

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4986385号  
(P4986385)

(45) 発行日 平成24年7月25日(2012.7.25)

(24) 登録日 平成24年5月11日(2012.5.11)

(51) Int.Cl.	F 1	
<b>C09C</b> 3/06 (2006.01)	C09C	3/06
<b>A61K</b> 8/19 (2006.01)	A61K	7/00 B
<b>A61K</b> 8/72 (2006.01)	A61K	7/00 J
<b>A61K</b> 8/18 (2006.01)	A61K	7/02 P
<b>A61Q</b> 1/02 (2006.01)	A61K	7/021

請求項の数 8 (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2004-234396 (P2004-234396)	(73) 特許権者	000190024 日揮触媒化成株式会社
(22) 出願日	平成16年8月11日(2004.8.11)		神奈川県川崎市幸区堀川町580番地
(65) 公開番号	特開2006-52299 (P2006-52299A)	(74) 代理人	100094341 弁理士 石田 政久
(43) 公開日	平成18年2月23日(2006.2.23)	(72) 発明者	宮崎 巧 福岡県北九州市若松区北湊町13-2 触媒化成工業株式会社若松工場内
審査請求日	平成19年6月8日(2007.6.8)	(72) 発明者	田中 博和 福岡県北九州市若松区北湊町13-2 触媒化成工業株式会社若松工場内
		(72) 発明者	明田 秀治 福岡県北九州市若松区北湊町13-2 触媒化成工業株式会社若松工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 鱗片状複合粒子およびこれを配合した化粧料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

樹脂で被覆され正に帯電した鱗片状無機粒子の表面に、平均粒子径が0.1~3.0 μmの範囲にある負に帯電した球状微粒子が静電気により付着してなる鱗片状複合粒子。

【請求項 2】

前記球状微粒子が無機酸化物微粒子であり、該微粒子が単層に付着した請求項1記載の鱗片状複合粒子。

【請求項 3】

前記球状微粒子の付着量が、球状微粒子/樹脂被覆鱗片状無機粒子の重量比で1/99~60/40の範囲にある請求項1または2に記載の鱗片状複合粒子。

【請求項 4】

前記樹脂被覆鱗片状無機粒子の樹脂被覆量が、樹脂/鱗片状無機粒子の重量比として0.1/99.9~20/80の範囲にある請求項1~3のいずれかに記載の鱗片状複合粒子。

【請求項 5】

前記樹脂被覆鱗片状無機粒子の平均粒子径(Df)が1~50 μmの範囲にあり、平均厚み(Tf)が0.01~1 μmの範囲にあり、平均粒子径(Df)と平均厚み(Tf)との比(Df/Tf)が10~300の範囲にある請求項1~4のいずれかに記載の鱗片状複合粒子。

【請求項 6】

前記樹脂の引張試験時の100%モジュラスが50～3000N/cm<sup>2</sup>の範囲にある請求項1～5のいずれかに記載の鱗片状複合粒子。

【請求項7】

前記樹脂がポリウレタン、スチレン-ブタジエン共重合体、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、シリコン系エラストマー及びポリオレフィン系エラストマーからなる群から選ばれる1種又は2種以上である請求項1～6のいずれかに記載の鱗片状複合粒子。

【請求項8】

請求項1～7のいずれかに記載の鱗片状複合粒子を配合してなる化粧品。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本発明は新規な鱗片状複合粒子およびこれを配合した化粧品に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来より、マイカ、タルク、セリサイト等の鱗片状無機粒子はパウダーファンデーション等のメイクアップ用化粧品に配合されている。この鱗片状無機粒子の配合効果は皮膚上での延展性の良さと、着色顔料の皮膚上での分散性向上、さらに皮膚への付着力が高いことであり、メーキャップ用化粧品には欠かせない性質である。

これらの鱗片状無機粒子の殆どは、シリカ、アルミナ、酸化マグネシウム等の無機酸化物からなるために、その感触が硬質であることから、近年では薄片化により、軽さ、伸びの良さ、滑らかさ等の感触面での効果が改良されて来ている。

20

【0003】

特公平7-103324号公報(特許文献1)によれば、マイカ等の小薄片状基質に微小の球状粒子を固定することなく含有させることにより、小薄片状基質同士が互いに凝集しても、元の個々の小薄片状基質に容易に分離あるいは分散させ得るというソフトな小薄片状基質が公知である。

また、本発明者らは、球状シリカ粒子で被覆された薄片状微粉末において、過度の光沢を抑制すると共にソフトフォーカス効果を発揮し、使用時のすべり性や感触が一段と向上されることを提案している(特許第2784261号公報:特許文献2)。

30

これらの粉体は非常に高いすべり性を有するものの、皮膚上で何度も延ばすと球状粒子が小薄片状基質または薄片状微粉末から脱落し、ボールベアリング効果がなくなることから、そのすべり性の持続性に難点があった。また、これらの微粉末を化粧品に配合して皮膚上に塗布しても、油分を触った時に感じられるぬるぬるとした油分感(所謂、オイリー感)は得られなかった。

【0004】

さらに、本発明者らは、鱗片状無機粒子に引張試験時の100%モジュラスが50～3000N/cm<sup>2</sup>の範囲にある樹脂を被覆することで、柔らかい感触、皮膚の動きに追随できるための皮膚への付着性、さらには過度の光沢を抑制する効果を有する鱗片状無機粒子を提案した(特開2002-69329号公報:特許文献3)。

40

しかしながら、この鱗片状無機粒子は被覆された樹脂の性質により、嵩張り感があったり、皮膚に塗布する際に均一にかつ滑らかに伸びないという問題があり、やはりオイリーな感触を得ることはできなかった。

【0005】

【特許文献1】特公平7-103324号公報

【特許文献2】特許第2784261号公報

【特許文献3】特開2002-69329号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

50

本発明は上記課題を解決するものであり、ぬるぬるとしたオイリーなタッチ（所謂、オイリー感）があり、柔らかで滑らかな感触、かつ良好な塗布性、延展性等を併せ持つ鱗片状複合粒子を提供することを目的としている。また、該鱗片状複合粒子を配合することにより、皮膚へ塗布するときの感触もオイリー感が得られ、滑らかで柔らかく、皮膚に塗布した後も素肌を触っているのと同様な、しっとりとした柔らかいタッチが得られる化粧料を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の鱗片状複合粒子は、樹脂で被覆された鱗片状無機粒子の表面に、平均粒子径が  $0.1 \sim 3.0 \mu\text{m}$  の範囲にある球状微粒子が付着してなるものである。

10

前記球状微粒子は無機酸化物微粒子であり、該微粒子が単層に付着したものであることが好ましい。

前記球状微粒子の付着量が、球状微粒子/樹脂被覆鱗片状無機粒子の重量比で  $1/99 \sim 60/40$  の範囲にあることが好ましい。

前記樹脂被覆鱗片状無機粒子の樹脂被覆量が、樹脂/鱗片状無機粒子の重量比として  $0.1/99.9 \sim 20/80$  の範囲にあることが好ましい。

前記樹脂被覆鱗片状無機粒子の平均粒子径 ( $D_f$ ) が  $1 \sim 50 \mu\text{m}$  の範囲にあり、平均厚み ( $T_f$ ) が  $0.01 \sim 1 \mu\text{m}$  の範囲にあり、平均粒子径 ( $D_f$ ) と平均厚み ( $T_f$ ) との比 ( $D_f/T_f$ ) が  $10 \sim 300$  の範囲にあることが好ましい。

前記樹脂の引張試験時の  $100\%$  モジュラスが  $50 \sim 3000 \text{N/cm}^2$  の範囲にあることが好ましい。

20

前記樹脂がポリウレタン、スチレン-ブタジエン共重合体、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、シリコーン系エラストマー及びポリオレフィン系エラストマーからなる群から選ばれる1種又は2種以上であることが好ましい。

本発明の化粧料は、前記いずれかの鱗片状複合粒子を配合してなるものである。

【発明の効果】

【0008】

本発明の鱗片状複合粒子は、皮膚に塗布した際にぬるぬるとした独特なオイリーな感触（所謂、オイリー感）が得られることに加えて、柔らかで滑らかな感触を示す。また、公知の化粧料配合用微粉末に比べて、その滑らかさがより長期間持続し、化粧料に配合して皮膚に塗布した後も滑らかなすべり性が維持されるものである。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

以下、本発明の好適な実施形態を説明する。

鱗片状複合粒子

本発明の鱗片状複合粒子は、樹脂で被覆された鱗片状無機粒子の表面に、球状微粒子が付着してなるものである。

[鱗片状無機粒子]

本発明に用いる鱗片状無機粒子としては、マイカ、タルク、セリサイト、スメクタイト等の天然鉱物、合成マイカ、合成セリサイト、板状酸化チタン、板状シリカ、板状アルミニウム、ボロンナイトライド、硫酸バリウム、板状チタニア・シリカ複合物、ビスマスオキシクロライドなどが挙げられる。さらにこれら鱗片状無機粒子を基材として酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化鉄、シリカ、酸化セリウム、酸化ジルコニウム等の無機酸化物の1種又は2種以上を被覆した鱗片状無機粒子を用いることもできる。また、有機染料および/または顔料を担持した鱗片状無機粒子を用いることもできる。さらに、このような各種鱗片状無機粒子は1種で使用しても良いし、2種以上混合して使用することもできる。

40

【0010】

このような鱗片状無機粒子の平均粒子径は概ね  $1 \sim 50 \mu\text{m}$  の範囲にあることが好ましく、さらには  $5 \sim 30 \mu\text{m}$  の範囲にあることが好ましい。また鱗片状無機粒子の厚みは0

50

。0.1 ~ 1 μmにあることが好ましく、更に好ましくは0.1 ~ 0.5 μmの範囲である。

鱗片状無機粒子の平均粒子径が1 μm未満の場合は、鱗片状無機粒子の延展性の良さ、分散性の向上等の特徴が損なわれることがある。鱗片状無機粒子の平均粒子径が50 μmを超えると、過度の光沢によるギラツキ感を伴うようになるため好ましくない。

なお、本発明において、鱗片状無機粒子および後述する樹脂被覆鱗片状無機粒子、鱗片状複合粒子の平均粒子径とは、鱗片状粒子の平面を対向する方向から見た場合の長径と短径の平均値をいい、鱗片状粒子の走査型電子顕微鏡写真(SEM)を撮影し、100個の鱗片状粒子について長径と短径とを測定することによって求めることができる。

#### 【0011】

##### [樹脂]

このような樹脂としては、鱗片状無機粒子に被覆することができれば特に制限はなく、従来公知の樹脂を用いることができる。

なかでも、ポリウレタン、スチレン-ブタジエン共重合体、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、シリコーンゴム、天然ゴム、ナイロン系エラストマー、ポリエステル系エラストマー、ポリオレフィン系エラストマー等のゴム状弾性を有する樹脂は好適に用いることができる。

さらに、これらの樹脂はエマルジョンを形成するためにそれ自体にカルボン酸、スルホン酸、アミンおよびその誘導体などの官能基を有してもよいし、また架橋を形成するための任意の基、例えばエポキシ基、カルボジイミド基、シラノール基などを有していてもよい。

通常、これらの樹脂は静電気の発生により正電荷が帯電する。一方、後述する球状微粒子がシリカ等の無機酸化物からなる場合には該微粒子は負に帯電するので、両者の付着が容易で、且つ皮膚に塗布する際のずり応力により基材となる樹脂被覆鱗片状無機粒子から球状微粒子が脱落しにくく、ボールベアリング効果によるすべり性が長期間持続する。

#### 【0012】

前記樹脂は、引張試験時の100%モジュラスが50 ~ 3000 N/cm<sup>2</sup>、さらには50 ~ 1500 N/cm<sup>2</sup>の範囲にあることが好ましい。樹脂の100%モジュラスが50 N/cm<sup>2</sup>未満の場合には、得られる鱗片状複合粒子の粘着性が高くなり、粒子同士のブロッキングを起こして凝集体となることがあるので、延展性等感触面で好ましくない。樹脂の100%モジュラスが3000 N/cm<sup>2</sup>を超えると、樹脂の柔軟性が低くなり、オイリーな感触を付与する効果が不十分となる。即ち、本発明の鱗片状複合粒子において発現するオイリー感は、樹脂層の有する柔軟性とその表面上で起こる球状微粒子とのボールベアリング効果とが合わさることにより、人体で官能上感じられるぬるぬるとした感触が発現するものである。

#### 【0013】

引張試験時の100%モジュラスの測定は、次の方法による。

まず、樹脂がエマルジョンである場合にはそのまま、そうでない場合には最適な有機溶剤を使用して溶液とする。ドクターブレード法により樹脂エマルジョン、または溶液を塗布し、乾燥して厚さ30 μmのフィルムとし、これをH字型に射抜いて試験用フィルムを成型する。H字型試験用フィルムの左右両端部を引張速度20 mm/分の速度で引っ張り、伸び(cm)と応力(負荷荷重(N)/断面積(cm<sup>2</sup>))の関係を求める。「100%モジュラス」はフィルム試験長が元の長さの2倍になったときの応力(N/cm<sup>2</sup>)で定義される。

#### 【0014】

樹脂被覆鱗片状無機粒子の樹脂被覆量は、樹脂/鱗片状無機粒子の重量比として0.1/99.9 ~ 20/80の範囲であることが好ましい。さらに好ましくは0.5/99.5 ~ 5/95の範囲である。

樹脂被覆量が樹脂/鱗片状無機粒子の重量比で0.1/99.9未満の場合は、樹脂被覆量が少なすぎて樹脂被覆の効果、即ち、柔らかな感触を十分に付与することができない

10

20

30

40

50

場合がある。樹脂被覆量が重量比で20/80を超えると樹脂の種類にもよるが粒子同士がブロッキングを起こしやすくなるため好ましくない。

前記樹脂は鱗片状無機粒子表面に均一に被覆されていることが好ましい。被覆状態が均一でない柔軟な感触を付与する効果が不十分となり、オイリーな感触が損なわれ延展性も著しく低下する。

#### 【0015】

##### [樹脂被覆鱗片状無機粒子]

前記樹脂で被覆された鱗片状無機粒子の平均粒子径(Df)は1~50 $\mu$ mの範囲にあり、平均厚み(Tf)は0.01~1 $\mu$ mの範囲にあり、平均粒子径(Df)と平均厚み(Tf)との比(Df/Tf)は10~300の範囲にあることが好ましい。樹脂被覆鱗片状無機粒子の平均粒子径(Df)が1 $\mu$ m未満の場合は、鱗片状無機粒子の延展性の良さ、分散性の向上等の特徴が損なわれることがあり、平均粒子径(Df)が50 $\mu$ mを超えると、過度の光沢によるギラツキ感を伴うようになるため好ましくない。また、平均厚み(Tf)が0.01 $\mu$ m未満の場合、化粧料を調製する際の分散工程によって粒子が破壊されやすく、平均厚み(Tf)が1 $\mu$ mを超えると鱗片状粒子の特徴である延展性の良さ皮膚への付着力が低下するので好ましくない。

10

#### 【0016】

##### [樹脂被覆鱗片状無機粒子の製造方法]

本発明の樹脂被覆鱗片状無機粒子の製造方法としては、鱗片状無機粒子の表面に樹脂を可及的均一に被覆できれば特に制限がなく従来公知の方法を採用することができる。例えば、以下の方法は好適に採用することができる。

20

(1)樹脂エマルジョンやラテックスに鱗片状無機粒子を分散させ、分散液のpH調整により樹脂組成物粒子の分散安定性を低下させ、樹脂組成物粒子を鱗片状無機粒子表面に析出・積層させ、次いで乾燥する方法。このときのpH範囲は使用する樹脂エマルジョンやラテックスの種類によって異なるが、樹脂組成物粒子の分散安定性を低下させることができればよい。なお、樹脂エマルジョンやラテックスの代わりに、樹脂を微細化した粉末を水やアルコールなどに分散させた分散液であってもよく、水、トルエン、メチルエチルケトン、キシレンなどの溶剤に溶解した溶液として使用することもできる。このような樹脂は、水に分散した自己乳化型或いは乳化剤を使用した強制乳化型エマルジョン、或いはラテックスとして使用できるし、微細化した粉末として、さらには溶剤に溶解した溶液として使用することもできる。

30

#### 【0017】

(2)樹脂エマルジョンやラテックスに鱗片状無機粒子を分散させ、噴霧乾燥等により乾燥する方法。

(3)樹脂モノマー溶液あるいは分散液に鱗片状無機粒子を分散させ、樹脂モノマーを重合させて鱗片状無機粒子上に樹脂を被覆する方法。

(4)微細化した樹脂粉末と鱗片状無機粒子を混合し、物理的な力を加え、その際の摩擦熱により樹脂組成物を軟化、熔融させて鱗片状無機粒子上に被覆する方法。このとき樹脂を混合、融着させる装置としては、ホソカワミクロン(株)製のメカノフュージョンシステムなどが好適である。

40

上記のようにして鱗片状無機粒子に樹脂を被覆した後、必要に応じてこれを加熱処理し、鱗片状無機粒子に樹脂を融着させて用いることもできる。

#### 【0018】

##### [球状微粒子]

本発明に用いる球状微粒子としては、シリカ、酸化チタン、アルミナ、酸化ジルコニウム、酸化鉄、酸化亜鉛、酸化セリウム的一种又は二種以上からなる無機酸化物微粒子あるいは複合無機酸化物微粒子は好適に用いることができる。このとき、シリカ、酸化チタン、アルミナ、酸化ジルコニウム等は球状微粒子が得易く、これら粒子を付着して得た鱗片状複合粒子を配合した化粧料は滑らかな感触に優れている。また、シリカ、酸化チタン、アルミナ、酸化ジルコニウム等に、着色性に優れた酸化鉄、紫外線遮蔽性に優れた酸化セ

50

リウムを複合した粒子等も好適に用いることができる。さらに、これら球状微粒子を混合して用いることもできる。

さらに、前記無機微粒子の他にナイロン、シリコン樹脂、ポリメチルメタクリレート、ポリスチレン等の有機系球状微粒子を使用することも可能である。

#### 【0019】

これらの球状微粒子の平均粒子径は0.1~3.0 $\mu\text{m}$ 、さらには0.2~1.5 $\mu\text{m}$ の範囲にあることが好ましい。

球状微粒子の平均粒子径が0.1 $\mu\text{m}$ 未満ではオイリーな感触は得られず、滑らかさも劣る。3 $\mu\text{m}$ を超えると樹脂被覆鱗片状無機粒子に付着させることが困難で、できたとしてもオイリーで滑らかな感触や延展性が不十分となることがある。

さらに、球状微粒子の粒子径分布は均一であることが好ましい。粒子径分布が狭いほどベアリング効果が高く、オイリーで滑らかな感触が得られ、粒子径分布が広がるほどオイリー感は低減する。

#### 【0020】

これらの球状微粒子の付着量は、球状微粒子の大きさによっても異なるが、球状微粒子/樹脂被覆鱗片状無機粒子の重量比で、1/99~60/40の範囲が好適であり、さらに好ましい範囲は5/95~50/50である。球状微粒子の付着量は、球状微粒子の粒子径に合わせて選択することができ、樹脂被覆鱗片状無機粒子の表面を均一に単層で被覆する量とすることが好ましい。それより過剰に付着させるとオイリー感が損なわれることがある。

例えば、平均粒子径13 $\mu\text{m}$ 、厚み0.25 $\mu\text{m}$ のマイカにポリウレタンを2重量%被覆したのに対して平均粒子径0.6 $\mu\text{m}$ の球状シリカを付着させる場合、1/99未満ではオイリー感を付与する効果が不十分で、概ね球状微粒子の単層が形成される20/80~40/60で非常にオイリーで滑らかな感触が得られる。一方、この重量比が50/50を超えるとオイリーで滑らかな感触は低減し、延展性が悪化する傾向となる。

同様に、ポリウレタン被覆マイカに対して平均粒子径1.0 $\mu\text{m}$ の球状シリカを付着させた場合、重量比が1/99未満ではオイリー感の付与効果がほとんどなく、30/70~50/50で非常にオイリーな感触が得られ、60/40を超えると延展性の低下が見られる。

#### 【0021】

##### [球状粒子の付着方法]

樹脂被覆鱗片状無機粒子に球状微粒子を付着させる方法としては、滑らかな感触で、塗布性、延展性等に優れた鱗片状複合粒子が得られれば特に制限はなく、例えば次の方法を採用することができる。

(1) 水、アルコール或いはそれらの混合分散媒に樹脂被覆鱗片状無機粒子と球状微粒子とを分散させ、この分散液を熱風気流中に噴霧して乾燥する方法。

このとき、分散液の濃度は樹脂被覆鱗片状無機粒子と球状粒子との合計の濃度が固形分として概ね5~50重量%、さらには10~30重量%の範囲にあることが好ましい。また、熱風の温度は概ね60~130である。

#### 【0022】

(2) 樹脂被覆鱗片状無機粒子と球状微粒子とを混合装置の容器に入れ、容器を回転するなどして物理的な力を加え、粒子同士の摩擦により静電気を発生させ、樹脂被覆鱗片状無機粒子に球状微粒子を付着させる方法。この時の装置としては前記したホソカワミクロン(株)製のメカノフュージョンシステムなどが好適である。

さらに、上記のようにして樹脂被覆鱗片状無機粒子に球状微粒子を付着させた後、得られた鱗片状複合粒子が凝集などしている場合は、必要に応じて解砕して用いることができる。

#### 【0023】

##### 化粧品

つぎに、本発明の化粧品について説明する。

10

20

30

40

50

本発明の化粧品は、前記した鱗片状複合粒子が後述する化粧品に配合される各種成分と共に配合されている。化粧品中の鱗片状複合粒子の配合量は1～90重量%の範囲にあることが好ましい。さらに好ましくは3～40重量%の範囲である。配合量が1重量%未満では、柔らかく滑らかな感触が得られず、一方90重量%を越すと本来化粧品に求められる着色・装飾性、油分感等が失われる。

#### 【0024】

本発明の化粧品に配合される各種成分としては、例えば、オリーブ油、ナタネ油、牛脂等の油脂類、ホホバ油、カルナバロウ、ケンデリラロウ、ミツロウ等のロウ類、パラフィン、スクワラン、合成および植物性スクワラン、 $\alpha$ -オレフィンオリゴマー、マイクロクリスタリンワックス等の炭化水素類、ステアリン酸、ミリスチン酸、オレイン酸、 $\alpha$ -ヒドロキシ酸、リノール酸、リノレイン酸、乳酸等の脂肪酸類、イソステアリルアルコール、オクチドデカノール、ラウリルアルコール、エタノール、イソプロパノール、ブチルアルコール、ミリスチルアルコール、セタノール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール等のアルコール類、アルキルグリセリルエーテル類、ミリスチン酸イソプロピル、パルチミン酸イソプロピル、ステアリン酸エチル、オレイン酸エチル、ラウリル酸セチル、オレイン酸デシル等のエステル類、エチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、グリセリン、ジグリセリン等の多価アルコール類、ソルビトール、ブドウ糖、ショ糖、トレハロース、プルラン等の糖類、アルブチン、ビタミンC、アスコルビン酸ナトリウム等のアスコルビン酸誘導体、カロチノイド、フラボノイド、タンニン、リグナン、サポニン、レチノイン酸及びレチノイン酸構造類縁体、メチルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、メチルフェニルシリコーン油、デカメチルシクロペンタシロキサン等の環状ジメチルシリコーン油、各種変性シリコーン油等のシリコーン油、パーフルオロポリエーテル等のフッ素油、アラビアガム、カラギーナン、寒天、キサンタンガム、ゼラチン、アルギン酸、グアーガム、アルブミン、プルラン、カルボキシビニルポリマー、セルロース及びその誘導体、ポリアクリル酸アミド、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルアルコール等の高分子、アニオン、カチオン、ノニオン系界面活性剤類、動植物抽出物、アミノ酸及びペプチド類、ビタミン類、紫外線防御剤、殺菌・防腐剤、酸化防止剤、変性又は未変性の粘土鉱物、酢酸ブチル、アセトン、トルエンなどの溶剤、各種粒子径、粒子径分布および粒子形状を有する酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、シリカ等を一種また2種以上含有する無機酸化物および/または水酸化物の粒子、各種粒子径、粒子径分布および粒子形状を有するポリアクリル酸メチル、ナイロン、シリコーン樹脂、シリコーンゴム、ポリエチレン、ポリエステル、ポリウレタン等の有機粉末、群青、紺青、マンガンバイオレット、水酸化クロム、タルク色素、天然色素等の色材、各種色調の雲母チタン、マイカ、タルク、セリサイト、窒化ホウ素、硫酸バリウム、合成マイカ、合成セリサイト、板状酸化チタン、板状シリカ、板状酸化アルミニウムおよびそれらと無機化合物または有機化合物との各種複合物、水、香料など少なくとも1種以上を含んでいる。

#### 【0025】

配合される各種成分としてはこれらの成分に限定されるものではなく、化粧品原料基準新訂版（発行：薬事日報社）および化粧品種別配合成分規格（監修：厚生省薬務局審査課、発行：薬事日報社）に記載された原料全てを含むことができる。これらの成分の内、粉末形態のものは、そのまま用いても良いし、シリコン、フッ素、金属石鹸、ラウロイルリシン、各種油剤等により表面処理をして、あるいは複合化して、さらには分散体として使用することもできる。

本発明に係る化粧品は常法により製造することができ、パウダー状、液状、クリーム状などの各種形態で使用され、具体的にはパウダーファンデーション、アイシャドー、ルースパウダー、リキッドファンデーション、クリーム、乳液、ローション、口紅などを包含する。

なお、化粧品を製造する際、鱗片状複合粒子は必要に応じてシリコン、フッ素、金属石

10

20

30

40

50

鹼、ラウロイルリシン、各種油剤等による表面処理をして使用することができる。

続いて、以下に示す実施例により、本発明をさらに具体的に説明する。

【実施例 1】

【0026】

樹脂として、無黄変型ポリウレタン樹脂の水分散液（三井武田ケミカル（株）製：ガラス転移温度 65、引張試験時の 100%モジュラスが 500 N/cm<sup>2</sup>、樹脂粒子径 0.07 μm、自己乳化型、固形分濃度 30 重量%）100 g と、鱗片状無機粒子として平均粒子径 13 μm、厚み 0.25 μm のマイカ 1470 g を純水 5930 g に混合して、前記ポリウレタン樹脂とマイカ重量比が 2/98、固形分濃度 20 重量%の混合液を調製した。この混合液を、温度 70、湿度 5%の乾燥雰囲気中に噴霧して乾燥し、更に 80  
10  
で 24 時間加熱処理して樹脂被覆鱗片状無機粒子（A）を得た。この樹脂被覆鱗片状無機粒子（A）を皮膚に塗布したところ、マイカのみを皮膚に塗布した場合に比べて柔らかい感触で皮膚への密着性も高く、光沢も抑制されていたが、少し嵩張った感じで塗布する際の滑らかさが不足し、均一な塗布ができにくかった。

【0027】

樹脂被覆鱗片状無機粒子（A）400 g を純水 1600 g に加えて混合後、平均粒子径 0.55 μm の球状シリカ分散液（触媒化成工業（株）製：スフェリカスラリー 550、固形分濃度 18%）244 g を混合した。このときの球状シリカと樹脂被覆鱗片状無機粒子（A）の重量比は 10/90 であった。この分散液を温度 70、湿度 5%の乾燥雰囲気中に噴霧して乾燥し、10 に冷却した容器に回収して球状シリカ微粒子が付着した鱗片  
20  
状複合粒子（A-1）を得た。

鱗片状複合粒子（A-1）を皮膚に塗布したところオイリーな感触で、滑らかで均一な塗布が可能であり、塗布した後のタッチもオイリー感、すべり性を維持していた。

【実施例 2】

【0028】

実施例 1 と同様にして得た樹脂被覆鱗片状無機粒子（A）300 g を純水 1200 g に加えて混合後、平均粒子径 0.55 μm の球状シリカ分散液（触媒化成工業（株）製：スフェリカスラリー 550、固形分濃度 18%）1111 g を混合した。このときの球状シリカと樹脂被覆鱗片状無機粒子（A）の重量比は 40/60 であった。

この分散液を実施例 1 と同様にして噴霧乾燥し、球状シリカ微粒子が付着した鱗片状複  
30  
合粒子（A-2）を得た。

鱗片状複合粒子（A-2）を皮膚に塗布したところ非常にオイリーな感触で、塗布した後のタッチはオイリー感、すべり性が感じられた。

【実施例 3】

【0029】

実施例 1 と同様にして得た樹脂被覆鱗片状無機粒子（A）300 g を純水 1200 g に加えて混合後、平均粒子径 0.3 μm 球状シリカ分散液（触媒化成工業（株）製：スフェリカスラリー 300、固形分濃度 20%）375 g を混合した。このときの球状シリカと樹脂被覆鱗片状無機粒子（A）の重量比は 20/80 であった。

この分散液を実施例 1 と同様にして噴霧乾燥し、球状シリカ微粒子が付着した鱗片状複  
40  
合粒子（A-3）を得た。

この鱗片状複合粒子（A-3）を皮膚に塗布したところオイリー且つ滑らかで均一な塗布性であり、塗布した後のタッチはオイリー感、すべり性が感じられた。

【実施例 4】

【0030】

樹脂として、スチレン・ブタジエン系樹脂ラテックス（日本ゼオン（株）製：ガラス転移温度 12、引張試験時の 100%モジュラスが 620 N/cm<sup>2</sup>、樹脂粒子径 0.15 μm、固形分濃度 49 重量%）100 g と、鱗片状無機粒子として平均粒子径 12 μm、厚み 0.31 μm のタルク 1176 g を純水 2807 g に混合して、スチレン・ブタジエン樹脂とタルクの重量比が 4/96、固形分濃度 30 重量%の混合液を調製した。この  
50



調合液を、温度70、湿度5%の乾燥雰囲気中に噴霧して乾燥し、10に冷却した容器に回収して樹脂被覆鱗片状無機粒子(B)を得た。この樹脂被覆鱗片状無機粒子(B)を皮膚に塗布したところ、タルクのみを被覆した場合に比べ、柔らかい感触で皮膚への密着性も高かった。

【0031】

樹脂被覆鱗片状無機粒子(B)300gを純水1200gに加えて混合後、これに、平均粒子径1.2 $\mu$ mの球状シリカ・酸化チタン複合粒子(触媒化成工業(株)製:シリカと酸化チタンの重量比は85/15)200gを純水1000gに加えて混合し、水酸化ナトリウムの希薄水溶液を加えてpH9.0に調整した分散液を徐々に加えたあと1時間混合を続けた。このときの球状シリカ・酸化チタン複合粒子と樹脂被覆鱗片状無機粒子(B)の重量比は40/60であった。

10

ついで、濾過、乾燥し、解砕して、球状シリカ・酸化チタン複合微粒子が付着した鱗片状複合粒子(B-1)を得た。

この鱗片状複合粒子(B-1)を皮膚に塗布したところ、オイリーな感触で滑らかで均一な塗布性もあり、塗布した後のタッチはオイリー感、すべり性が感じられた。

【実施例5】

【0032】

樹脂として、アクリロニトリル・ブタジエン系樹脂ラテックス(日本ゼオン(株)製:ガラス転移温度-21、引張試験時の100%モジュラスが210N/cm<sup>2</sup>、樹脂粒子径0.05 $\mu$ m、固形分濃度41%)100gと鱗片状無機粒子として平均粒子径18 $\mu$ m、厚み0.38 $\mu$ mの合成マイカ1254gを純水5246gに混合して、アクリロニトリル・ブタジエン樹脂と合成マイカとの重量比が5/95、固形分濃度20重量%の混合液を調製した。この混合液を温度70、湿度5%の乾燥雰囲気中に噴霧して乾燥し、10に冷却した容器に回収して樹脂被覆鱗片状無機粒子(C)を得た。この樹脂被覆鱗片状無機粒子(C)を皮膚に塗布したところ、合成マイカのみを皮膚に塗布した場合に比べ、柔らかい感触で皮膚への密着性も高く、光沢は抑制されていた。

20

【0033】

樹脂被覆鱗片状無機粒子(C)300gを純水1200gに加えて混合し、平均粒子径0.8 $\mu$ mの球状酸化アルミニウム((株)アドマテックス製:A0-502)33gを純水165gに加えて混合した。このときの球状酸化アルミニウムと樹脂被覆鱗片状無機粒子(C)の重量比は10/90であった。

30

この分散液を実施例1と同様にして噴霧乾燥し、球状酸化アルミニウム微粒子が付着した鱗片状複合粒子(C-1)を得た。

この鱗片状複合粒子(C-1)を皮膚に塗布したところ滑らかで、オイリー感もあり、塗布した後のタッチもオイリー感が残っていた。

【比較例1】

【0034】

実施例1と同様にして得た樹脂被覆鱗片状無機粒子(A)300gを純水1200gに加えて混合後、平均粒子径0.08 $\mu$ mの球状シリカ分散液(触媒化成工業(株)製:カタロイドSI-80P、固形分濃度40%)188gを混合した。このときの球状シリカと樹脂被覆鱗片状無機粒子(A)の重量比は20/80であった。

40

この分散液を実施例1と同様にして噴霧乾燥し鱗片状複合粒子(A-4)を得た。この鱗片状複合粒子(A-4)を皮膚に塗布したところオイリー感が低く滑らかさも不十分であった。

【比較例2】

【0035】

実施例4と同様にして得た樹脂被覆鱗片状無機粒子(B)300gを純水1200gに加えて混合し、平均粒子径5 $\mu$ mの球状シリカ(触媒化成工業(株)製:シリカマイクロビードP-1500)200gを純水1000gに加えて混合した。このときの球状シリカと樹脂被覆鱗片状無機粒子(B)の重量比は40/60であった。

50

この分散液を実施例 1 と同様にして噴霧乾燥し鱗片状複合粒子 ( B - 2 ) を得た。この鱗片状複合粒子 ( B - 2 ) を皮膚に塗布したところ、さらさらとした滑らかさが感じられたものの、オイリー感はなかった。

【比較例 3】

【0036】

実施例 1 で使用したマイカに球状シリカ粒子 ( 平均粒子径  $0.55 \mu\text{m}$  ) を付着させて得られた鱗片状無機粒子 ( 触媒化成工業 ( 株 ) 製 : ベルベットパール 640、シリカ粒子 / 鱗片状無機粒子重量比 60 / 40 ) を用い、これを皮膚に塗布したところ非常にすべりが良く滑らかな感触であったが、オイリー感を感じられず、塗布した後のタッチはすべり性が低減し、オイリー感もなかった。

10

【実施例 6】

【0037】

実施例 1 ~ 実施例 5 で得られた各鱗片状複合粒子 ( A - 1 )、( A - 2 )、( A - 3 )、( B - 1 ) および ( C - 1 ) を使用して下記組成のパウダーファンデーションを調製した。

( 1 ) 鱗片状複合粒子	20.0	
( 2 ) タルク ( シリコン処理 )	43.2	
( 3 ) マイカ ( シリコン処理 )	5.0	
( 4 ) セリサイト ( シリコン処理 )	15.0	
( 5 ) 顔料酸化チタン ( シリコン処理 )	5.0	20
( 6 ) ベンガラ ( シリコン処理 )	0.7	
( 7 ) 酸化鉄 ( 黄 ) ( シリコン処理 )	1.5	
( 8 ) 酸化鉄 ( 黒 ) ( シリコン処理 )	0.4	
( 9 ) メチルポリシロキサン	5.0	
( 10 ) トリ 2 - エチルヘキサン酸グリセリル	2.0	
( 11 ) 流動パラフィン	1.0	
( 12 ) ジイソステアリン酸ポリグリセリル	1.0	
( 13 ) パラオキシ安息香酸メチル	0.2	

【0038】

まず ( 1 ) から ( 8 ) の混合物を調製する。また ( 9 ) から ( 13 ) を  $70^\circ\text{C}$  に加熱しながら十分に混合し、これを ( 1 ) から ( 8 ) の混合物に加えて均一に混合する。ついで、乾燥後粉碎して粒度をそろえた後、圧縮成形した。得られたパウダーファンデーション ( P<sub>1</sub> )、( P<sub>2</sub> )、( P<sub>3</sub> )、( P<sub>4</sub> )、( P<sub>5</sub> ) について、皮膚に塗布し感触等の官能評価を行い、結果を表 1 に示した。

30

官能評価は、10 人のパネラーを使用し、前腕部に指で塗布する際の感触 ( オイリー感とすべり性 ) を比較し、更にその後塗布面を素手で触ったときの感触 ( オイリー感、すべり性 ) を比較した。判定は 4 段階評価 ( 4 : 優れる、3 : やや優れる、2 : やや劣る、1 : 劣る ) で行い、平均値を求め四捨五入した数値を表 1 に表した。

【比較例 4】

【0039】

実施例 6 の鱗片状複合粒子の代わりに比較例 1、2 で得られた鱗片状複合粒子 ( A - 4 )、( B - 2 ) を使用した以外は実施例 6 と同様にしてパウダーファンデーション ( R P<sub>1</sub> )、( R P<sub>2</sub> ) を調製した。官能評価の結果を表 1 に示した。

40

【比較例 5】

【0040】

実施例 6 の鱗片状複合粒子の代わりに実施例 1、4、5 で得られた樹脂被覆鱗片状無機粒子 ( A )、( B )、( C ) を配合した以外は、実施例 6 と同様にしてパウダーファンデーション ( R P<sub>3</sub> )、( R P<sub>4</sub> )、( R P<sub>5</sub> ) を調製した。官能評価の結果を表 1 に示した。

【比較例 6】

50

## 【 0 0 4 1 】

実施例 6 の鱗片状複合粒子の代わりに実施例 1 , 4 , 5 で使用した鱗片状無機粒子 ( マイカ、タルク、合成マイカ ) を使用して、実施例 6 と同様にしてパウダーファンデーション ( R P<sub>6</sub> )、( R P<sub>7</sub> )、( R P<sub>8</sub> ) を調製した。官能評価の結果を表 1 に示した。

## 【 比較例 7 】

## 【 0 0 4 2 】

実施例 6 の鱗片状複合粒子の代わりに比較例 3 で得られた球状シリカ粒子を付着させた鱗片状無機粒子を使用して、実施例 6 と同様にしてパウダーファンデーション ( R P<sub>9</sub> ) を調製した。官能評価の結果を表 1 に示した。

## 【 0 0 4 3 】

## 【 表 1 】

パウダーファンデーション	配合粒子	塗布時		塗布後	
		オイリー感	すべり性	オイリー感	すべり性
実施例 6 ( P <sub>1</sub> )	A-1	4	3	3	3
実施例 6 ( P <sub>2</sub> )	A-2	3	4	4	4
実施例 6 ( P <sub>3</sub> )	A-3	4	3	4	3
実施例 6 ( P <sub>4</sub> )	B-1	3	3	3	3
実施例 6 ( P <sub>5</sub> )	C-1	4	3	4	3
比較例 4 ( R P <sub>1</sub> )	A-4	2	1	2	1
比較例 4 ( R P <sub>2</sub> )	B-2	1	3	1	2
比較例 5 ( R P <sub>3</sub> )	A	1	1	1	1
比較例 5 ( R P <sub>4</sub> )	B	1	1	1	1
比較例 5 ( R P <sub>5</sub> )	C	1	1	1	1
比較例 6 ( R P <sub>6</sub> )	マイカ	1	2	1	1
比較例 6 ( R P <sub>7</sub> )	タルク	1	2	1	1
比較例 6 ( R P <sub>8</sub> )	合成マイカ	2	2	1	1
比較例 7 ( R P <sub>9</sub> )	シリカ被覆マイカ	2	4	1	2

## 【 実施例 7 】

## 【 0 0 4 4 】

実施例 1 ~ 実施例 5 で得られた鱗片状複合粒子 ( A - 1 )、( A - 2 )、( A - 3 )、( B - 1 ) および ( C - 1 ) を使用して下記組成のアイシャドーを調製した。

( 1 ) 鱗片状複合粒子	3 0 . 0
( 2 ) タルク ( シリコン処理 )	1 0 . 0
( 3 ) マイカ ( シリコン処理 )	3 4 . 5 1
( 4 ) パール顔料 ( シリコン処理 )	1 0 . 0
( 5 ) ベンガラ ( シリコン処理 )	0 . 0 8
( 6 ) 酸化鉄 ( 黄 ) ( シリコン処理 )	0 . 2
( 7 ) 酸化鉄 ( 黒 ) ( シリコン処理 )	0 . 0 1
( 8 ) メチルポリシロキサン	7 . 5
( 9 ) イソノナン酸イソトリデシル	5 . 0
( 1 0 ) ジイソステアリン酸ポリグリセリル	2 . 5
( 1 1 ) パラオキシ安息香酸メチル	0 . 2

## 【 0 0 4 5 】

まず ( 1 ) から ( 7 ) の混合物を調製する。また ( 8 ) から ( 1 1 ) を 7 0 に加熱しながら十分に混合し、これを ( 1 ) から ( 7 ) の混合物に加えて均一に混合する。ついで

、乾燥後粉碎して粒度をそろえた後、圧縮成形した。得られたアイシャドー（ $I_1$ ）、（ $I_2$ ）、（ $I_3$ ）、（ $I_4$ ）、（ $I_5$ ）を皮膚に塗布し、前記パウダーファンデーションと同様に前腕部に指で塗布する際の感触を評価した。評価結果を表2に示す。

【比較例8】

【0046】

実施例7の鱗片状複合粒子の代わりに比較例1, 2で得られた鱗片状複合粒子（A-4）、（B-2）を使用した以外は実施例7と同様にしてアイシャドー（ $RI_1$ ）、（ $RI_2$ ）を調製した。官能評価の結果を表2に示した。

【0047】

【表2】

10

アイシャドー	配合粒子	オイリー感	すべり性
実施例7（ $I_1$ ）	A-1	4	4
実施例7（ $I_2$ ）	A-2	3	4
実施例7（ $I_3$ ）	A-3	4	3
実施例7（ $I_4$ ）	B-1	3	3
実施例7（ $I_5$ ）	C-1	3	3
比較例8（ $RI_1$ ）	A-4	1	2
比較例8（ $RI_2$ ）	B-2	2	2

20

## フロントページの続き

(51) Int.Cl.			F I	
A 6 1 K	8/00	(2006.01)	A 6 1 K	7/032
A 6 1 Q	1/10	(2006.01)	C 0 9 C	1/00
C 0 9 C	1/00	(2006.01)	C 0 9 C	3/10
C 0 9 C	3/10	(2006.01)	C 0 9 C	3/12
C 0 9 C	3/12	(2006.01)		

審査官 桜田 政美

- (56) 参考文献 特開昭 6 2 - 1 0 1 6 6 2 ( J P , A )  
特開昭 6 2 - 1 0 1 6 6 4 ( J P , A )  
特開平 0 1 - 3 1 5 4 7 0 ( J P , A )  
特開 2 0 0 3 - 0 6 3 9 3 2 ( J P , A )

## (58) 調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)

C 0 9 C 3 / 0 6  
C 0 9 C 1 / 0 0  
C 0 9 C 3 / 1 0  
C 0 9 C 3 / 1 2