

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4790262号  
(P4790262)

(45) 発行日 平成23年10月12日(2011.10.12)

(24) 登録日 平成23年7月29日(2011.7.29)

(51) Int.Cl.		F I
C09C 1/00	(2006.01)	C09C 1/00
C08K 9/02	(2006.01)	C08K 9/02
C08L 101/00	(2006.01)	C08L 101/00
C09C 3/06	(2006.01)	C09C 3/06
C09D 7/12	(2006.01)	C09D 7/12

請求項の数 11 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-506417 (P2004-506417)  
 (86) (22) 出願日 平成15年5月12日(2003.5.12)  
 (65) 公表番号 特表2005-526168 (P2005-526168A)  
 (43) 公表日 平成17年9月2日(2005.9.2)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2003/014928  
 (87) 国際公開番号 W02003/097750  
 (87) 国際公開日 平成15年11月27日(2003.11.27)  
 審査請求日 平成18年5月2日(2006.5.2)  
 (31) 優先権主張番号 10/143,902  
 (32) 優先日 平成14年5月14日(2002.5.14)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 308009565  
 バスフ・カタリスツ・エルエルシー  
 アメリカ合衆国ニュージャージー州079  
 32フローナムパーク・キャンパスドライ  
 ブ100  
 (74) 代理人 110000741  
 特許業務法人小田島特許事務所  
 (72) 発明者 カオ, ポール  
 アメリカ合衆国ニューヨーク州10562  
 オシニング・ノースハイランドアベニュー  
 217

審査官 桜田 政美

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改善されたBiOCi顔料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

水和酸化鉄の表面被膜を有するビスマスオキシクロリド結晶を含んで成る色彩効果顔料。

【請求項2】

表面被膜が被覆された結晶の総重量の約0.1~70重量パーセントである請求項1の色彩効果顔料。

【請求項3】

表面被膜が被覆された結晶の総重量の約10~40重量パーセントである請求項2の色彩効果顔料。

【請求項4】

表面被膜が非連続的であり、色彩効果顔料が乾燥している請求項3の色彩効果顔料。

【請求項5】

加水分解条件下で水性溶媒中で可溶性ビスマス塩と塩化物イオンを組み合わせることでビスマスオキシクロリド結晶の水性分散系を形成すること、水性分散系に加水分解可能な鉄塩を添加すること、および鉄塩を加水分解してビスマスオキシクロリド上に水和酸化鉄被膜を形成することを含んで成る、改善された光安定度を有するビスマスオキシクロリド顔料の製法。

【請求項6】

加水分解可能な鉄塩の量がビスマスオキシクロリドの重量に基づいて約0.1~70重

量パーセントである請求項 5 の方法。

【請求項 7】

水和酸化鉄に被覆されたビスマスオキシクロリドが乾燥される請求項 5 の方法。

【請求項 8】

請求項 1 の効果顔料を含んで成る、塗料もしくはインク組成物。

【請求項 9】

請求項 1 の効果顔料を含んで成る、プラスチック組成物。

【請求項 10】

請求項 1 の効果顔料を含んで成る、化粧品組成物。

【請求項 11】

表面被膜が非連続的である、請求項 1 の効果顔料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

真珠光沢 (pearlescent) 顔料もしくは真珠層 (nacreous) 顔料としても知られている色彩効果 (effect) 顔料は周知である。これらは、それらの上もしくはその中に使用される物体に真珠様 (pearly) もしくは真珠状 (nacreous) 光沢を与える薄層状 (laminar) もしくは薄板状 (plate-like) 顔料である。既知の色彩効果顔料 (effect pigments) には、真珠箔のような天然に存在する物質、魚鱗から得られるグアニンとヒポキサンチンの混合物並びに様々な合成物質が含まれる。市場でもっとも頻繁に遭遇する色彩効果顔料は二酸化チタン - 被覆雲母および酸化鉄 - 被覆雲母である。化粧品および工業の用途双方のために開発されてきたその他の合成色彩効果顔料にはビスマスオキシクロリドおよび炭酸鉛のような物質が含まれる。

【背景技術】

【0002】

ビスマスオキシクロリドは多数の分野で色彩効果顔料として使用されてきた。それは例えば、マニキュアエナメルおよび口紅のような化粧品中の顔料として使用され、更にプラスチックおよび塗料を着色するためにも使用される。水和水酸化チタンによるビスマスオキシクロリド - 被覆雲母顔料の被覆は特許文献 1 に記載されており、酸化亜鉛による金属酸化物 - 被覆ビスマスオキシクロリドの被覆は特許文献 2 に記載されている (特許文献 1 および 2 参照)。雲母基剤上へのビスマスオキシクロリドと二酸化チタンの共沈 (coprecipitation) は特許文献 3 に記載されている (特許文献 3 参照)。特許文献 4 はビスマスオキシクロリドを含む合成真珠光沢基剤を、Cd、Mn、Co、Fe および Sb の硫化物、モリブデン酸塩、タングステン酸塩、キサントゲン酸塩およびジチアゾンのような不溶性金属化合物の着色剤と組み合わせることを開示しているが、しかしランダムにメッキされた非延伸 (unoriented) 被膜の形成が顔料の光沢を破壊することを警告している (特許文献 4 参照)。特許文献 5 は 1.8 以下の屈折率をもつ無色の被膜および、酸化鉄がその例である反射性吸収性被膜の少なくとも 1 層のパケットを有する、ビスマスオキシクロリドであることができる基剤に基づいた顔料を開示している (特許文献 5 参照)。しかし、酸化鉄被覆製品は被膜中に酸化鉄の凝集を引き起こさずに乾燥することができない。これは顔料がペースト中に使用される時には問題ではないが、もちろん他の用途においては重大である。

【0003】

応用範囲を拡大するために、色彩効果顔料に紫外線安定度もしくは天候堅牢性を与えるためにビスマスオキシクロリド顔料を 2 - ヒドロキシベンゾフェノンおよび希土類金属のような物質で被覆してきた。特許文献 6 を参照されたい (特許文献 6 参照)。しかし、BiOC1 顔料自体を被覆することの結果は、製品のより良い明度と分散性を達成しながらビスマスオキシクロリドの光安定度を改善するためには、幾らかの自然の光沢および明度が望まれる。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 0 4 】

従って、より良い外観（明度）およびより大きい分散性をもつ改善されたビスマスオキシクロリド色彩効果顔料を提供し、そのような顔料の製法を提供することが本発明の目的である。

【特許文献 1】米国特許第 3, 9 8 0, 4 9 1 号明細書

【特許文献 2】米国特許第 5, 3 4 4, 4 8 8 号明細書

【特許文献 3】米国特許第 3, 8 2 2, 1 4 1 号明細書

【特許文献 4】米国特許第 2, 9 9 5, 4 5 9 号明細書

【特許文献 5】米国特許第 5, 9 5 8, 1 2 5 号明細書

【特許文献 6】米国特許第 5, 1 4 9, 3 6 9 号明細書

10

## 【 0 0 0 5 】

本発明は改善されたビスマスオキシクロリドの色彩効果顔料およびその製法に関する。より具体的には、本発明は塩化物の存在下で可溶性ビスマス塩を加水分解し、次に生成された結晶を水和酸化鉄で被覆することにより生成することができる水和酸化鉄の非連続的表面被膜を有する、改善されたビスマスオキシクロリド色彩効果顔料に関する。鉄の被膜は写真の黒ずみを防止する、著しく改善された紫外線安定度を与えながら、鉄の量に応じて黄金色から暗褐色（シャンペン色）の範囲の色彩を伴う装飾的色彩効果をもたらす。

【発明の開示】

【発明の効果】

## 【 0 0 0 6 】

20

本発明に従うビスマスオキシクロリド結晶はどんな通常の方法でも成長され、次に水和酸化鉄で非連続的に被覆される。

【課題を解決するための手段】

## 【 0 0 0 7 】

ビスマスオキシクロリド結晶は具体的には、酸条件下で可溶性ビスマス化合物を塩化物源と組み合わせることにより生成される。あらゆる可溶性ビスマス化合物を使用することができるが、もっとも頻繁に使用される物質は硝酸ビスマスである。ビスマス塩は通常、早期加水分解および不溶性ビスマス化合物の沈殿を防止するために酸性水溶液の形態で使用される。この目的のために、溶液は通常相容性の鉱酸もしくはその他の強酸を含む。塩酸および塩酸と硝酸の混合物はそれらがビスマスオキシクロリドを形成するために使用される塩化物イオンの原料として働くので特に好都合である。ビスマス化合物は加水分解反応中に形成する酸を中和するために適当な塩基を添加することにより、通常約 1 の pH の、所望の限界内の酸性度を維持することにより加水分解される。もっとも頻繁に使用される塩基はアルカリ金属水酸化物、特に水酸化ナトリウムであるが、ヒドロキシイオンのその他の可溶性源（例えば強塩基のアミンもしくは、尿素のような塩基前駆体）も使用することができる。

30

## 【 0 0 0 8 】

ビスマスオキシクロリド結晶の調製は概括的に、約 5 0 と 1 0 0 の間の温度、そしてより好ましくは約 6 0 ~ 8 0 で実施される。通常、可溶性ビスマス塩溶液および塩基は水性酸性レザー中にポンプで送られる。使用されるビスマス溶液の量を調節することにより、あらゆる所望のビスマスオキシクロリド結晶のサイズを実現することができる。

40

## 【 0 0 0 9 】

生成されたビスマスオキシクロリド結晶に加水分解可能な鉄源を添加する。鉄は好ましくは塩化第 2 鉄および硫酸第 2 鉄のような水溶性鉄塩の水溶液の形態で提供される。次に鉄塩が加水分解を受け、ビスマスオキシクロリド結晶の表面上の被膜になるように、生成されるスラリーの pH を調整する。pH を調整するためにはあらゆる適当な塩基を使用することができる。ビスマス化合物の加水分解の場合におけるように、アルカリ金属水酸化物、特に水酸化ナトリウムを使用することができる。ビスマスオキシクロリド環境の pH が約 2 ~ 4、そしてより好ましくは約 2 . 7 5 ~ 3 . 2 5 の範囲内にあるように変えることにより水和酸化鉄が形成される。鉄の加水分解は外気温と約 1 0 0 の間、そして好まし

50

くは約60～80の温度で実施することができる。

【0010】

ビスマスオキシクロリドスラリーに添加される鉄溶液の量は色彩効果顔料の所望の色彩に左右される。鉄の量が増加するに従って、吸収色彩が変化する。概括的に、添加される鉄塩の量は、所望の色彩に応じて、スラリー中のビスマスオキシクロリド結晶の重量に基づき約1～70重量パーセント、好ましくは約10～40重量パーセントの範囲にあるであろう。これはそこで被膜が顔料の総重量の約0.1～70重量パーセント、好ましくは約10～40重量パーセントに上げるビスマスオキシクロリド結晶上の水和酸化鉄被膜の形成をもたらす。ビスマスオキシクロリドが反応混合物から単離される前に水和酸化鉄を析出する結果として、連続的被膜が形成されない。従って、被膜は滑らかで連続的でなくむしろ、加水分解された鉄が複数の小さい固まりに凝集し、それによりBiOCl上に非連続的被膜を形成する。それが順次、継続して可視的であり、実質的に保持されるBiOCl色彩効果顔料の固有の明度をもたらす。更に、非連続的被膜は最終生成物を酸化鉄の凝集を伴わずに乾燥させることを可能にする。

10

【0011】

水和酸化鉄沈殿の最後に、生成される顔料を、あらゆる好都合な方法で、形成された溶液から回収する。例えば顔料を濾過し、次に、好ましくは、実質的に塩を含まなくなるまで水洗することができる。あるいはまた、沈降およびデカント法を使用することができる。顔料は所望の場合は、加熱により乾燥もしくは空気乾燥することができるが、水和酸化鉄を酸化鉄に転化させる温度は回避するべきである。

20

【0012】

次に、生成される水和酸化鉄被覆BiOCl色彩効果顔料を通常の方法で様々なタイプの最終製品に加工する。例えばフィルターケーキを乾燥して、分散剤を添加した、もしくは添加しない粉碎製品を生成することができる。あるいはまた、フィルターケーキをヒマシ油もしくは鉱油でフラッシュして、それが元来水で湿った顔料を油で湿った顔料にさせることができる。

【0013】

生成される水和酸化鉄被覆のビスマスオキシクロリドは既知のビスマスオキシクロリド色彩効果顔料が使用されてきたのと同様な方法で使用することができる。例えば、それらは化粧品並びに塗料および塗膜に使用することができる。本発明の方法により製造される製品中の多数の結晶は、明度と、増加した光安定度とを組み合わせることにより通常のビスマスオキシクロリド色彩効果顔料よりも均一であることが発見された。これは物質を自動車塗料の明るい色素中に使用させることを可能にし、更に液体金属(liquid metal)の外観をもたらす。

30

【0014】

本発明の製品は、すべての種類の自動車および工業塗料の適用、特に、深い色彩濃度が要求される有機色彩被膜およびインク分野における無限の用途を有する。例えばこれらの顔料はすべてのタイプの自動車および非自動車の乗り物を噴霧塗膜するためにマッストーンで(in mass tone)、もしくはスタイリング剤(styling agents)として使用することができる。同様に、それらをすべての粘土/加熱硬化性合成樹脂/木材/ガラス/金属/エナメル質/セラミックおよび非孔質もしくは多孔質の表面上に使用することができる。顔料は粉末被覆組成物中に使用することができる。それらは玩具工業もしくは家庭用に適合させるプラスチック製品中に取り入れることができる。これらの顔料は衣類および絨毯に、新規の、美的な色調を与えるために繊維中に含浸させることができる。それらは靴、ゴムおよびビニル/大理石の床、ビニルの羽目板並びにすべての他のビニル製品の的外観を改善するために使用することができる。更に、これらの色素はすべてのタイプのプラモデルに使用することができる。

40

【0015】

本発明の組成物がその中で有用な前記の組成物は当業者に周知である。その例には印刷用インク、マニキュア用エナメル、ラッカー、熱可塑性および熱硬化性物質、天然樹脂お

50

よび合成樹脂が含まれる。幾つかの限定はしない例には、ポリスチレンおよびその混合ポリマー、ポリオレフィン（とりわけポリエチレンとポリプロピレン）、ポリアクリル化合物、ポリビニル化合物（例えばポリビニルクロリドおよびポリビニルアセテート）、ポリエステルおよびゴム、並びに更にビスコースおよびセルロースエーテル、セルロースエステル、ポリアミド、ポリウレタン、ポリエステル（例えばポリグリコールテレフタレート）およびポリアクリロニトリルから製造されるフィラメントが含まれる。

【0016】

様々な顔料の適用に対する全般的序論については Temple C. Patton, 編纂者, The Pigment Handbook (顔料ハンドブック), 第2巻, Application and Markets (適用および市場), John Wiley and Sons, New York (1973) を参照されたい。更に、例えば、インクに関しては、R. H. Leach, 編纂者, The Printing Ink Manual (印刷用インクマニュアル), 第4版, Van Nostrand Reinhold (International) Co., Ltd., London (1988), 特に282~591-ページ; 塗料に関しては、C. H. Hare, Protective Coatings (保護塗膜), Technology Publishing Co., Pittsburgh (1994), 特に63~288ページを参照されたい。以上の引用文献は着色剤の量を含む、本発明の組成物をその中に使用することができるインク、塗料およびプラスチック組成物、調製物およびビヒクルのそれらの教示について本明細書に引用することにより取り入れられている。例えば、顔料はオフセット印刷用インク中に10~15%のレベルで使用することができ、残りはゲル化および非ゲル化炭化水素樹脂、アルキド樹脂、ワックス化合物および脂肪族溶媒を含むビヒクルである。顔料を更に、例えば二酸化チタン、アクリルラチス (acrylic lattices)、凝集剤、水もしくは溶媒を含むことができる他の顔料とともに、自動車の塗料調製物中に1~10%のレベルで使用することができる。顔料はまた、例えばポリエチレン中のプラスチック色素濃縮物中に20~30%のレベルで使用することができる。

【0017】

化粧品分野においては、これらの顔料は眼の領域並びにすべての外部およびすすぎの適用に使用することができる。従って、それらはヘアスプレー、顔面粉剤、脚部-メイクアップ剤、忌虫ローション、マスカラケーキ/クリーム、爪マニキュアエナメル、除光剤、香水ローションおよびすべての種類の(ゲルもしくは液体)シャンプー中に使用することができる。更に、それらはヒゲソリ用クリーム(エアゾール用濃縮物、ブラッシュレス、泡立て)、皮膚光沢用スティック、皮膚メイクアップ、整髪剤、アイシャドー(液体、ポマード、粉末、スティック、圧縮物もしくはクリーム)、アイライナー、コロンスティック、コロン、コロン柔軟化粧水、浴用泡立て剤、ボディローション(保湿性、洗浄、沈痛、収斂)、ヒゲソリ後ローション、入浴後乳剤および日焼け止めローション中に使用することができる。

【0018】

化粧品の適用の概説には、双方とも引用により本明細書に取り込まれている、Cosmetics: Science and Technology, 第2版, Eds: M. S. Balsam and Edward Sagarin, Wiley-Interscience (1972) および deNavarre, The Chemistry and Science of Cosmetics, 第2版, 第1巻および第2巻(1962), Van Nostrand Co. Inc., 第3巻および第4巻(1975), Continental Press, を参照されたい。

【0019】

本発明を更に具体的に示すために、様々な実施例が以下に示される。これらの実施例並びに残りの本明細書および特許請求の範囲全体において、すべての温度は摂氏であり、すべての部および百分率は別記されない限り重量に基づく。

【実施例1】

10

20

30

40

50

## 【 0 0 2 0 】

十分量の濃塩酸を脱塩水のレザーバ中に導入して、生成されるレザーバのpHを約1にした。レザーバを約70℃に加熱後に、塩酸および0.2g/mlの硝酸ビスマスを含む水溶液400ミリリットルを5ml/分の速度でレザーバ中にポンプで送った。同時に、加水分解反応中に形成されている酸を中和するために、20%水酸化ナトリウム水溶液をレザーバに添加した。

## 【 0 0 2 1 】

約80分後、pHを3に調整し、pHをその値に維持するために同時に3ml/分の速度で20%水酸化ナトリウム水溶液を添加しながら、1ml/分の速度でビスマスオキシクロリド結晶水性スラリー中に塩化第2鉄の39%水溶液を導入した。

10

## 【 0 0 2 2 】

約15分後、生成された顔料を回収し、光安定度を評価した。これは最初に、沈降させ、上澄みを除去することによりスラリーの水相中に存在する結晶を濃縮することにより実施した。次に、結晶をケトンエステルおよび芳香族溶媒から成る有機相中にフラッシュし、次に60重量%の結晶含量で有機可溶性樹脂中に分散させた。その後、分散された結晶を、エナメル中の結晶量がエナメル中の総樹脂固体の10重量%であるようにアクリルメラミン/ホルムアルデヒド焼き付けエナメル中に取り込んだ。次にエナメル分散物を低フィルムビルド陰極電着下塗り剤で下塗りされたBonderite 40で処理した冷却ロールし、研磨した鋼パネル上に噴霧した。乾燥したフィルムの厚さが約0.0023~0.0028cm(約0.9~1.1mils)の範囲にあるようにウェットオンウェット塗膜を適用した。次に約0.0038~0.005cm(約1.5~2mils)の乾燥膜厚さのアクリルメラミン/ホルムアルデヒド透明塗膜を適用した。次にパネルを強制空気オープン中で250°Fで30分間焼き付けた。

20

## 【 0 0 2 3 】

Clevelandチェンバー内に一部マスクしたパネルを入れ、それらを1週間にわたりキセノン光8時間および水凝縮(water condensation)の4時間の交互の周期にさらすことにより評価試験を実施した。パネルの外観の変化をCIE L\*a\*b\*値を測定することにより特徴付けた。このシステムは教科書 "The Measurement of Appearance (外観の測定)", 第2版, Hunter and Harold, 編纂者, John Wiley & Sons, 1987中に記載されている。本システムはL\*で表わされる明度-暗度成分、a\*で表わされる赤-緑成分およびb\*で表わされる黄色-青成分を測定することを伴う。DE\*で表わされる色彩の差異は次の等式

30

$$DE^* = [ (DL^*)^2 + (Da^*)^2 + (Db^*)^2 ]^{1/2}$$

(ここで、DL\*、Da\*およびDb\*はパネルの露出および非露出部分間のL\*、A\*およびb\*値の差を表わす)

を使用して計算する。DE\*の値が高いほど、パネルの露出および非露出部分間の外観の変化が大きい。その反対に、より低いDE\*は増加した光安定度を示す。1未満のDE\*は概括的に裸眼には明らかでない。

40

## 【 0 0 2 4 】

本実施例の顔料を使用するパネルのDE\*は2未満であった。同様な方法で調製されたが水和酸化鉄被膜をその上に伴わないBiOCl顔料を使用して調製された対照パネルのDE\*は8であった。

## 【 0 0 2 5 】

顔料の試料をニトロセルロースのラッカー中に懸濁させ、それを通常の黒と白のドロウダウンカードに薄膜として適用し、乾燥した。膜は滑らかな触感を与え、カードの黒色部分と白色部分上の膜の外観に著明な可視的相異は認めなかった。

## 【 0 0 2 6 】

50

比較の目的で、被覆される前にBiOClを反応混合物から隔離せずに連続的被膜が形成されたことを除いて、同様な水和酸化鉄被覆BiOCl顔料を調製した。試料は本発明の顔料と同濃度で同様なニトロセルロースラッカー中に懸濁させ、ドロウダウンカードに同様な厚さの薄膜として適用し、乾燥した。酸化鉄は固まりになり、膜は紙ヤスリに類似の風合いを有した。カードの黒色部分と白色部分上の膜の外観の間には非常に著明な差異が存在した。

【実施例2】

【0027】

十分量の濃塩酸を脱塩水のレザーバ中に導入して、生成されるレザーバのpHを約1にした。レザーバを約70℃に加熱後に、塩酸および0.2g/mlの硝酸ビスマスを含む水溶液400ミリリッターを5ml/分の速度でレザーバ中にポンプで送った。同時に、加水分解反応中に形成されている酸を中和するために、20%水酸化ナトリウム水溶液をレザーバに添加した。

10

【0028】

約80分後、pHを3に調整し、pHをその値に維持するために同時に3ml/分の速度で20%水酸化ナトリウム水溶液を添加しながら、1ml/分の速度でビスマスオキシクロリド結晶水性スラリー中に塩化第2鉄の39%水溶液を導入した。約15分後、生成された顔料を回収し、120℃で乾燥した。

【0029】

乾燥した顔料を60重量%の結晶含量で有機可溶性樹脂中に分散させた。その後、分散された結晶を、エナメル中の結晶量がエナメル中の総樹脂固体の10重量%であるようにアクリル-メラミン/ホルムアルデヒド焼き付けエナメル中に取り込んだ。次にエナメル分散物を低フィルムビルド陰極電着下塗り剤で下塗りされたBonderite 40で処理した冷却ロールし、研磨した鋼パネル上に噴霧した。乾燥したフィルムの厚さが約0.0023~0.0028cm(約0.9~1.1mils)の範囲にあるようにウェットオンウェット塗膜を適用した。次に約0.0038~0.005cm(約1.5~2mils)の乾燥膜厚さのアクリルメラミン/ホルムアルデヒド透明塗膜を適用した。次にパネルを強制空気オープン中で250°Fで30分間焼き付けた。

20

【0030】

実施例1に記載のように評価試験を実施した。本実施例の顔料を使用するパネルのDE\*は1.8であった。同様な方法で調製されたが水和酸化鉄被膜をその上に伴わないBiOCl顔料を使用して調製された対応する対照パネルのDE\*は8であった。

30

【実施例3】

【0031】

十分量の濃塩酸を脱塩水のレザーバ中に導入して、生成されるレザーバのpHを約1にした。レザーバを約70℃に加熱後に、塩酸および0.2g/mlの硝酸ビスマスを含む水溶液400ミリリッターを5ml/分の速度でレザーバ中にポンプで送った。同時に、加水分解反応中に形成されている酸を中和するために、20%水酸化ナトリウム水溶液をレザーバに添加した。

【0032】

約80分後、pHを3に調整し、約5%の量の塩化第2鉄の39%水溶液をビスマスオキシクロリド結晶水性スラリー水溶液中に導入し、次にpHが10になるまで1ml/分の速度で20%水酸化ナトリウム水溶液を添加した。約15分間そのpHで維持後、生成された顔料を回収し、120℃で乾燥した。乾燥した顔料を以下のようなPowder Eye Shadow(粉末アイシャドー)に調製することができる：

40

以下の材料を完全に混合し、分散させる：

成分	重量部
Mearltaic TCA <sup>(R)</sup> (タルク)	18
Mearlmica <sup>(R)</sup> SVA(雲母)	20
マグネシウムミリスレート	5

50

シリカ	2	
Cloisonne (R) Red 424C (赤いTiO <sub>2</sub> -被覆雲母)	20	
Cloisonne (R) Violet 525C (紫TiO <sub>2</sub> -被覆雲母)	13	
Cloisonne (R) Nu-Antique Blue 626CB (TiO <sub>2</sub> -被覆雲母/酸化鉄-被覆雲母)	2	
Cloisonne (R) Cerise Flambe 550Z (酸化鉄-被覆雲母)	2	
保存剤 & 抗酸化剤	適量	10

次に、オクチルパルミテート7部およびイソステアリルネオペンタノエート1部を加熱し、均一になるまで混合し、そこで生成される混合物を分散物中に噴霧し、混合を継続する。混合された材料を粉碎し、次にCloisonne Red 424Cの5部および被覆BiOC15部を添加し、均一な粉末アイシャドーを得るまで混合する。

【実施例4】

【0033】

十分量の濃塩酸を脱塩水のレザーバ中に導入して、生成されるレザーバのpHを約1にした。レザーバを約70℃に加熱後に、塩酸および0.2g/mlの硝酸ビスマスを含む水溶液400ミリリットルを5ml/分の速度でレザーバ中にポンプで送った。同時に、加水分解反応中に形成されている酸を中和するために、20%水酸化ナトリウム水溶液をレザーバに添加した。

【0034】

約80分後、pHを3に調整し、約5%の量の塩化第2鉄の39%水溶液をビスマスオキシクロリド結晶水性スラリー中に導入し、次にpHが1.0になるまで1ml/分の速度で20%水酸化ナトリウム水溶液を添加した。約15分間そのpHで維持後、生成された顔料を回収し、120℃で乾燥した。乾燥した顔料を以下のような口紅に調製することができる：

以下の量の表中成分を加熱された容器に入れ、温度を85±3℃に上昇させた。

【0035】

	重量部	
カンデリラワックス	2.75	
カルナバワックス	1.25	
蜜蝋	1.00	
セレシンワックス	5.90	
オゾケライトワックス	6.75	
微細結晶ワックス	1.40	
オレイルアルコール	3.00	
イソステアリルパルミテート	7.50	40
イソステアリルイソステアレート	5.00	
カプリル酸/カプリン酸トリグリセリド	5.00	
ビス-ジグリセルルポリアルコール・アジベート	2.00	
アセチル化ラノリンアルコール	2.50	
ソルビタントリステアレート	2.00	
アロエベラ	1.00	
ヒマシ油	37.50	
Red 6 Lake	0.25	
トコフェリルアセテート	0.20	
フェノキシエタノール、イソプロピルパラベンおよび		50

ブチルパラベン  
抗酸化剤

1.00  
適量

被覆されたBiOClの13部およびカオリン1部の混合物を添加し、BiOCl全体が十分に分散されるまで混合する。所望に応じて香料を添加し、攪拌しながら混合する。生成される混合物を $75 \pm 5$ で鑄型中に注入し、放置冷却し、口紅にフレイム処理した。

【0036】

本発明の精神および範囲から逸脱せずに、本発明の方法および製品に様々な変更および修正を実施することができる。本明細書に開示された様々な態様は本発明を限定することを意図されずに本発明を更に具体的に示す目的のためであった。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
C 0 9 D 11/00 (2006.01) C 0 9 D 11/00

(56)参考文献 特表2004-510027(JP,A)  
特開2001-279126(JP,A)  
特表2001-520296(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09C 1/00

C08K 9/02

C08L 101/00

C09C 3/06

C09D 7/12

C09D 11/00