

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2024年10月3日(03.10.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/204123 A1

- (51) 国際特許分類:
C01G 9/02 (2006.01) A61Q 17/04 (2006.01)
A61K 8/27 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2024/011810
- (22) 国際出願日: 2024年3月26日(26.03.2024)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2023-056907 2023年3月31日(31.03.2023) JP
- (71) 出願人: 堺化学工業株式会社(SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) [JP/JP]; 〒5908502 大阪府堺市堺区戎島町5丁2番地 Osaka (JP).
- (72) 発明者: 遠藤 里菜(ENDO, Rina); 〒9718183 福島県いわき市泉町下川字田宿110 堺化学工業株式会社内 Fukushima (JP). 吉田 遼平(YOSHIDA, Ryohei); 〒9718183 福島県いわき市泉町下川字田宿110 堺化学工業株式会社内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 弁理士法人タス・マイスター(TASS MEISTER IP LAW FIRM); 〒1000014 東京都千代田区永田町二丁目17番17号 アイオス永田町420号 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,

(54) Title: FATTY ACID-TREATED ZINC OXIDE PARTICLES, METHOD FOR PRODUCING SAME, AND DISPERSION AND COSMETIC HAVING SAME BLENDED THEREIN

(54) 発明の名称: 脂肪酸処理酸化亜鉛粒子、その製造方法、ならびに、それを配合した分散体及び化粧品

(57) Abstract: Provided are fatty acid-treated zinc oxide particles having excellent dispersibility, not causing excessive thickening even in a dispersion in which the particles are blended at a high concentration, and by which a dispersion having excellent temporal stability can be obtained. The fatty acid-treated zinc oxide particles are characterized in that: in an FT-IR spectrum measured using the attenuated total reflection measurement method (ATR method), the ratio (I_2/I_1) of the maximum absorbance (I_2) at 1500-1600 cm^{-1} to the maximum absorbance (I_1) at 1350-1500 cm^{-1} is 0.8 to 1.2, and the ratio (I_3/I_4) of the maximum absorbance (I_3) at 1700-1720 cm^{-1} to the maximum absorbance (I_4) at 1750-1800 cm^{-1} is 1.2 or less; the primary particle diameter measured using a transmission electron microscope is 0.1 μm or less; and when a dispersion liquid is prepared by introducing a powder of the particles into isopropyl alcohol and dispersing the powder by radiating ultrasonic waves for one minute at room temperature by using an ultrasonic homogenizer at a rated output of 600 W and a vibration amplitude of 100%, the mode diameter of the dispersion liquid is 0.30 μm or less based on volume as determined through a laser diffraction scattering method.

(57) 要約: 優れた分散性を有し、高濃度に配合した分散体においても過度な増粘が見られず、経時安定性に優れた分散体を得ることができる脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を提供する。全反射測定法(ATR法)を用いて測定したFT-IRスペクトルにおいて、1350-1500 cm^{-1} の最大吸光度(I_1)に対して、1500-1600 cm^{-1} の最大吸光度(I_2)の比率(I_2/I_1)が、0.8~1.2であり、かつ、1750-1800 cm^{-1} の最大吸光度(I_4)に対して、1700-1720 cm^{-1} の最大吸光度(I_3)の比率(I_3/I_4)が、1.2以下であり、透過型電子顕微鏡から測定した一次粒子径が0.1 μm 以下であり、当該粉体をイソプロピルアルコール中に入れ、超音波ホモジナイザーで定格出力600 W、振動振幅100%の超音波を常温で1分間照射して分散した分散液のレーザー回折散乱法での体積基準におけるモード径が0.30 μm 以下であることを特徴とする脂肪酸処理酸化亜鉛粒子。

QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS,
MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,
DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS,
IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT,
RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE,
SN, TD, TG).

添付公開書類 :

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称：

脂肪酸処理酸化亜鉛粒子、その製造方法、ならびに、それを配合した分散体及び化粧品

技術分野

[0001] 本発明は、脂肪酸処理酸化亜鉛粒子、その製造方法、ならびに、それを配合した分散体及び化粧品に関する。

背景技術

[0002] 従来、二酸化チタン粒子や酸化亜鉛粒子は紫外線遮蔽性や透明性が高いため、日焼け止め化粧品などで紫外線散乱剤として用いられてきた。これらの粉体は、未処理の状態であると表面が親水性であるため、汗や雨などで流れてしまうおそれがある。このため、特に化粧品などの用途では粒子表面に撥水処理をして利用することが多い。

[0003] このような撥水処理としては、シリコーン処理やアルコキシシラン処理が一般的に用いられている。しかしながら、近年シリコーン処理品が忌避される傾向にあり、代替品として天然由来成分である脂肪酸処理を施した酸化亜鉛が求められている（例えば、特許文献1及び2）。

[0004] しかしながら、脂肪酸処理を施すと、水中に溶出した亜鉛イオンと脂肪酸とからなる脂肪酸石けんを形成してしまうことによる性能の低下、未反応の遊離脂肪酸が存在することによる増粘、または、固形物の析出等の問題が発生する。そのため、高濃度の分散物を安定に得ることが難しく、シリコーン処理やアルコキシシラン処理をしたものに性能が劣るため、脂肪酸処理酸化亜鉛は市場にあまり流通していない。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2016-196381号公報

特許文献2：特開2021-083334号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 本発明は、上記に鑑み、優れた分散性を有し、高濃度に配合した分散体においても過度な増粘が見られず、経時安定性に優れた分散体を得ることができ、脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を提供することを目的とするものである。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明は、全反射測定法（ATR法）を用いて測定したFT-IRスペクトルにおいて、 $1350-1500\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度（ I_1 ）に対して、 $1500-1600\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度（ I_2 ）の比率（ I_2/I_1 ）が、 $0.8\sim 1.2$ であり、かつ、

$1750-1800\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度（ I_4 ）に対して、 $1700-1720\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度（ I_3 ）の比率（ I_3/I_4 ）が、 1.2 以下であり、透過型電子顕微鏡から測定した一次粒子径が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、当該粉末をイソプロピルアルコール中に入れ、超音波ホモジナイザーで定格出力 600 W 、振動振幅 100% の超音波を常温で1分間照射して分散した分散液のレーザー回折散乱法での体積基準におけるモード径が $0.30\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする脂肪酸処理酸化亜鉛粒子に関する。

上記脂肪酸は、ステアリン酸、イソステアリン酸、及び、パルミチン酸からなる群から選択される少なくとも1種であることが好ましい。

[0008] 本発明は、原体である酸化亜鉛粒子を分散媒にリパルプしてスラリーを調製する工程（1）、

脂肪酸を塩基で中和し、脂肪酸塩水溶液を得る工程（2）、及び、

得られた脂肪酸塩水溶液を前記酸化亜鉛スラリーに添加して、表面処理する工程（3）を有し、

前記原体である酸化亜鉛粒子は、微粒子酸化亜鉛を、亜鉛塩を溶解した水中で熟成する工程を含む製造方法で得られたものであり、乾燥工程を経ずに工程（1）に供し、

前記工程（2）及び（3）は、脂肪酸の融点以上の温度で行うことを特徴と

する脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の製造方法でもある。

上述の原体である酸化亜鉛粒子は、当該粉体を0.0025質量%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液中に入れ、超音波ホモジナイザーで定格出力600W、振動振幅100%の超音波を常温で3分間照射して分散した分散液のレーザー回折散乱法でのメジアン径が0.30 μ m以下であることが好ましい。

本発明は、上述の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を含有することを特徴とする分散体でもある。

本発明は、上述の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を含有することを特徴とする化粧品でもある。

発明の効果

[0009] 本発明によって、環境負荷が少なく、十分な撥水性を有する脂肪酸処理酸化亜鉛を提供できる。また、本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を使用することによって、分散性や経時安定性に優れる分散体、及び、化粧品を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]実施例で得られた脂肪酸処理酸化亜鉛粒子のFT-IRスペクトルを示す図である。

[図2]比較例で得られた脂肪酸処理酸化亜鉛粒子のFT-IRスペクトルを示す図である。

[図3]本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の一次粒子径の計測方法を図示する模式図である。

発明を実施するための形態

[0011] 以下、本発明について詳細に説明する。

[0012] (脂肪酸処理酸化亜鉛粒子)

本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、高濃度に配合した場合にも分散体の増粘を抑制し、経時安定性に優れた分散体を作製し得るものである。

このような効果を得るためには、以下の3つの条件を満たす必要があると考

えられる。

- (1) 脂肪酸亜鉛（脂肪酸石けん）の生成量を抑える。
- (2) 未反応の脂肪酸の残存量を抑える。
- (3) 易分散性の粒子である。

[0013] 上述したような各種の問題は、脂肪酸亜鉛、未反応の脂肪酸及び凝集粒子によって引き起こされるものであると考えられることから、これらの成分の低減を図ることで本発明の目的は達成することができる。

[0014] 本発明における脂肪酸による処理を行った場合、酸化亜鉛粒子の表面に対して脂肪酸が結合した状態の処理粒子が得られることが好ましい。一方、遊離した状態の脂肪酸亜鉛は、好ましくない効果を生じる。遊離した状態の脂肪酸亜鉛は、酸化亜鉛が水と反応することで、亜鉛イオンを生じた場合にこれが脂肪酸と反応して脂肪酸亜鉛になると考えられる。よって、本発明においては、表面処理の工程を調整し、できるだけこのような反応が生じないようにしたものである。

[0015] 更に、未反応の脂肪酸が残存すると、これもまた性能に悪影響を与える。よって、過剰な脂肪酸が生じないようにすることも望まれる。

[0016] また、粒子に凝集が存在すると、分散時に凝集がほぐれ未処理面が生じることで、高濃度に配合した場合に増粘が生じると考えられる。易分散性の粒子は、凝集がなく粒子に均一に処理されていることから高濃度に配合した場合にも増粘せず、低粘度の分散物を得ることが可能となる。

[0017] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、上記(1)(2)を満たすものであることから、脂肪酸亜鉛や脂肪酸に由来するIRピーク強度が、好適な表面処理がなされていない酸化亜鉛粒子のIRピーク強度に比べて小さくなり、このことを本発明においては、 (I_2/I_1) 及び (I_3/I_4) というパラメータで表したものである。

[0018] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、全反射測定法(ATR法)を用いて測定したFT-IRスペクトルにおいて、 $1350-1500\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度(I_1)に対して、 $1500-1600\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度(I_2)の比

率 (I_2/I_1) が、0.8~1.2であり、かつ、 $1750-1800\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度 (I_4) に対して、 $1700-1720\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度 (I_3) の比率 (I_3/I_4) が、1.2以下であることを特徴とするものである。

上記比率 (I_2/I_1) における、吸光度 I_1 の値は、 $1350-1500\text{ cm}^{-1}$ に検出される、 CH_3 対称変角振動、 COO^- 対称伸縮振動、 CH_3 非対称変角振動のいずれかの内の最大ピークの吸光度であり、吸光度 I_2 の値は、 $1500-1600\text{ cm}^{-1}$ に検出される、 COO^- 逆対称伸縮振動の最大ピークの吸光度の値である。

上記比率 (I_2/I_1) の値が0.8~1.2の場合、脂肪酸が酸化亜鉛表面に結合していることを意味し、1.2より大きい場合、遊離の脂肪酸亜鉛が析出していることを意味する。また上記比率が、0.8より小さい場合、脂肪酸が酸化亜鉛表面に十分に結合しておらず、未反応の脂肪酸が多く存在することを意味する。

上記比率 (I_2/I_1) の下限は0.9が好ましく、上限は、1.1が好ましい。

[0019] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、さらに、 $1750-1800\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度 (I_4) に対して、 $1700-1720\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度 (I_3) の比率 (I_3/I_4) が、1.2以下であることを特徴とするものである。吸光度 I_3 の値は、 $1700-1720\text{ cm}^{-1}$ に検出される、 $\text{C}=\text{O}$ 伸縮振動のピークの吸光度、吸光度 I_4 の値は、 $1750-1800\text{ cm}^{-1}$ に検出される、四員環や五員環、酸無水物の $\text{C}=\text{O}$ 伸縮振動のピークの吸光度の値である。今回の製造工程で四員環や五員環、酸無水物に該当する物質は存在しないため、ピークは検出されない。よって、 I_3/I_4 の値が1.2を超える場合、未反応の脂肪酸が残っていることを意味する。

上記比率 (I_3/I_4) は、1.1以下であることが好ましく、下限は特に限定されないが、0.8以上であることが好ましい。

[0020] さらに、本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、上記(3)を満たすものであ

ることから、弱分散での粒度分布が、一次粒子径に近い状態となり、このことを本発明においてはモード径というパラメータで表したものである。

本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、透過型電子顕微鏡写真から測定した一次粒子径が $0.1\ \mu\text{m}$ 以下であり、当該粉体をイソプロピルアルコール中に入れ超音波ホモジナイザーで定格出力 600W 、振動振幅 100% の超音波を常温で1分照射して分散した分散液のレーザー回折散乱法での体積基準におけるモード径が $0.30\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする。

[0021] 本発明における一次粒子径は、具体的には、透過型電子顕微鏡JEM-1200EX II（日本電子社製）で撮影した写真の $2000\sim 50000$ 倍の視野での定方向径（図3に示すように粒子を挟む一定方向の二本の平行線の間隔；画像上のどのような形状の粒子についても、一定方向で測定した）で定義される粒子径（ μm ）であって、TEM写真内の一次粒子 250 個の定方向径を計測し、その累積分布の平均値を求めたものである。上記一次粒子径は、 $0.005\ \mu\text{m}$ 以上 $0.1\ \mu\text{m}$ 未満であることがより好ましい。

[0022] また、本発明におけるモード径は、具体的には、以下の方法で測定して求めたものである：上記脂肪酸処理酸化亜鉛粒子 $0.1\ \text{g}$ を、イソプロピルアルコール $50\ \text{ml}$ に入れ、超音波ホモジナイザーUS-600E（日本精機製作所社製 定格出力 600W ）を用いて、常温で振動振幅 100% の超音波を1分間照射してスラリーを調製し、レーザー回折／散乱式粒度分布測定装置LA-960S（堀場製作所社製）を用いて体積基準におけるモード径を測定した。また、本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は非常に高い分散性を有するため、超音波による弱い衝撃を加えるだけで十分に分散する、という点も特徴の一つである。上記モード径は、 $0.20\ \mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。

[0023] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、表面に脂肪酸による表面処理層を有するものである。撥水性表面処理剤として、環境適応性が高い脂肪酸であることが最も望ましい。

なお、ここでの表面処理とは、酸化亜鉛粒子表面の水との親和性を低下させ

るための撥水性処理であり、処理を施した後において水に溶解しやすい材料、もしくは水に分散する材料による表面処理は本発明の「撥水性処理」には該当しない。

[0024] 本発明で使用する脂肪酸としては、撥水性が強いことが好ましい。無機粉体と何らかの化学結合をする化合物が好ましいが、物理吸着する化合物であってもある程度の効果を得ることができる。

上記脂肪酸は、炭素数10～30の高級脂肪酸が分散体中での酸化亜鉛粒子の分散性をより向上させることができる点から好ましく、具体的には、ステアリン酸、イソステアリン酸、ミリスチン酸、ラウリン酸、パルミチン酸等の飽和脂肪酸、オレイン酸等の不飽和脂肪酸から選択される少なくとも1種であることが好ましい。

この中でも、特に構造が単純なために安価で安定性も高く、強い撥水性を持つという観点から、ステアリン酸、パルミチン酸、イソステアリン酸が好ましい。

また、より環境負荷の小さい処理剤とするためには、植物由来の脂肪酸を使用することが好適である。

[0025] また、本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、原体である酸化亜鉛粒子の粒子表面をその他の無機化合物で被覆したものであってもよい。すなわち、その他の無機化合物で表面処理された酸化亜鉛粒子が、更に脂肪酸で表面処理されたものであってもよい。

被覆材料は公知の無機表面処理材料を用いることができ、例えば、Al、Si、Zr 或いはSn等の酸化物もしくは水酸化物のうちの1種或いは複数種で被覆するものである。

[0026] 原体である酸化亜鉛粒子は、経時的に亜鉛イオンが溶出してしまうため、化粧品に配合すると乳化系を壊すことがある他、酸化亜鉛の表面触媒活性により他成分が変性されるという課題を有しているが、無機化合物を被覆すると、亜鉛イオンの流出を抑えることができ、そのような用途（例えば、化粧品など）においては、無機化合物を被覆したものが好ましい。

- [0027] 特に、水酸化アルミニウム、含水ケイ酸のうち1種類、もしくは2種類で表面処理したものを使用することが環境や人体に無害であり、かつ高い活性抑制を持つ点で好ましい。
- [0028] 上記無機表面処理材料の被覆量は、酸化亜鉛に対して1～30質量%が好ましい。この範囲であれば、十分な活性抑制を持ち、酸化亜鉛の特性への影響が小さい。
- 上記下限は、3質量%であることがより好ましい。上記上限は、20質量%であることがより好ましい。
- [0029] 上記無機表面処理材料での表面処理方法は、特に限定されず、周知の一般的な方法によって行うことができる。
- [0030] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、見掛け密度が 0.5 g/m^3 以上であることが好ましい。上記見掛け密度が 0.5 g/m^3 以上であると、粉体の嵩が小さくなり、例えば、粉塵の発生量が低下したり、包装容器に充填しやすくなり運搬の際に粉体を大量に運ぶことができるという点で好ましい。また、他の成分と混合する際により容積の小さい容器の中で混合することができる等、粉体としての取り扱いが容易になるという点で好ましい。上記見掛け密度は、 0.6 g/m^3 以上であることがより好ましい。見掛け密度が高くなるほど、粉体の嵩が小さくなることを意味する。上記見掛け密度は、JIS K 5101-12-1 顔料試験方法-見掛け密度又は見掛け比容（静置法）に記載の方法により測定することができる。
- [0031] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、BET比表面積が $25\text{ m}^2/\text{g}$ 以下であることが好ましい。BET比表面積が $25\text{ m}^2/\text{g}$ を超えると、粒子サイズが小さくなるため凝集が起こりやすくなる。上記BET比表面積は、実施例に記載の方法により測定することができる。
- [0032] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子中の炭素含有量は、0.5質量%以上8.0質量%未満であることが好ましい。炭素含有量が0.5質量%未満であると、十分な撥水効果を発揮できないおそれがある。8.0質量%以上であると、酸化亜鉛の純分が下がり性能が低下するおそれがあり、また、過剰に添

加することにより遊離の脂肪酸亜鉛の析出につながるおそれがある。より好ましくは、1.0質量%以上7.0質量%未満である。上記炭素含有量は、実施例に記載の方法により測定することができる。

[0033] (脂肪酸酸化亜鉛粒子の製造方法)

本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、その製造方法について特に限定されるものではないが、例えば、原体である酸化亜鉛粒子を分散媒にリパルプしてスラリーを調製する工程(1)、脂肪酸を塩基で中和し、脂肪酸塩水溶液を得る工程(2)、及び、得られた脂肪酸塩水溶液を上記酸化亜鉛スラリーに添加して、表面処理する工程(3)を有し、上記原体である酸化亜鉛粒子は、微粒子酸化亜鉛を、亜鉛塩を溶解した水中で熟成する工程を含む製造方法で得られたものであり、乾燥工程を経ずに工程(1)に供し、上記工程(2)及び(3)は、脂肪酸の融点以上の温度で行うことを特徴とする脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の製造方法等を挙げることができる。

このような製造方法も本発明の一つである。

[0034] 上記工程(1)は、原体である酸化亜鉛粒子を分散媒にリパルプしてスラリーを調製する工程である。本発明の製造方法において、工程(1)で酸化亜鉛粒子のスラリーを調製することは重要な工程である。すなわち、上記酸化亜鉛粒子が凝集した乾燥状態ではなく、分散したスラリー状態で脂肪酸被覆を形成することを特徴としたものである。

[0035] ここで、工程(1)において原料として使用する酸化亜鉛粒子は、水性媒体中で合成反応を行ったものについて、乾燥工程を経ることなく、そのまま、スラリーを調製するものである。すなわち、粒子の製造工程から、脂肪酸処理の工程に至るまでの間に、粒子を乾燥させる工程を有さないことが好ましい。このようにすることで、粒子間の凝集を抑制し、凝集した粒子に対して表面処理を行うことがなくなるため、上述したような優れた分散性能を得ることができる。

[0036] この工程(1)により、酸化亜鉛粒子の一つ一つが表面処理されることとなるため、脂肪酸被覆量を過剰にする必要なく、効率的に撥水性を付与するこ

とができる。

上記工程（１）において、酸化亜鉛粒子のスラリーは限定されるものではないが、例えば、酸化亜鉛粒子を $10\sim 1000\text{ g/L}$ の範囲で含むことが好ましい。

[0037] スラリーの調製方法は特に限定されず、例えば、酸化亜鉛粒子の製造工程によって得られた酸化亜鉛粒子を濾過した後、乾燥させることなく水に添加し、 $5\sim 30^{\circ}\text{C}$ で $10\sim 30$ 分間、分散させることによって、酸化亜鉛粒子の濃度が $10\sim 1000\text{ g/l}$ の均一なスラリーとすることができる。

上記分散媒としては特に限定されず、例えば、イソプロパノール等のアルコールや有機溶媒を使用することもできるが、安全性や製造コストの面から水を使用することが好ましい。

[0038] 上記工程（２）は、脂肪酸を塩基で中和し、脂肪酸塩水溶液を得る工程であって、脂肪酸の融点以上の温度で行うものである。上述の脂肪酸塩水溶液の濃度は、製造面から $15\text{ wt}\%$ 以下が好ましく、 $10\text{ wt}\%$ 以下がより好ましい。そのため上述の温度は、脂肪酸塩の水への溶解度が $10\text{ wt}\%$ 以上となる温度がより好ましい。上述の中和は苛性ソーダ（水酸化ナトリウム）や苛性カリ（水酸化カリウム）など、一般的に用いられる塩基を用いることが好ましい。上述の融点及び溶解度は、使用する脂肪酸の組成によって決定されるものであるから、工程（２）の温度は変動してもよい。一例を挙げるなら、脂肪酸としてステアリン酸を使用した場合、ステアリン酸の融点は 70°C であるから、 70°C 以上で行うものであればよい。また、塩基として苛性ソーダを使用した場合、ステアリン酸ナトリウムの水への溶解度は 70°C で $3\text{ wt}\%$ 、 75°C で $10\text{ wt}\%$ であるため、 75°C 以上であることがより好ましい。

[0039] 上記工程（２）は、攪拌して行われることが好ましい。攪拌することで、脂肪酸及び脂肪酸塩をより十分に融解及び溶解させることができる。

上記工程（２）における攪拌手段は、特に限定されないが、攪拌羽根による攪拌、振とう攪拌、ミキサーによる攪拌、スターラーによる攪拌等が挙げら

れる。

[0040] 上記工程（3）は、得られた脂肪酸塩水溶液を上記酸化亜鉛スラリーに添加して、表面処理する工程である。

表面処理工程では、脂肪酸塩水溶液を工程（1）で得られた酸化亜鉛粒子のスラリーに添加した後、攪拌することが好ましい。攪拌することで脂肪酸が酸化亜鉛粒子に均一に吸着しやすくなり、表面処理をより効率的に行うことができる。

攪拌する時間は特に制限されないが、5分以上であることが好ましい。攪拌する手段としては、特に限定されないが、攪拌羽根による攪拌、振とう攪拌、ミキサーによる攪拌、スターラーによる攪拌等が挙げられる。

[0041] 上記表面処理工程を行う工程（3）も、上記工程（2）と同様に、脂肪酸の融点以上で行うものであり、脂肪酸塩の水への溶解度が10wt%以上となる温度がより好ましい。上記工程（2）及び（3）において、脂肪酸を固体ではなく液体の状態で酸化亜鉛と反応させることにより、均一な表面処理を行うことが可能となる。上記工程（2）及び（3）における温度が、脂肪酸の融点未満の温度である場合、脂肪酸及び脂肪酸塩と酸化亜鉛との反応が不十分となるおそれがある。ここでの反応が不十分とは、脂肪酸や脂肪酸塩が固体のまま存在することで、酸化亜鉛と均一に化学結合及び物理吸着していない等の状態を含む。酸化亜鉛に均一に処理されていない場合、得られた脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の比率（ I_2/I_1 ）及び比率（ I_3/I_4 ）が本発明の範囲であっても、分散体の調製時に未処理部分による凝集や処理量が過剰な部分に分散剤が吸着しにくい等の問題が生じ、増粘するおそれがある。

上記工程（3）において、脂肪酸塩水溶液及び酸化亜鉛スラリーの両方を、脂肪酸の融点以上の温度に加温しておくことが好ましい。

[0042] 上記工程（3）は、脂肪酸塩水溶液を添加する工程であるが、脂肪酸の添加量が酸化亜鉛粒子に対して1.0質量%以上になるように添加することが好ましい。上記添加量が1.0質量%未満であると、撥水性が不足するおそれがある。より好ましくは1.5質量%以上である。また、上記添加量は、1

0質量%以下が好ましい。上記添加量が10質量%を超えると、乾燥工程において脂肪酸及び脂肪酸亜鉛の融点以上の温度で乾燥させても、酸化亜鉛表面に結合しきれない単体の脂肪酸亜鉛が残存する。これにより、比率(I_2/I_1)が本発明の範囲外となるおそれがある。上記添加量は、より好ましくは8質量%以下である。

[0043] このようにして、上記表面処理工程を行った後、攪拌を続けながら、得られたスラリーを0.5時間乃至数十時間、熟成して、酸化亜鉛粒子の表面に脂肪酸被覆を形成させる。

上記熟成に際しては、本発明の効果を損なわない範囲で、他の成分を少量添加してもよい。例えば、分散剤等を添加することもできる。

[0044] 熟成は、45～110℃において行うことが好ましい。特に、熟成時間は0.5～24時間を挙げることができる。熟成温度、熟成時間、酸化亜鉛濃度等の条件によって均一な処理を施した酸化亜鉛粒子を得ることができるため、これらの条件については脂肪酸の種類や添加量に応じて適宜設定して行うことが好ましい。

[0045] このようにして得られた脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、必要に応じて、pH調整、濾過、水洗等の後処理を行ってもよい。

上記pH調整工程では、熟成スラリーのpHを6～10に調整することが好ましく、7～8に調整することがより好ましい。

中和剤としては硫酸や塩酸など一般的に使用される酸を用いることが好ましく、また、硫酸亜鉛、塩化亜鉛等の亜鉛塩を用いてもよい。

本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の製造方法は、さらに、乾燥工程を行うことが好ましい。乾燥は脂肪酸の融点以上で行うことが好ましく、脂肪酸亜鉛の融点以上で行うことがより好ましい。脂肪酸及び脂肪酸亜鉛の融点以上の温度で乾燥させることによって、残存している脂肪酸や過剰に析出している脂肪酸亜鉛を融解させ、酸化亜鉛表面に化学結合することが可能となる。一例を挙げるなら、脂肪酸としてステアリン酸を用いた場合は、ステアリン酸の融点の70℃以上で行うことが好ましく、ステアリン酸亜鉛の融点の12

0℃以上で行うことがより好ましい。

[0046] 上記乾燥工程における加熱温度は、特に限定されないが、表面処理後に300℃以上で加熱するような焼成工程を経ないものであることが好ましい。このようなものとすることで原体である酸化亜鉛粒子の粒子径や形状を維持することができ、上述したような本発明の効果を特に好適に得ることができる。

更に、上記乾燥工程の後、必要に応じて粉碎工程を行うことが好ましい。乾式粉碎としては、例えば、アトマイザーが挙げられる。

[0047] 上記原体となる酸化亜鉛粒子としては特に限定されないが、それ自体の分散性が高いものを使用したほうが、得られる脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の分散性も高まるため好ましい。特に、0.0025質量%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液中で、超音波ホモジナイザーで定格出力600W、振動振幅100%の超音波を常温で3分間照射して分散した分散液のレーザー回折散乱法でのメジアン径が0.30μm以下である酸化亜鉛粒子を用いることが好ましい。

[0048] 上述のように、分散性に優れた酸化亜鉛粒子に対して脂肪酸処理を施すことにより、粒子一つ一つに均一な脂肪酸被覆層が形成され、得られた脂肪酸処理酸化亜鉛粒子も易分散性に優れるため、化粧品等に配合した際に弱い衝撃で分散することができる。一方で、衝撃を加えない時は、適度な凝集力により凝集粒子を形成することができるものである。したがって、ハンドリング性が良好なものとなる。

[0049] また、上記原体となる酸化亜鉛粒子の形状としては特に制限されないが、得られる脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の使用した際の感触やUV等に対する遮蔽性が良好になる点で板状であることが好ましい。例えば、一次粒子径が0.1μm未満であるものが好ましく、アスペクト比が2.5未満であるものが好ましく、吸油量/BET比表面積が1.5ml/100m²以下であるもの等が好ましい。吸油量/BET比表面積(ml/100m²)は、吸油量(ml/100g)の値を、BET比表面積(m²/g)の値で除した値であり

、この値が小さい程、粒子表面の単位面積当りの吸油量が低いことを意味し、粒子同士の凝集が少なく、粒子の独立性、分散性が高いことを意味する。このような原体酸化亜鉛粒子としては、例えば、一次粒子径が $0.005\mu\text{m}$ 以上、 $0.05\mu\text{m}$ 以下の微粒子酸化亜鉛を、亜鉛塩を溶解した水中で熟成する工程を含む製造方法によって得られたもの等を挙げることができる。具体的には、例えば、国際公開2012/147888に開示された酸化亜鉛粒子等を使用することが好ましい。

[0050] 国際公開2012/147888は、微粒子酸化亜鉛を、亜鉛塩を溶解した水中で熟成する工程を含む製造方法によって、分散性に優れた酸化亜鉛粒子を得る方法が開示されている。このような方法によって水中で酸化亜鉛粒子を製造した後、濾過を行い、乾燥させることなく、上述したような方法での表面処理を行うことが好ましい。これによって、凝集が少ない状態の酸化亜鉛粒子に対して表面処理を行うことができ、本発明の目的を好適に達成することができる。

[0051] 国際公開2012/147888の製造方法によって一次粒子径が $0.1\mu\text{m}$ 未満であり、アスペクト比が2.5未満であり、吸油量/BET比表面積が $1.5\text{ml}/100\text{m}^2$ 以下であることを特徴とする酸化亜鉛粒子を得ることができる。このような酸化亜鉛粒子を原料とすることが特に好ましい。

[0052] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、更に、必要に応じて他の表面処理を施したものであってもよい。

表面処理としては特に限定されず、例えば、シリカ層、アルミナ層、ジルコニア層、チタニア層等の無機酸化物層を形成する無機表面処理、その他の各種表面処理等の公知の処理方法を挙げることができる。また、複数種の表面処理を順次行うものであってもよい。

[0053] 上記表面処理としてより具体的には、有機アルミ化合物、有機チタン化合物、多価アルコール又はアルカノールアミンから選ばれる表面処理剤による表面処理等を挙げることができる。このような表面処理剤は、上記酸化亜鉛粒子の粒子径に応じて、適宜処理量を設定することができる。

[0054] 本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、水や油剤に分散された分散体としてもよい。

このような分散体も本発明の一部である。

[0055] (分散体、化粧品)

本発明の分散体は、本発明の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を分散体全量中で40～80質量%の割合で含有することが好ましい。また、上記下限は、45質量%であることがより好ましく、50質量%であることが更に好ましい。

上記脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は上述の効果を有するものであるため、このような比較的高い配合量の範囲においても分散性が良好で、分散体の粘度が低く、また、粘度が経時的に保たれる。

[0056] 本発明の分散体は、さらに、ポリヒドロキシステアリン酸を含有することが好ましい。当該化合物は分散剤として機能し、これを含有することで、上記脂肪酸処理酸化亜鉛粒子が溶媒中で良好に分散するという点で好ましい。

ポリヒドロキシステアリン酸を使用すると、少量でも良好な分散を行うことができ、使用時にも、撥水性表面処理層を有する脂肪酸処理酸化亜鉛粒子が水で流れにくくなる点で特に好ましいものである。

[0057] ヒドロキシステアリン酸の水酸基は12位の炭素に結合していることが好ましく、ヒドロキシステアリン酸の重合度は3～12が好ましく、更に好ましくは重合度4～8である。市販品としては、サラコス HS-6C (日清オイリオ社製)、ARLACEL P-100 (ユニケマ社製) 等が挙げられる。

[0058] 上記ポリヒドロキシステアリン酸の配合量は、分散体中、0.1～10質量%であることが好ましい。上記下限は1質量%であることがより好ましく、上記上限は7質量%以下であることが更に好ましい。上記割合とすることで、溶媒の含有量が増えて化粧品配合時の処方への適合性が高い点で特に好ましい。

[0059] 本発明の分散体は、上記脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を分散させる媒体として油剤を含有することが好ましい。上記油剤としては特に限定されないが、環境

負荷の観点からポリシロキサン骨格を持たない油剤が好ましく、常温（15～25℃）で液状である液体油が分散性の観点から好適である。例えば、エステル油、果実油、その他の油脂類等が挙げられる。中でも、エステル油、果実油が、化粧品に使用する際に使用しやすいという点で好適である。具体的には、下記が挙げられ、1種または2種以上を用いることができる。

[0060] 上記エステル油としては、パルミチン酸エチルヘキシル、イソステアリン酸イソプロピル、オレイン酸エチル、オレイン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸オクチルドデシル、リンゴ酸ジイソステアリル、トリカプリル酸グリセリル、イソノナン酸イソオクチル、イソノナン酸イソトリデシル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸エチルヘキシル、ジカプリン酸プロピレングリコール、ジカプリン酸ネオペンチレングリコール、ジエチルヘキサン酸ネオペンチレングリコール、エチルヘキサン酸セチル、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリル、ホホバ油、ミリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、イソノナン酸イソトリデシル、ジイソステアリン酸ポリグリセリル、トリイソステアリン酸ジグリセリル、トリベヘン酸グリセリル、ヘキサ（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、ジオクタン酸ネオペンチルグリコール、イソステアリン酸コレステリル、ヒドロキシステアリン酸コレステリル、ステアリン酸コレステリル、ラノリン脂肪酸コレステリル、オレイン脂肪酸フィステリル、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（フィステリル・2-オクチルドデシル）等が挙げられる。

[0061] 上記果実油としては、オリーブ果実油、アオモジ果実油、ウイキョウ果実油、キャラウェイ果実油、コショウ果実油、コリアンダー果実油、セイヨウネズ果実油、バニラ果実油、ベルガモット果実油、レモン果実油等が挙げられる。

[0062] 上記その他の油脂類としては、サフラワー油、大豆油、月見草油、ブドウ種子油、ローズヒップ油、ココナッツ油、アーモンド油、ゴマ油、コムギ胚芽

油、トウモロコシ油、綿実油、アボガド油、ツバキ油、パーシク油、ヒマシ油、ラッカセイ油、ヘーゼルナッツ油、マカデミアナッツ油、メドフォーム油、カカオ脂、シア脂、木ロウ、ヤシ油、パーム油、パーム核油、牛脂、馬脂、ミンク油、乳脂、卵黄油、タートル油、モクロウ、カメリア油等が挙げられる。

[0063] 上記油剤の配合量は、分散体中、5～60質量%であることが好ましい。上記割合とすることで、化粧品等への配合時の油に馴染みやすくなる点で好適である。

上記下限は、10質量%であることが更に好ましく、上記上限は55質量%であることが更に好ましい。

[0064] 本発明の分散体には、上記成分の他、適宜目的に応じて、防腐剤、pH調整剤、純水等を配合するようにしてもよい。

[0065] 本発明の分散体は、下記評価方法による初期粘度が、1,500 mPa・s以下であることが好ましく、1,000 mPa・s以下であることがより好ましい。この範囲であれば、粘性が低く、分散後のビーズ分離が容易である。

[0066] 初期粘度評価方法：

9 mlのスクリュウ瓶に製造直後の分散体8 ml入れ、B型粘度計（東京計器製、TVB-10）でローターNo. 4を使用し、12 rpmで回転させ、回転開始から60秒後の粘度（25℃）を測定した。

[0067] また、本発明の分散体は、下記評価方法による7日後の経時粘度が、2,000 mPa・s以下であることが好ましく、1,800 mPa・s以下であることがより好ましい。この範囲であれば、粘性が高くなく容器などからの取り出しも容易で取り扱いが良好である。

[0068] 経時粘度評価方法：

9 mlのスクリュウ瓶に製造直後の分散体8 ml入れ、40℃恒温槽にて7日間保管し、B型粘度計（東京計器製TVB-10）でローターNo. 4を使用し、12 rpmで回転させ、回転開始から60秒後の粘度（25℃）を

測定した。

[0069] 本発明の分散体は、その製造方法を特に限定されるものではない。

具体的には、例えば、上記脂肪酸処理酸化亜鉛粒子、分散剤、溶媒を原料として使用して、その他の成分と混合、攪拌等することで得ることができる。

[0070] 本発明の分散体は、実質的に水を含まない油性分散体であることが好ましい。さらに、上述した脂肪酸処理酸化亜鉛粒子、分散剤、溶媒以外の成分の含有量は1質量%以下であることが好ましく、0.5質量%以下であることがより好ましい。また、上述した脂肪酸処理酸化亜鉛粒子、分散剤、溶媒のみからなるものであってもよい。本発明の分散体は、特に化粧品製造用原料として使用することができるものである。このため、処方上の制限を生じないようにするため、上述した以外の成分はできるだけ含まないことが好ましい。

[0071] 本発明の分散体は、酸化亜鉛以外の無機粒子を配合するものであってもよい。併用することができる無機粒子としては特に限定されるものではないが、例えば、二酸化チタン等を挙げることができる。特に、二酸化チタンを酸化亜鉛と併用した場合には、増粘という問題が顕著になりやすいものであることから、二酸化チタンと併用したときに、本発明の効果はより顕著なものとなる。紫外線防御用化粧品における紫外線遮蔽剤として酸化亜鉛を使用する場合には、紫外線の遮蔽域が異なる二酸化チタン粒子を併用することがあるため、このような場合にも本発明は有用なものである。

[0072] 本発明においては、併用して使用する二酸化チタン粒子は特に限定されないが、脂肪酸で表面処理された二酸化チタン粒子を使用することが好適である。

また、二酸化チタン粒子への脂肪酸の被覆量は、二酸化チタン粒子に対して4.0~8.5質量%であることが好適である。脂肪酸の種類は、酸化亜鉛に使用するものと同様の脂肪酸が挙げられる。

また、酸化亜鉛粒子と同様に、水酸化アルミニウムや含水ケイ酸で処理を行った後、脂肪酸で処理を施したものが好ましい。

[0073] 二酸化チタン粒子の表面処理は、従来公知の方法、又は、上述した酸化亜鉛粒子への処理と同様の方法によって行うことができる。

[0074] 上記二酸化チタン粒子は、平均一次粒子径が200nm以下のものを使用することが好ましい。二酸化チタン粒子の平均一次粒子径が200nmを超えると、隠蔽力が大きく、白くなり、透明性が低い。二酸化チタン粒子の平均一次粒子径の下限は、特に、限定されるものではないが、通常、5nmである。

二酸化チタン粒子の平均一次粒子径は、電子顕微鏡下でランダムに選択した200個の粒子の粒子径を計測し、その粒子径の平均値として算出する。

[0075] 二酸化チタン粒子の形状は特に限定されず、球状、棒状、針状、紡錘状、板状等の任意の形状のものを用いることができる。球状以外の形状の場合の上記平均一次粒子径については、棒状、針状、紡錘状粒子の場合は短軸側の長さの平均で規定し、板状の場合は面の対角線長さの平均で規定する。

二酸化チタン粒子の長軸径／短軸径（アスペクト比）は、9以下が好ましい。二酸化チタン粒子のアスペクト比は、電子顕微鏡下でランダムに選択した200個の粒子の長軸径／短軸径の平均値として算出する。

[0076] 二酸化チタン等の酸化亜鉛以外の無機粒子を使用する場合、上記脂肪酸処理酸化亜鉛粒子と二酸化チタン等の酸化亜鉛以外の無機粒子との合計量が、分散体全量中、40～70質量%であることが好ましい。

また、二酸化チタン等の酸化亜鉛以外の無機粒子を使用する場合、本発明の目的を阻害しない範囲で無機粒子を配合すればよく、例えば、二酸化チタン等の酸化亜鉛以外の無機粒子の配合量は、酸化亜鉛の質量に対して2倍量以下であることが好ましい。

[0077] 本発明の分散体は、非シリコン系の分散体であることが好ましい。非シリコン系であるとは、シリコン系の素材を実質的に含まないものであり、シリコン系油剤、シリコン系界面活性剤、シリコン系の表面処理剤によって表面処理された無機粒子を実質的に含有しないことが好ましい。シリコン系の素材は、分散体全量中1質量%以下であることが好ましく、0.

5質量%以下であることがより好ましい。

[0078] 本発明の分散体は、化粧品に好適に使用される。化粧品としては、特に限定するものではないが、スキンケア製品、頭髮製品、メイクアップ製品、紫外線防御製品等、皮膚や毛髪に外用される化粧品に配合できる。また、製品の形態についても特に限定はないが、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、多層状、ムース状、スプレー状等に適用が可能である。

[0079] 本発明の化粧品は、化粧品分野において使用することができる任意の水性成分、油性成分を併用するものであってよい。上記水性成分及び油性成分としては特に限定されず、例えば、油分、界面活性剤、保湿剤、高級アルコール、金属イオン封鎖剤、水溶性の天然及び半合成、合成高分子、水溶性及び油溶性高分子、有機系紫外線遮蔽剤、各種抽出液等が挙げられる。

また、必要に応じ、各種粉体として無機及び有機顔料、無機及び有機粘土鉱物等の各種粉体、金属石鹼処理又はシリコンで処理された無機及び有機顔料、有機染料等の色剤、その他薬剤成分として、防腐剤、酸化防止剤、色素、増粘剤、乳化増粘剤、pH調整剤、香料、冷感剤、制汗剤、殺菌剤、皮膚賦活剤、抗炎症剤、美白剤、皮膜剤等の成分を含有するものであってもよい。具体的には、以下に列挙した配合成分の1種又は2種以上を任意に配合して常法により目的の化粧料を製造することが可能である。これらの配合成分の配合量は、本発明の効果を損なわない範囲であれば特に限定されない。

また、本発明の目的を阻害しない範囲で、二酸化チタン、酸化セリウム等の紫外線散乱剤の無機粉体を使用してもよい。

なお、本発明の化粧品は、ノンシリコン系の処方とすることもできるし、目的に応じて、メチルシリコン、メチルフェニルシリコン等のシリコン系油剤等のシリコン系の素材を含有する処方とすることもできる。

[0080] 上記油分としては特に限定されず、例えば、アボガド油、ツバキ油、タートル油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、ミンク油、オリーブ油、ナタネ油、卵黄油、ゴマ油、パーシク油、小麦胚芽油、サザンカ油、ヒマシ油、アマニ油、サフラワー油、綿実油、エノ油、大豆油、落花生油、茶実油、

カヤ油、コメヌカ油、シナギリ油、日本キリ油、ホホバ油、胚芽油、トリグリセリン、トリオクタン酸グリセリン、トリスopalミチン酸グリセリン、カカオ脂、ヤシ油、馬脂、硬化ヤシ油、パーム油、牛脂、羊脂、硬化牛脂、パーム核油、豚脂、牛骨脂、モクロウ核油、硬化油、牛脚脂、モクロウ、硬化ヒマシ油、ミツロウ、カンデリラロウ、綿ロウ、カルナウバロウ、ベイベリーロウ、イボタロウ、鯨ロウ、モンタンロウ、ヌカロウ、ラノリン、カポックロウ、酢酸ラノリン、液状ラノリン、サトウキビロウ、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、還元ラノリン、ジョジョバロウ、硬質ラノリン、セラックロウ、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、POEコレステロールエーテル、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、流動パラフィン、オゾケライト、プリスタン、パラフィン、セレシン、スクワレン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、ジカプリン酸プロピレングリコール、パルミチン酸エチルヘキシル、イソノナン酸イソトリデシル等を挙げることができる。

[0081] 上記界面活性剤としては特に限定されず、例えば、親油性非イオン界面活性剤、親水性非イオン界面活性剤、その他の界面活性剤を挙げることができる。

上記親油性非イオン界面活性剤としては特に限定されず、例えば、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンモノイソステアレート、ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンセスキオレエート、ソルビタントリオレエート、ペンター2-エチルヘキシル酸ジグリセロールソルビタン、テトラ-2-エチルヘキシル酸ジグリセロールソルビタン等のソルビタン脂肪酸エステル類、モノ綿実油脂肪酸グリセリン、モノエルカ酸グリセリン、セスキオレイン酸グリセリン、モノステアリン酸グリセリン、 α , α' -オレイン酸ピログルタミン酸グリセリン、モノステアリン酸グリセリンリンゴ酸等のグリセリンポリグリセリン脂肪酸類、モノステアリン酸プロピレングリコール等のプロピレングリコール

脂肪酸エステル類、硬化ヒマシ油誘導体、グリセリンアルキルエーテル等を挙げることができる。

[0082] 上記親水性非イオン界面活性剤としては特に限定されず、例えば、POEソルビタンモノオレエート、POEソルビタンモノステアレート、POEソルビタンテトラオレエート等のPOEソルビタン脂肪酸エステル類（例えばポリソルベート60）、POEソルビットモノラウレート、POEソルビットモノオレエート、POEソルビットペンタオレエート、POEソルビットモノステアレート等のPOEソルビット脂肪酸エステル類、POEグリセリンモノステアレート、POEグリセリンモノイソステアレート、POEグリセリントリイソステアレート等のPOEグリセリン脂肪酸エステル類、POEモノオレエート、POEジステアレート、POEジオレエート、ジステアリン酸エチレングリコール等のPOE脂肪酸エステル類、POEラウリルエーテル、POEオレイルエーテル、POEステアリルエーテル、POEベヘニルエーテル、POE2-オクチルドデシルエーテル、POEコレスタノールエーテル等のPOEアルキルエーテル類、POEオクチルフェニルエーテル、POEノニルフェニルエーテル、POEジノニルフェニルエーテル等のPOEアルキルフェニルエーテル類、ブルロニック等のプルアロニック型類、POE・POPセチルエーテル、POE・POP2-デシルテトラデシルエーテル、POE・POPモノブチルエーテル、POE・POP水添ラノリン、POE・POPグリセリンエーテル等のPOE・POPアルキルエーテル類、テトロニック等のテトラPOE・テトラPOPエチレンジアミン縮合物類、POEヒマシ油、POE硬化ヒマシ油、POE硬化ヒマシ油モノイソステアレート、POE硬化ヒマシ油トリイソステアレート、POE硬化ヒマシ油モノピログルタミン酸モノイソステアリン酸ジエステル、POE硬化ヒマシ油マレイン酸等のPOEヒマシ油硬化ヒマシ油誘導体、POEソルビットミツロウ等のPOEミツロウ・ラノリン誘導体、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、ラウリン酸モノエタノールアミド、脂肪酸イソプロパノールアミド等のアルカノールアミド、POEプロピレングリコール脂肪酸エステル、P

OEアルキルアミン、POE脂肪酸アミド、ショ糖脂肪酸エステル、POEノニルフェニルホルムアルデヒド縮合物、アルキルエトキシジメチルアミンオキシド、トリオレイルリン酸等を挙げることができる。

[0083] 上記その他の界面活性剤としては、例えば、脂肪酸セッケン、高級アルキル硫酸エステル塩、POEラウリル硫酸トリエタノールアミン、アルキルエーテル硫酸エステル塩等のアニオン界面活性剤、アルキルトリメチルアンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩、アルキル四級アンモニウム塩、アルキルジメチルベンジルアンモニウム塩、POEアルキルアミン、アルキルアミン塩、ポリアミン脂肪酸誘導体等のカチオン界面活性剤、及び、イミダゾリン系両性界面活性剤、ベタイン系界面活性剤等の両性界面活性剤を安定性及び皮膚刺激性に問題のない範囲で配合してもよい。

[0084] 上記保湿剤としては特に限定されず、例えば、キシリトール、ソルビトール、マルチトール、コンドロイチン硫酸、ヒアルロン酸、ムコイチン硫酸、カロニン酸、アテロコラーゲン、コレステリル-12-ヒドロキシステアレート、乳酸ナトリウム、胆汁酸塩、d-1-ピロリドンカルボン酸塩、短鎖可溶性コラーゲン、ジグリセリン(EO)PO付加物、イザヨイバラ抽出物、セイヨウノコギリソウ抽出物、メリロート抽出物等を挙げることができる。

[0085] 上記高級アルコールとしては特に限定されず、例えば、ラウリルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ミリスチルアルコール、オレイルアルコール、セトステアリルアルコール等の直鎖アルコール、モノステアリルグリセリンエーテル(バチルアルコール)、2-デシルテトラデシノール、ラノリンアルコール、コレステロール、フィトステロール、ヘキシルドデカノール、イソステアリルアルコール、オクチルドデカノール等の分枝鎖アルコール等を挙げることができる。

[0086] 金属イオン封鎖剤としては特に限定されず、例えば、1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジフォスホン酸、1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジフォスホン酸四ナトリウム塩、クエン酸ナトリウム、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、グルコン酸、リン酸、クエン酸、アスコルビン酸、コハク

酸、エデト酸等を挙げることができる。

- [0087] 上記天然の水溶性高分子としては特に限定されず、例えば、アラビアガム、トラガカントガム、ガラクトン、グアガム、キャロブガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、カンテン、クインスシード（マルメロ）、アルゲコロイド（カッソウエキス）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、グリチルリチン酸等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子を挙げることができる。
- [0088] 半合成の水溶性高分子としては特に限定されず、例えば、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、ニトロセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、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ナトリウム（CMC）、結晶セルロース、セルロース末等のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子等を挙げることができる。
- [0089] 合成の水溶性高分子としては特に限定されず、例えば、ポリビニルアルコール、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルピロリドン等のビニル系高分子、ポリエチレングリコール20,000、40,000、60,000等のポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー等を挙げることができる。
- [0090] 無機の水溶性高分子としては特に限定されず、例えば、ベントナイト、ケイ酸A1Mg（ビーガム）、ラポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等を挙げることができる。
- [0091] 有機系紫外線遮蔽剤としては特に限定されず、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ブチルエステル等の安息香酸系紫外線遮蔽剤；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遮蔽剤；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、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遮蔽剤；p-メトキシ桂皮酸エチルヘキシル、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、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- α -シアノ- β -フェニルシンナメート、2-エチルヘキシル- α -シアノ- β -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等の桂皮酸系紫外線遮蔽剤；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-4'-メチルベンゾフェノン、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、2-ヒドロキシ-4-n-オクトキシベンゾフェノン、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遮蔽剤；3-(4'-メチルベンジリデン)-d，l-カンファ-3-ベンジリデン-d，l-カンファ-、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*-ブチルジベンゾイルメタン、5-(3,3-ジメチル-2-ノルボルニリデン)-3-ペンタン-2-オン等を挙げることができる。

[0092] 各種の抽出液としては特に限定されず、例えば、ドクダミエキス、オウバクエキス、メリロートエキス、オドリコソウエキス、カンゾウエキス、シャクヤクエキス、サボンソウエキス、ヘチマエキス、キナエキス、ユキノシタエキス、クララエキス、コウホネエキス、ウイキョウエキス、サクラソウエキス、バラエキス、ジオウエキス、レモンエキス、シコンエキス、アロエエキス、ショウブ根エキス、ユーカリエクス、スギナエキス、セージエキス、タイムエキス、茶エキス、海藻エキス、キューカンバーエキス、チョウジエキス、キイチゴエキス、メリッサエキス、ニンジンエキス、マロニエエキス、モモエキス、桃葉エキス、クワエキス、ヤグリマギクエキス、ハマメリスエキス、プラセンタエキス、胸腺抽出物、シルク抽出液、甘草エキス等を挙げることができる。

[0093] 上記各種粉体としては、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、雲母チタン、酸化鉄被覆雲母チタン、酸化チタン被覆ガラスフレーク等の光輝性着色顔料、マイカ、タルク、カオリン、セリサイト、二酸化チタン、シリカ等の無機粉末やポリエチレン末、ナイロン末、架橋ポリスチレン、セルロースパウダー、シリコーン末等の有機粉末等を挙げることができる。好ましくは、官能特性向上、化粧持続性向上のため、粉末成分の一部又は全部をシリコーン類、フッ素化合物、金属石鹼、油剤、アシルグルタミン酸塩等の物質にて、公知の方法で撥水処理して使用してもよい。

[0094] その他薬剤成分としては特に限定されず、例えば、ビタミンA油、レチノール、パルミチン酸レチノール、イノシット、塩酸ピリドキシン、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド、ニコチン酸DL- α -トコフェロール、アスコルビン酸リン酸マグネシウム、2-O- α -D-グルコピラノシル- α -L-

アスコルビン酸、ビタミンD2（エルゴカシフェロール）、d l- α -トコフェロール、酢酸d l- α -トコフェロール、パントテン酸、ビオチン等のビタミン類；エストラジオール、エチニルエストラジオール等のホルモン；アルギニン、アスパラギン酸、シスチン、システイン、メチオニン、セリン、ロイシン、トリプトファン等のアミノ酸；アラントイン、アズレン等の抗炎症剤、アルブチン等の美白剤；タンニン酸等の収斂剤；L-メントール、カンフル等の清涼剤やイオウ、塩化リゾチーム、塩化ピリドキシン等を挙げることができる。

[0095] 本発明の化粧料は、その製造方法を特に限定されるものではなく、化粧料の形態に応じた製造方法により製造すればよい。具体的には、例えば、本発明の分散体を、その他の成分と混合することで得ることができる。

実施例

[0096] 以下に、実施例を挙げて具体的に本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例によって何ら限定されるものではない。以下の記載において特に限定なく、「%」「部」とある場合は「質量%」「質量部」を表す。

[0097] （原体酸化亜鉛ケーキの製造例）

F I N E X - 5 0（堺化学工業社製 一次粒子径0.020 μ m）80gを、酢酸亜鉛としての濃度が0.135mol/lの酢酸亜鉛水溶液1200mlにリパルプしスラリーとした。続いて、そのスラリーを攪拌しながら42分間で70 $^{\circ}$ Cに昇温し、攪拌しながら70 $^{\circ}$ Cで2時間熟成した。熟成後、ろ過、水洗した。続いて、得られた固形物を水3リットルにリパルプしてスラリーとし、攪拌しながら95 $^{\circ}$ Cに昇温し、攪拌しながら95 $^{\circ}$ Cで60分間加熱洗浄した。加熱洗浄後、ろ過、水洗し、酸化亜鉛ケーキを得た。

[0098] （実施例1）

製造例で得られた酸化亜鉛ケーキを酸化亜鉛純分30g分はかりとり、粉体濃度が100g/Lになるように純水にリパルプし、酸化亜鉛スラリーとした。純水に30%苛性ソーダを0.45g加え90 $^{\circ}$ C加温後、ステアリン酸（富士フィルム和光純薬社製 ステアリン酸、植物由来）を0.9g（酸化

亜鉛に対して3.0%)添加し、ステアリン酸ナトリウム水溶液を得た。90°Cに昇温した酸化亜鉛スラリーにステアリン酸ナトリウム水溶液(90°C)を添加し、90°Cを保持したまま2時間熟成した。熟成後、70°Cまで冷却し、硫酸でpH7.0に調整後、ろ過、水洗し、120°Cで16時間乾燥することにより、ステアリン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。得られた粒子の物性、及び塗膜の物性の評価結果を表1に示した。

なお、ステアリン酸の融点は70°Cである。

[0099] (実施例2)

純水に30%苛性ソーダ0.3gを加え90°C加温後、ステアリン酸を0.6g(酸化亜鉛に対して2.0%)添加し、ステアリン酸ナトリウム水溶液を得たこと、ろ過、水洗後に80°Cで乾燥したこと以外は、実施例1と同様にして、ステアリン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。

[0100] (実施例3)

ステアリン酸をイソステアリン酸(富士フィルム和光純薬社製 イソステアリン酸(異性体混合物))としたこと以外は、実施例1と同様にして、イソステアリン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。

なお、イソステアリン酸の融点は7°Cである。

[0101] (実施例4)

ステアリン酸をパルミチン酸(富士フィルム和光純薬社製 パルミチン酸)としたこと以外は、実施例1と同様にして、パルミチン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。

なお、パルミチン酸の融点は64°Cである。

[0102] (比較例1)

80°Cで16時間乾燥すること以外は、実施例1と同様にして、ステアリン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。

[0103] (比較例2)

30%苛性ソーダを1.5gに、ステアリン酸を3.0g(酸化亜鉛に対して10.0%)にしたこと以外は、実施例1と同様にして、ステアリン酸処

理酸化亜鉛粒子を得た。

[0104] (比較例3)

製造例で得られた酸化亜鉛ケーキを120℃で16時間乾燥し、酸化亜鉛粉体を得た。得られた酸化亜鉛粉体30gをポリ袋に入れ、ステアリン酸1.2g(酸化亜鉛に対して4.0%)を添加して混合し、乾燥機にて120℃で16時間熱処理することで、ステアリン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。

[0105] (比較例4)

製造例で得られた酸化亜鉛ケーキをFINEX-30(堺化学工業社製 平均粒子径35nm)に変更し、30%苛性ソーダを0.6gに、ステアリン酸を1.2g(酸化亜鉛に対して4.0%)にしたこと以外は、実施例1と同様にして、ステアリン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。

[0106] (比較例5)

酸化亜鉛スラリーに30%苛性ソーダを0.45g加え40℃加温後、ステアリン酸を0.9g(酸化亜鉛に対して3.0%)添加し、40℃を保持したまま2時間熟成したこと以外は、実施例1と同様にしてステアリン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。

[0107] (比較例6)

ステアリン酸をイソステアリン酸に変更したこと以外は、比較例2と同様にして、イソステアリン酸処理酸化亜鉛粒子を得た。

[0108] (評価方法1) 得られた粒子の組成

表1における得られた粒子の組成は、銅管球をもつX線回折装置Ultima III(リガク社製)により分析した結果を示したものである。

[0109] (評価方法2) 一次粒子径

本明細書における一次粒子径は、透過型電子顕微鏡JEM-1200EX II(日本電子社製)で撮影した写真の20000~50000倍の視野でランダムに選択した250個の粒子の粒子径を計測し、その粒子径の平均値として算出する。

[0110] (評価方法3) BET比表面積

表1のBET比表面積 (m^2/g) は、全自動BET比表面積測定装置Mac sorb Model HM-1200 (Mountech社製) により測定した値である。

[0111] (評価方法4) 炭素含有量

表1の炭素含有量は、カーボン量測定装置CARBON ANALYZER EMIA-110 (堀場製作所社製) により測定した値である。

[0112] (評価方法5) モード径

本明細書において、モード径は、レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置LA-960S (堀場製作所社製) によって測定した値である。実施例、比較例の酸化亜鉛粒子0.1gを、イソプロピルアルコール50mlに入れ、スラリーを超音波ホモジナイザーUS-600E (日本精機製作所社製) を用いて1分間超音波分散したスラリーを測定した。実施例及び比較例の酸化亜鉛の屈折率を2.00、イソプロピルアルコールの屈折率を1.378とし、体積基準で測定した。

1分間超音波分散したスラリーのモード径が $0.30\mu\text{m}$ 以下である場合、弱い分散でも一次粒子径に近い状態の粒子が多く存在するため、分散性が高いことを意味し、 $0.30\mu\text{m}$ を超える場合、粒子の凝集が強く分散性が低いことを意味する。

[0113] (評価方法6) 撥水性

100mlビーカー中に蒸留水80mlを入れ、脂肪酸処理酸化亜鉛粒子0.2gを浮かべ、スパチュラで10回攪拌し、水の濁りを目視し、下記の評価基準に従って判断した。

○：水に濁りがなく、透明

△：水が薄く濁り、半透明

×：水が白濁

[0114] (評価方法7) 見掛け密度

JIS K 5101-12-1 顔料試験方法—見掛け密度又は見掛け比容 (静置法) に記載の方法によって測定した。

[0115] (評価方法8) FT-IR

図1、2のFT-IRスペクトルは、フーリエ変換赤外分光光度計FT-IR Nicolet iS 10型(サーモフィッシャーサイエンティフィック社製)を用いて以下の条件により測定したスペクトルである。検知器はDTGS KBr、分解能は 4 cm^{-1} 、スキャン回数:16回で測定した。付属装置は一回反射型水平状ATR Smart iTR、使用プレート(IRE)はダイヤモンドクリスタル、入射角: 45° である。

なお、吸光度 I_1 の値は、 $1350-1500\text{ cm}^{-1}$ に検出される、 CH_3 対称変角振動、 COO^- 対称伸縮振動、 CH_3 非対称変角振動のいずれかの内の最大ピークの吸光度、吸光度 I_2 の値は、 $1500-1600\text{ cm}^{-1}$ に検出される、 COO^- 逆対称伸縮振動の最大ピークの吸光度の値である。 I_2/I_1 の値が $0.8\sim 1.2$ の場合、脂肪酸が酸化亜鉛表面に結合していることを意味し、 1.2 より大きい場合、遊離の脂肪酸 Zn が析出していることを意味し、 0.8 より小さい場合、脂肪酸が酸化亜鉛表面に十分に結合していないことを意味する。

さらに、吸光度 I_3 の値は、 $1700-1720\text{ cm}^{-1}$ に検出される、 $\text{C}=\text{O}$ 伸縮振動のピークの吸光度、吸光度 I_4 の値は、 $1750-1800\text{ cm}^{-1}$ に検出される、四員環や五員環、酸無水物の $\text{C}=\text{O}$ 伸縮振動のピークの吸光度の値である。今回の製造工程で四員環や五員環、酸無水物に該当する物質は存在しないため、ピークは検出されない。よって、 I_3/I_4 の値が 1.2 を超える場合、未反応の脂肪酸が残っていることを意味する。

[0116] (実施例5~8および比較例7~12)

表2に示す組成の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子分散体を下記の製造方法により調整し、各試料について、「初期粘度」、「 40°C 経時粘度」、「経時安定性」について評価を行い、その結果も併せて表2に示した。

(製造方法)

実施例、比較例の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子、ポリヒドロキシステアリン酸(日清オイリオ社製 サラコスHS-6C)、イソノナン酸イソトリデシル(

日清オイリオ社製 サラコス913)を表2に記載の割合で、ジルコニアビーズ(0.5mm 東レ社製)を成分の合計量の2倍量でマヨネーズ瓶に入れ、良くかき混ぜた後、ペイントコンディショナー(RED DEVIL社製)に固定し、60分間振動を与え分散体を作製した。得られた分散体の物性の評価結果を表2に示した。

[0117] (初期粘度)

分散後、9mlのスクリー瓶に分散体を入れ、B型粘度計(東京計器製)でローターNo.4を使用し、12rpmで回転開始から60秒後の粘度(25℃)を測定した。

[0118] (40℃経時粘度)

9mlのスクリー瓶に分散体を入れ、40℃恒温槽にて7日間保管し、B型粘度計(東京計器製)でローターNo.4を使用し、12rpmで回転開始から60秒後の粘度を測定した。

[0119] (経時安定性)

40℃恒温槽にて7日間保管後の状態について、下記の基準に従って評価した。

◎：沈降なし、且つ粘度が1000mPa・s未満

○：沈降なし、且つ粘度が1000mPa・s以上2000mPa・s未満

△：沈降なし、且つ粘度が2000mPa・s以上3000mPa・s未満

×：沈降あり、もしくは粘度が3000mPa・s以上

[0120]

[表1]

試験項目	実施例1		実施例2		実施例3		実施例4		比較例1		比較例2		比較例3		比較例4	
	スチレン/酸	50℃	スチレン/酸	50℃	スチレン/酸	50℃	スチレン/酸	50℃	スチレン/酸	50℃	スチレン/酸	50℃	スチレン/酸	50℃	スチレン/酸	50℃
原料配合率(%)	3.0	2.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
表面積(μm ²)	0.049	0.046	0.051	0.050	0.051	0.050	0.051	0.050	0.048	0.048	0.048	0.048	0.048	0.048	0.048	0.048
表面積増大率(%)	18.1	16.8	18.4	16.7	18.4	16.7	18.4	16.7	14.2	14.2	14.2	14.2	14.2	14.2	14.2	14.2
粒子径(μm)	2.30	1.48	2.21	2.28	2.21	2.28	2.21	2.28	2.30	2.30	2.30	2.30	2.30	2.30	2.30	2.30
標準偏差(%)	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
分散性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
吸光度 I ₁	0.030	0.017	0.030	0.026	0.030	0.026	0.030	0.026	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028
吸光度 I ₂	0.032	0.017	0.029	0.028	0.029	0.028	0.029	0.028	0.047	0.047	0.047	0.047	0.047	0.047	0.047	0.047
I ₁ /I ₂	1.07	1.09	0.97	1.10	0.97	1.10	0.97	1.10	1.41	1.41	1.34	1.37	1.37	1.37	1.37	1.37
吸光度 I ₃	0.026	0.023	0.026	0.023	0.026	0.023	0.026	0.023	0.026	0.026	0.026	0.026	0.026	0.026	0.026	0.026
吸光度 I ₄	0.010	0.0075	0.010	0.0080	0.010	0.0080	0.010	0.0080	0.0085	0.0085	0.0085	0.0085	0.0085	0.0085	0.0085	0.0085
I ₃ /I ₄	0.95	1.07	1.10	1.50	1.10	1.50	1.10	1.50	1.11	1.11	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96

[0121]

[表2]

成分	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	比較例7	比較例9	比較例10	比較例11	比較例12
実施例1の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	65%	---	---	---	---	---	---	---	---
実施例2の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	65%	---	---	---	---	---	---	---
実施例3の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	---	65%	---	---	---	---	---	---
実施例4の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	---	---	65%	---	---	---	---	---
比較例1の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	---	---	---	65%	---	---	---	---
比較例2の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	---	---	---	---	65%	---	---	---
比較例3の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	---	---	---	---	---	---	65%	---
比較例4の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	---	---	---	---	---	65%	---	---
比較例5の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	---	---	---	---	---	---	65%	---
比較例6の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子	---	---	---	---	---	---	---	---	65%
ポリトロンキムスアリン酸	3%	3%	3%	3%	3%	3%	3%	3%	3%
インノナン酸イソトリデシル	32%	32%	32%	32%	32%	32%	32%	32%	32%
初期粘度 (mPa·s) 12rpm	100 ↓	100 ↓	500	100 ↓	750	粘度 分散不可	1,060	860	粘度 分散不可
分固体 40°C7日後粘度 (mPa·s) 12rpm	1,130	500	100 ↓	1,660	2,610	---	11,520	6,240	---
経時安定性	○	◎	◎	○	△	---	×	×	---

[0122] 表1より、実施例の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子は、分散性に優れ、かつ、十分な撥水性を有することが示された。さらに、表2より、初期粘度及び経時粘

度ともに顕著な増粘は見られず、安定性にも優れることが示された。

[0123] 実施例 9（日焼け止め O/W クリーム）

下記表 3 に示す成分を用い、以下の製造方法にて日焼け止め O/W クリームを得た。

（製造方法）

（1）成分 1～6 を均一に混合し、加温溶解する。

（2）成分 7～12 を均一に混合し、加温する。

（3）上記（2）に上記（1）を加えて乳化し、冷却して日焼け止め O/W クリームを得た。

[0124] [表3]

	成分	(%)
1	脂肪酸処理酸化亜鉛油分散体(実施例5)	23.1
2	水添ポリイソブテン	9.9
3	ジメチコン	1.5
4	ベヘニルアルコール	0.7
5	セスキオレイン酸ソルビタン	0.5
6	ステアリン酸グリセリル	0.3
7	(アクリル酸Na/アクリロイルジメチルタウリンNa)コポリマー(注1)	0.6
8	ポリソルベート60	1.2
9	ベントナイト	0.1
10	植物由来セルロース(2%aq)(注2)	2.5
11	1,3-ブチレングリコール	6.5
12	精製水	53.1

（注1）（アクリル酸 Na / アクリロイルジメチルタウリン Na）コポリマー：SIMULGEL EG QD（SEPPIC社製）

（注2）植物由来セルロース（2% a q）：RHEOCRISTA C-2 SP（第一工業製薬社製）

[0125] 以上のようにして得られた実施例 9 の日焼け止め O/W クリームは、経時変化を起こさず安定で、また使用感に関しても、塗布時の肌へののび広がり良く、なめらかで、後肌のべたつき感もきしみ感もなく、透明性が高く、日焼け止め効果の持続性にも優れた有機紫外線吸収剤フリーの日焼け止め O/W クリームであった。

産業上の利用可能性

[0126] 本発明の分散体は、化粧品に配合して好適に使用することができる。

請求の範囲

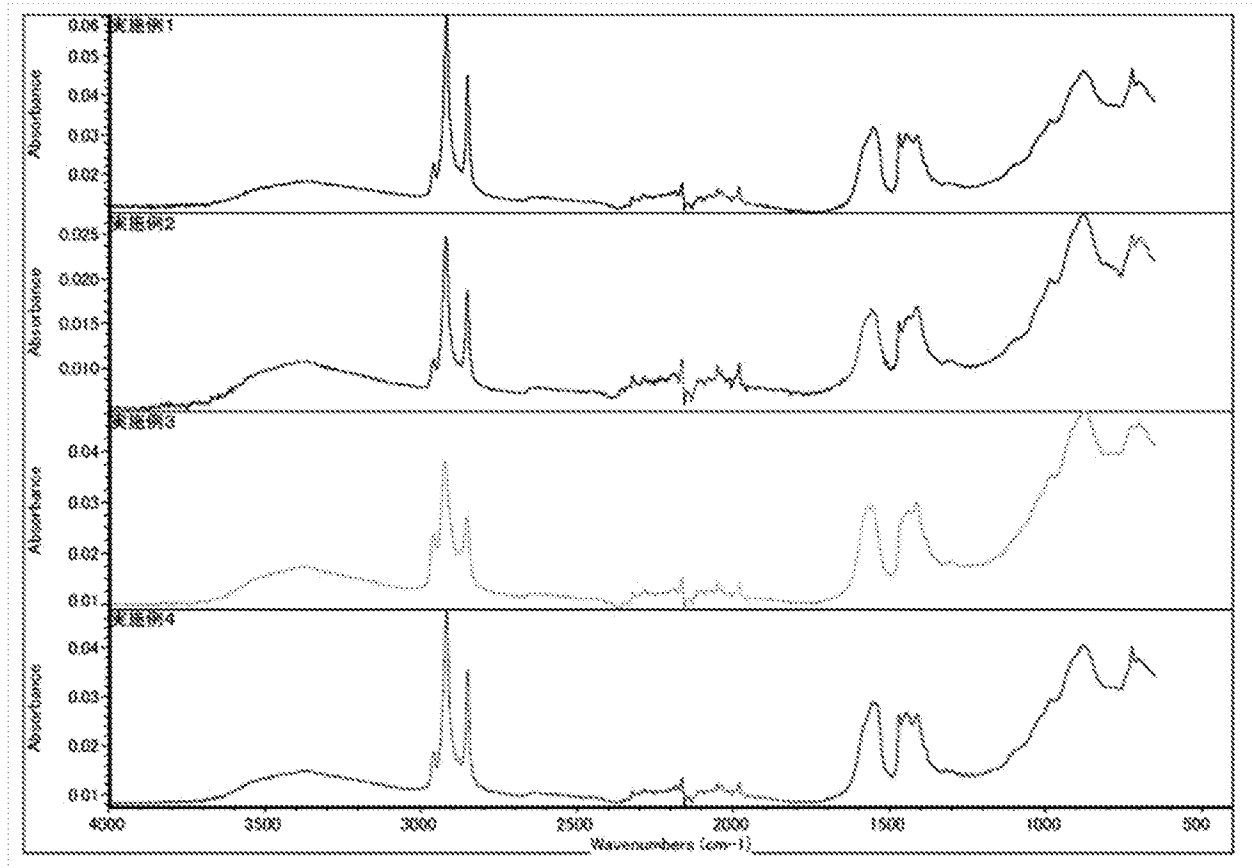
- [請求項1] 全反射測定法（ATR法）を用いて測定したFT-IRスペクトルにおいて、 $1350-1500\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度（ I_1 ）に対して、 $1500-1600\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度（ I_2 ）の比率（ I_2/I_1 ）が、 $0.8\sim 1.2$ であり、かつ、 $1750-1800\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度（ I_4 ）に対して、 $1700-1720\text{ cm}^{-1}$ の最大吸光度（ I_3 ）の比率（ I_3/I_4 ）が、 1.2 以下であり、透過型電子顕微鏡から測定した一次粒子径が $0.1\ \mu\text{m}$ 以下であり、当該粉体をイソプロピルアルコール中に入れ、超音波ホモジナイザーで定格出力 600 W 、振動振幅 100% の超音波を常温で1分間照射して分散した分散液のレーザー回折散乱法での体積基準におけるモード径が $0.30\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする脂肪酸処理酸化亜鉛粒子。
- [請求項2] 脂肪酸は、ステアリン酸、イソステアリン酸、及び、パルミチン酸からなる群から選択される少なくとも1種である請求項1記載の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子。
- [請求項3] 原体である酸化亜鉛粒子を分散媒にリパルプしてスラリーを調製する工程（1）、脂肪酸を塩基で中和し、脂肪酸塩水溶液を得る工程（2）、及び、得られた脂肪酸塩水溶液を前記酸化亜鉛スラリーに添加して、表面処理する工程（3）を有し、前記原体である酸化亜鉛粒子は、微粒子酸化亜鉛を、亜鉛塩を溶解した水中で熟成する工程を含む製造方法で得られたものであり、乾燥工程を経ずに工程（1）に供し、前記工程（2）及び（3）は、脂肪酸の融点以上の温度で行うことを特徴とする脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の製造方法。
- [請求項4] 前記原体である酸化亜鉛粒子は、当該粉体を 0.0025 質量%ヘキ

サメタリン酸ナトリウム水溶液中に入れ、超音波ホモジナイザーで定格出力600W、振動振幅100%の超音波を常温で3分間照射して分散した分散液のレーザー回折散乱法でのメジアン径が0.30 μ m以下である請求項3に記載の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子の製造方法。

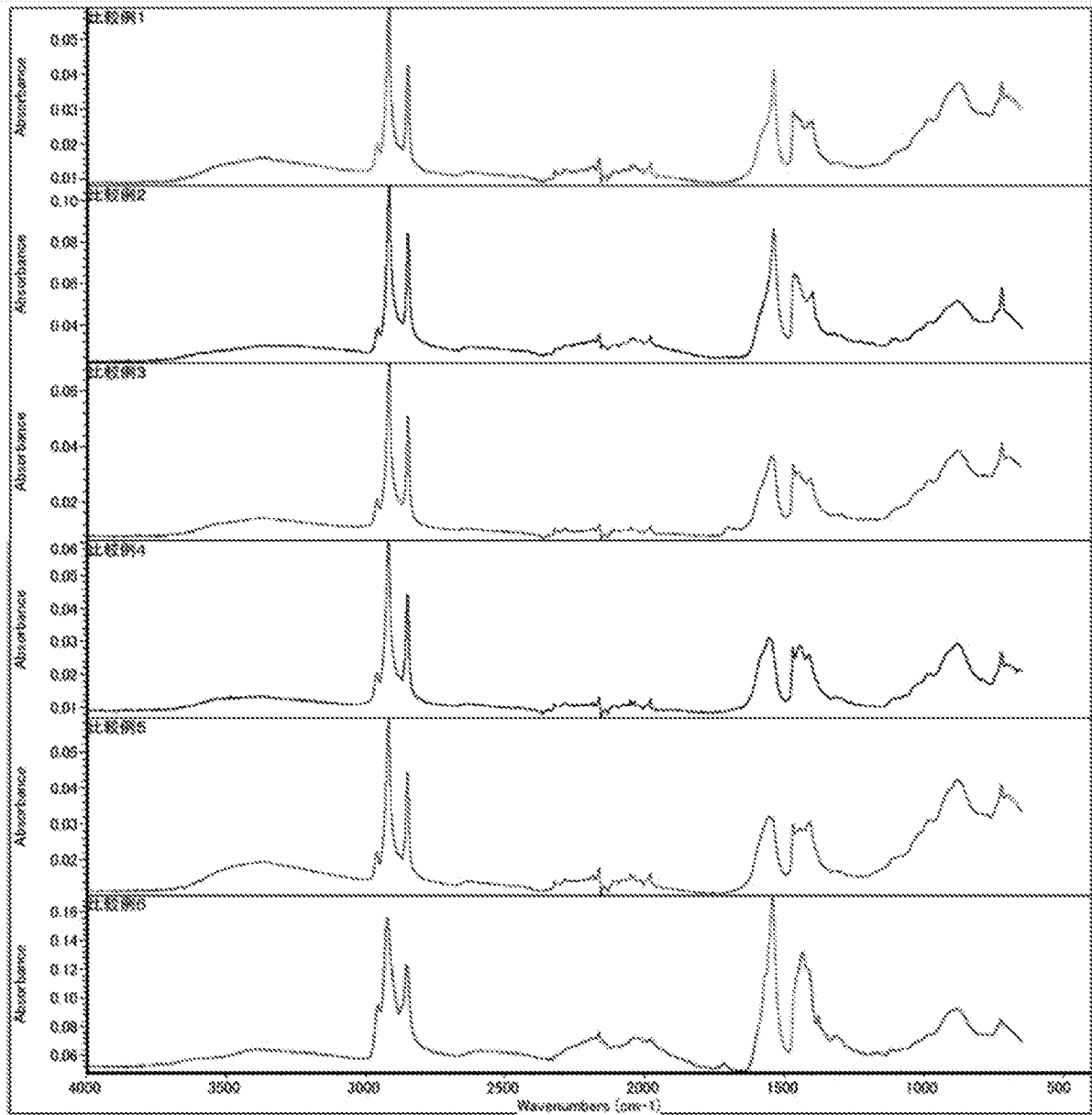
[請求項5] 請求項1又は2に記載の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を含有することを特徴とする分散体。

[請求項6] 請求項1又は2に記載の脂肪酸処理酸化亜鉛粒子を含有することを特徴とする化粧品。

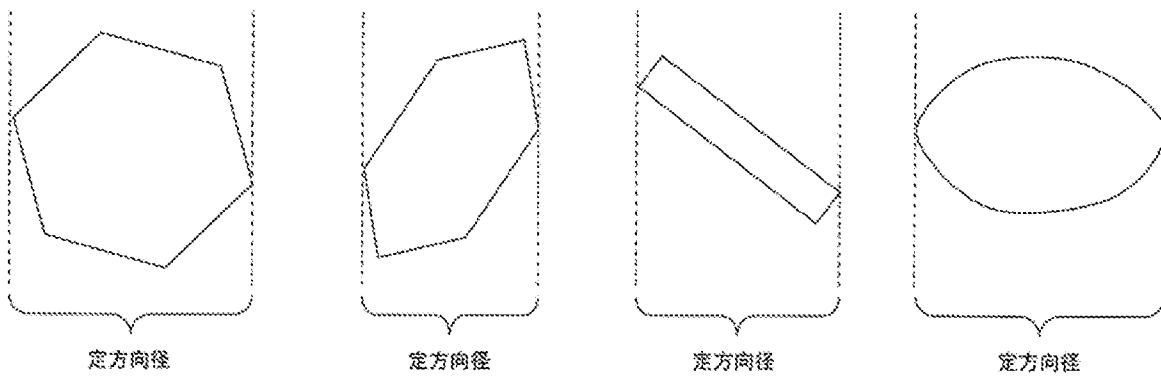
[1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/011810

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01G 9/02(2006.01)i; **A61K 8/27**(2006.01)i; **A61Q 17/04**(2006.01)i
 FI: C01G9/02 A; A61K8/27; A61Q17/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C01G9/02; A61K8/27; A61Q17/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024
 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024
 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2023-042993 A (SUN ACE CORP.) 28 March 2023 (2023-03-28) entire text, all drawings	1-6
A	JP 2000-191489 A (HAKUSUI TECH CO., LTD.) 11 July 2000 (2000-07-11) entire text	1-6
A	WO 99/25654 A1 (SHISEIDO COMPANY, LTD.) 27 May 1999 (1999-05-27) entire text, all drawings	1-6
A	JP 2002-515851 A (JOHNSON & JOHNSON CONSUMER COMPANIES, INC.) 28 May 2002 (2002-05-28) entire text	1-6
A	JP 2022-176753 A (SAKAI CHEM IND CO., LTD.) 30 November 2022 (2022-11-30) entire text	1-6
A	JP 2018-115098 A (SAKAI CHEM IND CO., LTD.) 26 July 2018 (2018-07-26) entire text	1-6

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 “D” document cited by the applicant in the international application
 “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
 “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 May 2024

Date of mailing of the international search report

04 June 2024

Name and mailing address of the ISA/JP

**Japan Patent Office (ISA/JP)
 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
 Japan**

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No. PCT/JP2024/011810

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 2023-042993 A	28 March 2023	(Family: none)	
JP 2000-191489 A	11 July 2000	(Family: none)	
WO 99/25654 A1	27 May 1999	US 6171580 B1	entire text, all drawings
		EP 992455 A1	
		KR 10-0580133 B1	
		CN 1248228 A	
JP 2002-515851 A	28 May 2002	US 5980871 A	entire text
		WO 1996/041614 A1	
		EP 831766 A1	
		CN 1192674 A	
		KR 10-0527383 B1	
JP 2022-176753 A	30 November 2022	(Family: none)	
JP 2018-115098 A	26 July 2018	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C01G 9/02(2006.01)i; A61K 8/27(2006.01)i; A61Q 17/04(2006.01)i FI: C01G9/02 A; A61K8/27; A61Q17/04		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） C01G9/02; A61K8/27; A61Q17/04 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2024年 日本国実用新案登録公報 1996-2024年 日本国登録実用新案公報 1994-2024年 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2023-042993 A (株式会社 サンエース) 28.03.2023 (2023-03-28) 全文, 全図	1-6
A	JP 2000-191489 A (ハクスイテック株式会社) 11.07.2000 (2000-07-11) 全文	1-6
A	WO 99/25654 A1 (株式会社 資生堂) 27.05.1999 (1999-05-27) 全文, 全図	1-6
A	JP 2002-515851 A (ジョンソン・アンド・ジョンソン・コンシューマー・カンパニー ズ・インコーポレーテッド) 28.05.2002 (2002-05-28) 全文	1-6
A	JP 2022-176753 A (堺化学工業株式会社) 30.11.2022 (2022-11-30) 全文	1-6
A	JP 2018-115098 A (堺化学工業株式会社) 26.07.2018 (2018-07-26) 全文	1-6
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの “D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献 “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に 公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若し くは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を 付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の 後に公表された文献	“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵 触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引 用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性 又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献 との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がな いと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日 22.05.2024	国際調査報告の発送日 04.06.2024	
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 森坂 英昭 4G 4760 電話番号 03-3581-1101 内線 3416	

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/011810

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2023-042993 A	28.03.2023	(ファミリーなし)	
JP 2000-191489 A	11.07.2000	(ファミリーなし)	
WO 99/25654 A1	27.05.1999	US 6171580 B1 全文, 全図 EP 992455 A1 KR 10-0580133 B1 CN 1248228 A	
JP 2002-515851 A	28.05.2002	US 5980871 A 全文 WO 1996/041614 A1 EP 831766 A1 CN 1192674 A KR 10-0527383 B1	
JP 2022-176753 A	30.11.2022	(ファミリーなし)	
JP 2018-115098 A	26.07.2018	(ファミリーなし)	