

[製造例2]

35 に調節した塩化マグネシウム6水塩水溶液(105 g/L) 2.0 Lに、温度を 35 に保持しながら炭酸ナトリウム水溶液(210 g/L) 0.50 Lを徐々に添加し 30 分間攪拌して、正炭酸マグネシウムを得た(第1ステップ)。この正炭酸マグネシウムをSEMにて観察したところ、径が1 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、長さが10 ~ 60  $\mu\text{m}$  の柱状粒子であることが確認された。続いて、第1ステップで得られた正炭酸マグネシウムの懸濁液(pH 9.6)を加熱して、温度を50 に保持しながら180分間攪拌して、塩基性炭酸マグネシウムを生成させた(第2ステップ)。得られた生成物を、イオン交換水及びエタノールにて洗浄、乾燥させた後、SEMにて観察したところ、厚さが0.01 ~ 0.05  $\mu\text{m}$ 、径0.5 ~ 3  $\mu\text{m}$  の薄片状一次粒子が凝集した凝集粒子で、外径が2 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、内径が1 ~ 1.5  $\mu\text{m}$ 、長さが10 ~ 20  $\mu\text{m}$  の管状の塩基性炭酸マグネシウムと、厚さが0.01 ~ 0.05  $\mu\text{m}$ 、径0.5 ~ 3  $\mu\text{m}$  の薄片状一次粒子が凝集した凝集粒子で、径が1 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、長さが10 ~ 20  $\mu\text{m}$  の柱状の塩基性炭酸マグネシウムの混合物であることが確認された。

10

【0034】

[製造例3]

水酸化マグネシウム法による排煙脱硫工程で発生した硫酸マグネシウム含有溶液を、濾過して固形分を除去した後、適量のイオン交換水を加え、50 g/Lの硫酸マグネシウム溶液2.0 Lを調製した。この硫酸マグネシウム溶液を50 に調節した後、同温度に保持しながら炭酸ナトリウム水溶液(210 g/L) 0.50 Lを徐々に添加し20分間攪拌して、正炭酸マグネシウムを得た(第1ステップ)。この正炭酸マグネシウムをSEMにて観察したところ、径が1 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、長さが10 ~ 60  $\mu\text{m}$  の柱状粒子であることが確認された。この正炭酸マグネシウムの懸濁液を濾過し、固形分をイオン交換水にて洗浄した後、再び2.0 Lのイオン交換水中に分散させて、硫酸ナトリウムなどの不純分を除去した正炭酸マグネシウムの懸濁液を調製した。続いて、第1ステップで得られた正炭酸マグネシウムの柱状粒子の懸濁液に適量の水酸化ナトリウム水溶液を添加してpHを10.6に調節した後、懸濁液を加熱して、温度を70 に保持しながら60分間攪拌して、塩基性炭酸マグネシウムを生成させた(第2ステップ)。得られた生成物を、イオン交換水およびエタノールにて洗浄、乾燥させた後、SEMにて観察したところ、厚さが0.01 ~ 0.05  $\mu\text{m}$ 、径0.5 ~ 3  $\mu\text{m}$  の薄片状一次粒子が凝集した凝集粒子で、外径が2 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、内径が1 ~ 1.5  $\mu\text{m}$ 、長さが10 ~ 20  $\mu\text{m}$  の管状の塩基性炭酸マグネシウムであることが確認された。

20

30

【0035】

[製造例4]

45 に調節した硫酸マグネシウム7水塩水溶液(125 g/L) 2.0 Lに、45 に温度を維持しながら無水炭酸ナトリウム水溶液(220 g/L) 0.50 Lを徐々に添加し30分間攪拌して、正炭酸マグネシウムを得た(第1ステップ)。この正炭酸マグネシウムをSEMにて観察したところ、径が1 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、長さが10 ~ 50  $\mu\text{m}$  の柱状粒子であることが確認された。続いて、第1ステップで得られた正炭酸マグネシウムの柱状粒子の懸濁液(pH 10.5)を加熱して、温度を55 に保持しながら120分間攪拌して、塩基性炭酸マグネシウムを生成させた(第2ステップ)。得られた生成物を、イオン交換水及びエタノールにて洗浄、乾燥させた後、SEMにて観察したところ、厚さが0.01 ~ 0.04  $\mu\text{m}$ 、径0.5 ~ 2  $\mu\text{m}$  の薄片状一次粒子が凝集した凝集粒子で、外径が2 ~ 4  $\mu\text{m}$ 、内径が1 ~ 2  $\mu\text{m}$ 、長さが5 ~ 20  $\mu\text{m}$  の管状の塩基性炭酸マグネシウムであることが確認された。

40

【0036】

50

## 【製造例 5】

48 に調節した硫酸マグネシウム 7 水塩水溶液 (125 g/L) 2.0 L に、48 に温度を維持しながら無水炭酸ナトリウム水溶液 (225 g/L) 0.50 L を徐々に添加し 30 分間攪拌して、正炭酸マグネシウムを得た (第 1 ステップ)。この正炭酸マグネシウムを SEM にて観察したところ、径が 1 ~ 2  $\mu\text{m}$ 、長さが 10 ~ 50  $\mu\text{m}$  の柱状粒子であることが確認された。続いて、第 1 ステップで得られた正炭酸マグネシウムの柱状粒子の懸濁液 (pH 10.7) を加熱して、温度を 53 に保持しながら 120 分間攪拌して、塩基性炭酸マグネシウムを生成させた (第 2 ステップ)。得られた生成物を、イオン交換水及びエタノールにて洗浄、乾燥させた後、SEM にて観察したところ、厚さが 0.01 ~ 0.04  $\mu\text{m}$ 、径 0.5 ~ 2  $\mu\text{m}$  の薄片状一次粒子が凝集した凝集粒子で、外径が 1 ~ 3  $\mu\text{m}$ 、内径が 0.5 ~ 1.5  $\mu\text{m}$ 、長さが 5 ~ 20  $\mu\text{m}$  の管状の塩基性炭酸マグネシウムであることが確認された。

10

## 【0037】

## 【比較製造例 1】

80 に調節した硫酸マグネシウム 7 水塩水溶液 (125 g/L) 2.0 L に、温度を 80 に保持しながら無水炭酸ナトリウム水溶液 (220 g/L) 0.50 L を徐々に添加した後、混合液の温度を 80 に保持しながら、60 分間攪拌処理して、塩基性炭酸マグネシウムを生成させた。得られた生成物を、イオン交換水及びエタノールにて洗浄、乾燥させた後、SEM にて観察したところ、厚さが 0.01 ~ 0.05  $\mu\text{m}$ 、径 0.3 ~ 2  $\mu\text{m}$  の薄片状一次粒子が凝集した凝集粒子で、径が 2 ~ 4  $\mu\text{m}$  の不定形の塩基性炭酸マグネシウムであることが確認された。なお、本比較製造例 1 では、反応過程において正炭酸マグネシウムの生成は確認できなかった。

20

## 【0038】

表 1 に製造例 1 ~ 5 及び比較製造例 1 で得られた塩基性炭酸マグネシウムの物性値を示した。

## 【0039】

## 【表 1】

	形状	比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	細孔容積 ( $\text{mm}^3/\text{g}$ )		B/A
			(A) (注1)	(B) (注2)	
製造例 1	管状	144	9000	5400	0.60
製造例 2	管状・柱状	81	9100	5000	0.55
製造例 3	管状	98	9400	5200	0.55
製造例 4	管状	160	9300	4800	0.52
製造例 5	管状	182	10300	5600	0.54
比較製造例 1	不定形	24	2800	1200	0.43

30

## 【0040】

(注 1) 細孔径 0.01 ~ 100  $\mu\text{m}$  の細孔容積

(注 2) 細孔径 0.5 ~ 5  $\mu\text{m}$  の細孔容積

40

## 【0041】

## 1. 使用テスト

各試験品について、10 名の女性専門パネルによる使用テストを行い、塗布した際の「のび」、「なめらかさ」、「べたつきのなさ」の評価項目それぞれについて、下記の評価点基準に基づいて評価した。

## 【0042】

(評価点基準)

0 1 2 3 4

0 : 不良、1 : やや不良、2 : どちらともいえない、3 : 良好、4 : 非常に良好

50

## 【 0 0 4 3 】

次いで、各人がつけた評価点の平均点を下記評価基準に基づいて評価した。

( 評価基準 )

- : 3 . 5 点以上
- : 2 . 0 点以上 ~ 3 . 5 点未満
- : 0 . 5 点以上 ~ 2 . 0 点未満
- × : 0 . 5 点未満

## 【 0 0 4 4 】

## 2 . 落下強度

通常の油性固形化粧品容器に充填した試料を、30cmの高さからアクリル板状に落下させた。正立、倒立、横向きでの落下を1サイクルとして、3サイクル行った。

10

< 評価基準 >

: 3サイクルで折れない。  
 : 3サイクル目で、いずれか1条件で折れる。  
 : 2サイクル目で、いずれか1条件で折れる。または、3サイクル目で、2条件で折れる。

× : 1サイクル目で、いずれか1条件で折れる。または、2サイクル目で、2条件で折れる。

## 【 0 0 4 5 】

## 3 . 保存安定性

20

試料を25℃に保持された恒温槽、50℃に保持された恒温槽、40℃（湿度85%）に保持された恒温槽、-5℃で8時間保持した後に、20℃（湿度85%）で4時間保持し、次いで40℃（湿度85%）で8時間保持し、さらに20℃（湿度85%）で4時間保持するというサイクルで内部の雰囲気に変化する恒温槽のそれぞれに1ヶ月保持された化粧品につき、状態の変化の有無を下記の基準にしたがって評価した。

## 【 0 0 4 6 】

( 評価点基準 )

: いずれの恒温槽に保存された試料も、変化がみられなかった。  
 : 25℃、40℃、50℃、サイクルの恒温槽に保存された試料のいずれか1つで変化がみられた。

30

× : 25℃、40℃、50℃、サイクルの恒温槽に保存された試料のいずれか2つ以上で変化がみられた。

## 【 0 0 4 7 】

[ 実施例1 ~ 12、比較例1 ~ 5 ]

表2 ~ 4に示した成分、配合量の処方（配合量合計100質量%）の油性固形化粧品（繰り出し式スティック状リップスティック）を以下の方法で調製した。なお、用いた塩基性炭酸マグネシウムのうち、（注1）は製造例1の管状塩基性炭酸マグネシウム、（注2）は製造例2の管状・柱状塩基性炭酸マグネシウム、（注3）は製造例3の管状塩基性炭酸マグネシウム、（注4）は製造例4の管状塩基性炭酸マグネシウム、（注5）は製造例5の管状塩基性炭酸マグネシウム、（注6）は比較製造例1の不定形塩基性炭酸マグネシウムである。

40

## 【 0 0 4 8 】

( 調製法 )

A : 油性成分（油分）を105℃に加熱した後、95℃にて均一に溶解した。

B : Aに粉体成分、その他を添加してロールミルで混合分散した。

C : Bを再度、溶解し、雲母チタンを添加してディスパーで混合分散した。

D : Bを容器に充填後、冷却してスティック状リップスティックを得た。

## 【 0 0 4 9 】

【表 2】

	実施例				
	1	2	3	4	5
スクワラン	28.2	28.2	28.2	28.2	28.2
トリスステアリン酸硬化ヒマシ油	10	10	10	10	10
トリ (カプリル・カプリン酸) グリセリル	25	25	25	25	25
ポリエチレンワックス	8	8	8	8	8
マイクロクリスタリンワックス	2	2	2	2	2
カルナウバロウ	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
管状塩基性炭酸マグネシウム (注1)	10	—	—	—	—
管状・柱状塩基性炭酸マグネシウム (注2)	—	10	—	—	—
管状塩基性炭酸マグネシウム (注3)	—	—	10	—	—
管状塩基性炭酸マグネシウム (注4)	—	—	—	10	—
管状塩基性炭酸マグネシウム (注5)	—	—	—	—	10
マイカ	1	1	1	1	1
酸化鉄	1	1	1	1	1
黄色4号アルミニウムレーキ	2	2	2	2	2
赤色202号	4	4	4	4	4
酸化チタン	5	5	5	5	5
雲母チタン	3	3	3	3	3
酸化防止剤	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
香料	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
のび	◎	◎	◎	◎	◎
なめらかさ	◎	◎	◎	◎	◎
べたつきの無さ	◎	◎	◎	◎	◎
落下強度	◎	◎	◎	◎	◎
保存安定性	○	○	○	○	○

10

20

30

【0050】

40

【表 3】

	実施例						
	6	7	8	9	10	11	12
オリーブ油	—	—	—	—	—	23.7	23.7
スクワラン	24.2	26.2	22.2	14.2	9.2	—	—
トリイソステアリン酸硬化ヒマシ油	10	10	10	10	10	10	10
トリ（カプリル・カプリン酸）グリセリル	25	25	25	25	25	25	25
ポリエチレンワックス	8	—	—	—	—	8	8
マイクロクリスタリンワックス	2	2	2	10	10	2	2
セレシン	—	10	10	5	5	—	—
カルナウバロウ	0.5	0.5	0.5	—	—	1	1
精製キャンデリラワックス特号	—	—	—	0.5	0.5	—	—
管状塩基性炭酸マグネシウム（注1）	10	5	5	—	5	—	—
管状・柱状塩基性炭酸マグネシウム（注2）	—	—	—	—	—	10	—
管状塩基性炭酸マグネシウム（注3）	5	—	5	10	5	—	5
管状塩基性炭酸マグネシウム（注4）	—	5	—	5	10	—	5
管状塩基性炭酸マグネシウム（注5）	—	—	5	5	5	—	—
マイカ	—	1	—	—	—	5	5
酸化鉄	1	1	1	1	1	1	1
黄色4号アルミニウムレーキ	2	2	2	2	2	2	2
赤色202号	4	4	4	4	4	4	4
酸化チタン	5	5	5	5	5	5	5
雲母チタン	3	3	3	3	3	3	3
酸化防止剤	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
香料	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
のび	○	◎	○	○	○	◎	◎
なめらかさ	○	◎	○	○	○	◎	◎
べたつきの無さ	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
落下強度	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
保存安定性	○	○	○	○	○	○	○

10

20

30

【 0 0 5 1 】

【表 4】

	比較例				
	1	2	3	4	5
オリーブ油	—	—	—	23.7	—
スクワラン	28.2	26.2	14.2	—	28.2
トリスステアリン酸硬化ヒマシ油	10	10	10	10	10
トリ (カプリル・カプリン酸) グリセリル	25	25	25	25	25
ポリエチレンワックス	8	—	—	8	8
マイクロクリスタリンワックス	2	2	10	2	2
セレシン	—	10	5	—	—
カルナウパロウ	0.5	0.5	—	1	0.5
精製キャンデリラワックス特号	—	—	0.5	—	—
不定形塩基性炭酸マグネシウム (注6)	—	—	—	—	10
マイカ	11	11	20	15	1
酸化鉄	1	1	1	1	1
黄色4号アルミニウムレーキ	2	2	2	2	2
赤色202号	4	4	4	4	4
酸化チタン	5	5	5	5	5
雲母チタン	3	3	3	3	3
酸化防止剤	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
香料	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
のび	△	△	×	×	×
なめらかさ	△	△	×	×	×
べたつきの無さ	×	×	△	×	○
落下強度	△	△	×	△	△
保存安定性	△	△	×	△	△

## 【0052】

上記実施例1～12、比較例1～5の繰り出し式スティック状リップスティックにつき効果試験を行い、その評価結果を同じ表2～4に示した。

## 【0053】

表2、3から分かるように、本発明に係る実施例1～12の繰り出し式スティック状リップスティックは、いずれも優れた効果を有するものであった。

## 【0054】

これらに対して、表4から分かるように、本発明の構成を満足していない比較例1～5の繰り出し式スティック状リップスティックは、いずれも本発明の効果を発揮し得ないのであった。

## 【0055】

以下、さらに本発明油性固形化粧料の実施例を示す。なお、製造は実施例1～12の方法に準じて行った。また、前記効果試験をこれらにおいて行ったところ、いずれも優れた

10

20

30

40

50

結果が得られた。

【 0 0 5 6 】

〔 実施例 1 3 〕 コンパクトファンデーション

成分	配合量 ( 質量 % )	
カルナウバロウ	0 . 5	
セレシン	4 . 0	
イソノナン酸イソトリデシル	1 0 . 0	
ジメチルポリシロキサン 6 c s	1 0 . 0	
パルミチン酸オクチル	3 0 . 4	
管状塩基性炭酸マグネシウム ( 注 1 )	5 . 0	10
管状塩基性炭酸マグネシウム ( 注 2 )	5 . 0	
管状塩基性炭酸マグネシウム ( 注 3 )	5 . 0	
セリサイト	1 1 . 5	
ナイロン球状粉末	1 0 . 0	
ベンガラ	0 . 8	
黄酸化鉄	2 . 5	
黒酸化鉄	0 . 2	
酸化チタン	5 . 0	
酸化防止剤	0 . 1	
合計	1 0 0 . 0	20

【 0 0 5 7 】

( 注 1 ) 製造例 1 の管状塩基性炭酸マグネシウム

( 注 2 ) 製造例 3 の管状塩基性炭酸マグネシウム

( 注 3 ) 製造例 4 の管状塩基性炭酸マグネシウム

【 0 0 5 8 】

〔 実施例 1 4 〕 スティックファンデーション

成分	配合量 ( 質量 % )	
セレシン	8 . 0	
ポリエチレンワックス	1 . 0	
イソノナン酸イソトリデシル	1 5 . 0	30
ジメチルポリシロキサン 6 c s	1 0 . 0	
パルミチン酸オクチル	2 4 . 5	
管状塩基性炭酸マグネシウム ( 注 1 )	5 . 0	
管状塩基性炭酸マグネシウム ( 注 2 )	5 . 0	
セリサイト	1 8 . 3	
ベンガラ	1 . 5	
黄酸化鉄	6 . 0	
黒酸化鉄	0 . 6	
酸化チタン	5 . 0	
酸化防止剤	0 . 1	40
合計	1 0 0 . 0	

【 0 0 5 9 】

( 注 1 ) 製造例 3 の管状塩基性炭酸マグネシウム

( 注 2 ) 製造例 5 の管状塩基性炭酸マグネシウム

【 0 0 6 0 】

〔 実施例 1 5 〕 スティックアイシャドウ

成分	配合量 ( 質量 % )	
カルナウバロウ	1 . 0	
セレシン	8 . 0	
イソノナン酸イソトリデシル	1 5 . 0	50

トリ 2 - エチルヘキサン酸グリセリル	15.0	
パルミチン酸オクチル	25.9	
管状塩基性炭酸マグネシウム (注 1)	5.0	
管状塩基性炭酸マグネシウム (注 2)	5.0	
管状塩基性炭酸マグネシウム (注 3)	5.0	
ポリメタクリル酸メチル球状粉末	4.0	
青色 1 号アルミニウムレーキ	0.1	
黄色 4 号アルミニウムレーキ	0.4	
酸化チタン	0.5	
雲母チタン	15.0	10
酸化防止剤	0.1	
合計	100.0	

## 【 0 0 6 1 】

(注 1) 製造例 3 の管状塩基性炭酸マグネシウム

(注 2) 製造例 4 の管状塩基性炭酸マグネシウム

(注 3) 製造例 5 の管状塩基性炭酸マグネシウム

## 【 0 0 6 2 】

〔実施例 1 6〕スティック状口紅

成分	配合量 (質量%)	
セレシン	12.0	20
ポリエチレンワックス	2.0	
イソノナン酸イソトリデシル	15.0	
リンゴ酸ジイソステアリル	6.0	
メチルフェニルポリシロキサン	16.9	
デカメチルシクロペンタシロキサン	25.0	
管状塩基性炭酸マグネシウム (注 1)	5.0	
管状塩基性炭酸マグネシウム (注 2)	5.0	
赤色 2 0 2 号	2.2	
黄色 4 号アルミニウムレーキ	0.5	
ベンガラ	0.3	30
酸化チタン	2.0	
雲母チタン	8.0	
酸化防止剤	0.1	
合計	100.0	

## 【 0 0 6 3 】

(注 1) 製造例 1 の管状塩基性炭酸マグネシウム

(注 2) 製造例 5 の管状塩基性炭酸マグネシウム

## 【 0 0 6 4 】

〔実施例 1 7〕スティックコンシーラー

成分	配合量 (質量%)	40
セレシン	8.0	
ポリエチレンワックス	1.0	
イソノナン酸イソトリデシル	10.0	
ジメチルポリシロキサン 6 c s	10.0	
パルミチン酸オクチル	30.9	
管状塩基性炭酸マグネシウム (注 1)	8.0	
管状塩基性炭酸マグネシウム (注 2)	2.0	
セリサイト	4.0	
ベンガラ	0.8	
黄酸化鉄	3.0	50

黒酸化鉄	0 . 2
酸化チタン	2 2 . 0
酸化防止剤	0 . 1
合計	1 0 0 . 0

## 【 0 0 6 5 】

(注1) 製造例3の管状塩基性炭酸マグネシウム

(注2) 製造例4の管状塩基性炭酸マグネシウム

## 【 0 0 6 6 】

〔実施例18〕カートリッジペンシルアイライナー

成分	配合量 (質量%)	10
セレシン	1 5 . 0	
ポリエチレンワックス	5 . 0	
モクロウ	5 . 0	
ヒマシ油	2 0 . 0	
スクワラン	9 . 9	
管状塩基性炭酸マグネシウム (注1)	1 0 . 0	
黒酸化鉄	3 5 . 0	
酸化防止剤	0 . 1	
合計	1 0 0 . 0	

## 【 0 0 6 7 】

(注1) 製造例2の管状塩基性炭酸マグネシウム

20

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
A 6 1 Q 1/12 (2006.01) A 6 1 Q 1/12

(56)参考文献 特開2003-306325(JP,A)  
特開2002-154916(JP,A)  
特開平11-049657(JP,A)  
特開2000-281532(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 9 / 0 0