

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-155332

(P2009-155332A)

(43) 公開日 平成21年7月16日(2009.7.16)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
A 6 1 K 8/24 (2006.01)	A 6 1 K 8/24	4 C 0 8 3
A 6 1 Q 17/04 (2006.01)	A 6 1 Q 17/04	
A 6 1 K 8/29 (2006.01)	A 6 1 K 8/29	
A 6 1 K 8/27 (2006.01)	A 6 1 K 8/27	
A 6 1 K 8/19 (2006.01)	A 6 1 K 8/19	
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 17 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2009-3670 (P2009-3670)	(71) 出願人	593106918
(22) 出願日	平成21年1月9日 (2009.1.9)		株式会社ファンケル
(62) 分割の表示	特願2007-334140 (P2007-334140)		神奈川県横浜市中区山下町89番地1
	の分割	(74) 代理人	100081422
原出願日	平成19年12月26日 (2007.12.26)		弁理士 田中 光雄
		(74) 代理人	100084146
			弁理士 山崎 宏
		(74) 代理人	100106518
			弁理士 松谷 道子
		(74) 代理人	100127638
			弁理士 志賀 美苗
		(74) 代理人	100138911
			弁理士 櫻井 陽子
		(74) 代理人	100146259
			弁理士 橋本 諭志
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 日焼け止め化粧料

(57) 【要約】

【課題】 使用性と透明性に優れ、さらに優れた紫外線遮蔽効果を有する日焼け止め化粧料を提供する。

【解決手段】 平均粒径が1～100 μmで、比表面積が1～100 m²/gである板状ヒドロキシアパタイトを親水性高分子と混合し、該混合物を噴霧乾燥して得られる加圧崩壊性球状粉末、および無機紫外線遮蔽剤を含有する、日焼け止め化粧料を提供する。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

平均粒径が $1 \sim 100 \mu\text{m}$ で、比表面積が $1 \sim 100 \text{m}^2/\text{g}$ である板状ヒドロキシアパタイトを親水性高分子と混合し、該混合物を噴霧乾燥して得られる加圧崩壊性球状粉末、および無機紫外線遮蔽剤を含有する、日焼け止め化粧料。

【請求項 2】

無機紫外線遮蔽剤が酸化チタン、酸化亜鉛、酸化セリウムからなる群から選択される、請求項 1 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 3】

親水性高分子が、アラビアゴム、トラガカントガム、ガラクトン、グアーガム、カラギーナン、キサンタンガム、ペクチン、寒天、ゼラチン、クインスード、デキストラン、デキストリン、プルラン、カルボキシメチルデンプン、コラーゲン、カゼイン、セルロース、メチルセルロース、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、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、カルボキシメチルセルロースナトリウム、アルギン酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ヒアルロン酸ナトリウムからなる群から選択される水溶性高分子と、結晶セルロース末、デンプン末、部分 α 化デンプン末、シルク末、キトサン末、ポリアクリル酸アルキル、ナイロン末からなる群から選択される水不溶性高分子の組合せである、請求項 1 または 2 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 4】

親水性高分子がカルボキシメチルセルロースナトリウムと結晶セルロースの組合せ、キサンタンガムとデンプン末の組合せ、およびヒドロキシエチルセルロースからなる群から選択される、請求項 1 または 2 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 5】

加圧崩壊性球状粉末の凝集粒子の平均粒径が $5 \sim 100 \mu\text{m}$ である、請求項 1 ～ 4 いずれかに記載の日焼け止め化粧料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、使用性と透明性に優れ、さらに優れた紫外線遮蔽効果を有する日焼け止め化粧料に関する。

【背景技術】

【0002】

日焼け止め化粧料は大きくは有機紫外線吸収剤を配合した化粧料と無機紫外線遮蔽剤を配合した化粧料に分けられる。有機紫外線吸収剤は主に透明～半透明の液体や油分や水分に溶解する固体であるため化粧料に配合した場合に透明性が高く、違和感のない塗布膜となるが、肌に吸収されるため安全性が懸念されていた。一方、無機紫外線遮蔽剤は主に平均粒子径 $0.1 \mu\text{m}$ 以下の微粒子金属酸化物であり、肌表面で紫外線を遮蔽するため安全性が比較的高い。しかしながら屈折率が高いため透明性が低く、また肌へ塗布した際にきしみやざらつき等が生じることがあった。これらのことから、使用性と透明性に優れ、さらに紫外線遮蔽効果と安全性の高い日焼け止め化粧料が望まれていた。

【0003】

無機紫外線遮蔽剤の日焼け止め化粧料中における分散性を上げることによって、より強い紫外線遮蔽効果を得ることが可能となる。この、無機紫外線遮蔽剤の分散を上げることによって、紫外線遮蔽効果をより有効に引き出す技術としては例えば、製品中に分散剤を配合する、粉体表面を無機物または有機物で表面処理するなどの方法が良く知られている。かかる方法は無機紫外線遮蔽剤粉体と油分または水分との濡れ性を制御して分散を上げるものであり、分散効果はさほど高くなく、さらに経時的に凝集するという問題があった。またビーズミル、サンドグライNDERミルなどの湿式ミルと呼ばれる機器で予め油分と粉体を強制的に高分散させる方法が提案されており、一定の分散効果は得られているが一

10

20

30

40

50

時的な分散効果に過ぎず、やはり経時的に凝集するという問題があった。(例えば特許文献 1、特許文献 2、特許文献 3 参照)

【0004】

無機紫外線遮蔽剤の凝集を防止する目的で予め板状または球状の粉末と無機紫外線遮蔽材とを複合化して配合する方法が提案されている(例えば特許文献 4、特許文献 5 参照)。かかる複合化粒子を用いて所望の紫外線遮蔽効果を得るためには大量に配合することが必要となるため、結果的に使用性の悪化や安定性の悪化を招くという問題があった。

【0005】

一方、板状ヒドロキシアパタイトを化粧料に配合することで密着性、延展性が向上することやさらにはスティック化粧料に配合することで粉末が沈降せず、優れた品質のスティック化粧料が得られることが知られている。(特許文献 6、特許文献 7、特許文献 8 参照)

【0006】

【特許文献 1】特許第 2781433 号公報

【特許文献 2】特開平 10-167946 号公報

【特許文献 3】特開平 1-7941 号公報

【特許文献 4】特開平 1-224220 号公報

【特許文献 5】特開 2002-234827 号公報

【特許文献 6】特許第 3824418 号公報

【特許文献 7】特開平 11-240819 号公報

【特許文献 8】特開 2007-51110 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、無機紫外線遮蔽剤を使用することで安全性を保ちながら、使用性および透明性に優れ、優れた紫外線遮蔽効果を有する日焼け止め化粧料を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明はヒドロキシアパタイト粒子の平均粒径が $1 \sim 100 \mu\text{m}$ で、比表面積が $1 \sim 100 \text{m}^2/\text{g}$ である板状ヒドロキシアパタイトおよび無機紫外線遮蔽剤を配合することを特徴とする日焼け止め化粧料を提供する。

【0009】

本発明の日焼け止め化粧料は、好適には板状ヒドロキシアパタイト、無機紫外線遮蔽剤および油性成分を機械力により高分散させて分散体を得、得られた分散体を他の成分と配合することにより製造されるものである。

【0010】

本発明の日焼け止め化粧料は、より好適には板状ヒドロキシアパタイトを親水性高分子と混合し、該混合物を噴霧乾燥して調製される加圧崩壊性球状粉末とした板状ヒドロキシアパタイトが配合されたものである。

【発明の効果】

【0011】

本発明の日焼け止め化粧料は、無機紫外線遮蔽剤を使用することで安全性を保ちながら、透明性並びに紫外線遮蔽効果に優れたものである。本発明の日焼け止め化粧料はまた、肌への密着性並びに使用性に優れたものである。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図 1】実施例 1～2 並びに比較例 1～4 の分散体の可視領域光透過性試験の結果を示す。

【図 2】実施例 3～5 並びに比較例 5～8 のシェイクウエル W/O 型日焼け止め化粧料の可視領域光透過性試験の結果を示す。

10

20

30

40

50

【発明を実施するための形態】

【0013】

本発明において用いられる板状ヒドロキシアパタイトは $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ または $\text{Ca}_{10-z}(\text{HPO}_4)_6-z(\text{OH})_{2n}\text{H}_2\text{O}$ の化学構造を有するものである。板状ヒドロキシアパタイトの平均粒径は $1\sim 100\mu\text{m}$ であるものを用いるが、好ましくは $5\sim 50\mu\text{m}$ 、より好ましくは $10\sim 30\mu\text{m}$ である。また比表面積は $1\sim 100\text{m}^2/\text{g}$ 、好ましくは $20\sim 90\text{m}^2/\text{g}$ 、より好ましくは $40\sim 80\text{m}^2/\text{g}$ のものが用いられる。本発明において「板状」とは、外観の全体形状の如何にかかわらず、平たいものを意味する。板状ヒドロキシアパタイトの構造としては特に制限はなく薄片状、薄板状、鱗片状、葉片状、雲母状、箔状等のものが例示される。板状面についても特に制限はなく、正方形、長方形、平行四辺形、楕円形、円形、不定形等を含み、またこの板状面の表面には凹凸が存在していても良い。具体的には長辺長さと厚みの比（長辺長さ／厚み）が、 $2\sim 200$ 程度のものが好適に用いられる。

10

【0014】

本発明において用いられる板状ヒドロキシアパタイトは例えば特開平11-240819に記載の方法にて調製してもよく、また市販されている板状ヒドロキシアパタイトを用いてもよい。市販品としては、板状HAP、板状HAP-SC（太平化学産業製）などが例示される。

【0015】

本発明の板状形状ヒドロキシアパタイトの配合量は特に制限されることはないが、日焼け止め化粧料の0.01～10重量%が好ましく、より好ましくは、0.1～5重量%である。0.01重量%未満では、無機紫外線散乱剤の分散助剤としての効果が十分で無く、10重量%以上では、処方中での無機紫外線散乱剤の配合量が制限される為適切でない。

20

【0016】

本発明において用いられる無機紫外線遮蔽剤としては、通常日焼け止め化粧料に配合されるものを特に限定なく用いることができ、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化セリウムなどが例示される。無機紫外線遮蔽剤としては入手可能な種々の粒子径、形状のものを目的に応じて選択すればよい。例えば、酸化チタンであれば粒状、針状、紡錘状、板状、薄片状等の形状のものを、酸化亜鉛であれば球状または板状の六方晶系のものを、酸化セリウムであれば、球状のものを適宜用いることができる。また、同一物質の異なる粒子径や形状のものを組み合わせて用いても、2以上の物質を任意に組み合わせて用いても良い。

30

【0017】

無機紫外線遮蔽剤は、その一次粒子の平均粒子径が $1\text{nm}\sim 100\text{nm}$ 、より好ましくは $5\sim 50\text{nm}$ のものが好適に用いられる。

【0018】

無機紫外線遮蔽剤の一次粒子の平均粒子径が 100nm より大きくなると、粒子の可視光に対する散乱が大きくなるため、可視光の透過性、即ち透明性が低下する。また、 1nm より小さくなると紫外線防御効果が低下し望ましくない。

【0019】

これらの無機紫外線遮蔽剤は微細粒子径であり、その表面活性を低下させるため、シリカ、水酸化アルミニウムなどにて表面が被覆されているものが好適に用いられる。

40

【0020】

更に無機紫外線遮蔽剤の油性成分への分散性を向上させるため、その表面の一部または全部を疎水化処理剤にて処理したものを好ましく用いることができる。疎水化表面処理剤としては、シリコーン処理剤、脂肪酸、脂肪酸石鹸、脂肪酸エステル等が挙げられる。シリコーン処理剤としては、例えば、メチルヒドロジェンポリシロキサン、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などの各種のシリコーンオイルや、メチルトリメトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、オクチルトリメトキシシランなどの各種のアルキルシランや、トリフルオロメチルエチルトリメト

50

キシシラン、ヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシランなどの各種のフルオロアルキルシランなどが挙げられる。脂肪酸としては、例えば、パルミチン酸、イソステアリン酸、ステアリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、ベヘニン酸、オレイン酸、ロジン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等が挙げられる。脂肪酸石鹸としては、例えば、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、12-ヒドロキシステアリン酸アルミニウム等が挙げられる。脂肪酸エステルとしては、デキストリン脂肪酸エステル、コレステロール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、デンプン脂肪酸エステル等が挙げられる。これらはいずれも一般的に化粧料の調製の際の無機紫外線遮蔽剤の疎水化処理に用いられるものであり、特に限定されるものではないが、メチルポリシロキサン処理、メチルヒドロジェンポリシロキサン処理が好ましく用いられる。

10

【0021】

本発明の日焼け止め化粧料において、無機紫外線遮蔽剤の配合量は、無機紫外線遮蔽剤の種類、所望する紫外線遮蔽性等に基づき適宜設定すればよく、特に限定されないが、日焼け止め化粧料の1～30重量%、より好ましくは5～20重量%とされる。

【0022】

本発明において好ましくは、無機紫外線遮蔽剤は無機紫外線遮蔽剤と油性成分を機械力により高分散させて得られる分散体として板状ヒドロキシアパタイトおよび化粧料の他の成分と配合される。本発明における好適な一態様においては分散体を調製する際に無機紫外線遮蔽剤、油性成分とともに上記の板状ヒドロキシアパタイトを配合する。

【0023】

本発明において「機械力により高分散させ」とは、ボールミル、サンドミル、バケットミル、縦型ビーズミル、横型ビーズミル、ピン付きビーズミル、コロイドミル、アトライター、超高压型ホモジナイザー、超音波分散機など強力な機械力を有する機器にて分散させることを意味する。予め高分散させることにより無機紫外線遮蔽剤が十分に分散され、十分な紫外線防止効果を得ることができる。

20

【0024】

本発明の日焼け止め化粧料に用いられる油性成分としては、常温で液状の油類であれば、特に限定されることはなく、たとえば、アボガド油、アルモンド油、オリーブ油、ゴマ油、サザンカ油、サフラワー油、大豆油、ツバキ油、トウモロコシ油、ナタネ油、パーシックス油、ヒマシ油、綿実油、落花生油等の植物性液状油；ミンク油、卵黄油等の動物性液状油；液状ラノリン、ホホバ油等の液状ロウ類；流動パラフィン、スクワラン等の液状炭化水素油；エステル油、液状シリコン油など、一般に化粧料の製造に用いられる油類を単独で、または2種以上を組み合わせる用いることができる。なかでも、揮発性溶剤を好ましく用いることができ、特に、シクロメチコン（4、5、6量体）、メチルトリメチコン、カプリルトリメチコン、イソドデカン、イソヘキサデカン等の揮発性溶剤が好ましい。

30

【0025】

本発明の別の好適な態様においては、板状ヒドロキシアパタイトとして板状ヒドロキシアパタイトと親水性高分子を水中で混合して水スラリー状物を得、これをスプレードライヤーにて噴霧乾燥して得られる加圧崩壊性球状粉末が用いられる。

40

【0026】

本発明において用いられる加圧崩壊性球状粉末とは、親水性高分子と板状ヒドロキシアパタイトからなる水スラリー状物をスプレードライヤーにて噴霧乾燥することで得られる球状粉末であり、親水性高分子で被覆された板状ヒドロキシアパタイトが球状に凝集したものである。本明細書において「加圧崩壊性」とは、この凝集粉末が、該粉末を材料とした化粧料の使用時の塗布操作により容易に崩壊することを言う。

【0027】

本明細書において「親水性高分子」とは、水となじみ、水へ容易に分散する高分子をいう。この条件を満たす限り、水溶性高分子のみならず水不溶性高分子もまた含まれる。

【0028】

50

本発明に記載の加圧崩壊性球状粉末の調製に用いられる親水性高分子としては、特に限定されず、アラビアゴム、トラガカントガム、ガラクトン、グアーガム、カラギーナン、キサンタンガム、ペクチン、寒天、ゼラチン、クインスード、デキストラン、デキストリン、プルラン、カルボキシメチルデンプン、コラーゲン、カゼイン、セルロース、メチルセルロース、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、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、カルボキシメチルセルロースナトリウム、アルギン酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ヒアルロン酸ナトリウム等の水溶性高分子を挙げることができる。かかる水溶性高分子は単独で用いても良いし、2以上を組み合わせて用いてもよい。また水不溶性高分子としては結晶セルロース末、デンプン末、部分 α 化デンプン末、シルク末、キトサン末、ポリアクリル酸アルキル、ナイロン末等を挙げられることができる。水不溶性高分子はその粒径が $0.01 \sim 5 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ のものをを用いるとよい。加圧崩壊性球状粉末を製造する際に、親水性高分子として1以上の水溶性高分子と1以上の水不溶性高分子を組み合わせて用いるのが好ましい。特に好ましい水溶性高分子は、ヒドロキシエチルセルロース単独、カルボキシメチルセルロースナトリウムと結晶セルロースの組合せ、およびキサンタンガムとデンプン末の組合せである。

【0029】

本発明に記載の加圧崩壊性球状粉末の製造方法は特に制限は無く、従来公知の方法を用いればよい。例えば、親水性高分子を水に投入し、プロペラミキサー、ホモミキサー、ビーズミルあるいはサンドグライNDERミル等を用いて分散し混合液を得る。ついで、この混合液に板状ヒドロキシアパタイトを投入し、更に分散させスラリー状とする。この水スラリー状物を2流体ノズルあるいはアトマイザーを備えたスプレードライヤーに噴霧し乾燥させればよい。

【0030】

水スラリー状物を調製するにあたり、板状ヒドロキシアパタイトと親水性高分子の配合比は $50:1 \sim 1:1$ 、より好ましくは $30:1 \sim 5:1$ とする。水の量は限定的ではないが板状ヒドロキシアパタイトと親水性高分子の合計量の $10 \sim 500$ 倍、より好ましくは $50 \sim 200$ 倍とする。

【0031】

本発明において加圧崩壊性球状粉末は、その凝集粒子の平均粒径が $5 \sim 100 \mu\text{m}$ 、特に $10 \sim 30 \mu\text{m}$ のものが好適に用いられる。加圧崩壊性球状粉末の配合量は、上記板状ヒドロキシアパタイトの配合量と同じく日焼け止め化粧料中 $0.01 \sim 10$ 重量%、より好ましくは $0.1 \sim 5$ 重量%である。

【0032】

本態様において、加圧崩壊性球状粉末は板状ヒドロキシアパタイトとして日焼け止め化粧料の他の成分とともに上記無機紫外線遮蔽剤の油性成分中の分散体と配合することにより本発明の日焼け止め化粧料に配合される。無機紫外線遮蔽剤の油性成分中の分散体は、板状ヒドロキシアパタイトを同時に高分散させたものであってもよい。板状ヒドロキシアパタイトを加圧崩壊性球状粉末として配合することにより、本願発明の化粧料は高い紫外線遮蔽力とより好適な使用感を達成することができる。

【0033】

本発明の日焼け止め化粧料は、無機紫外線遮蔽剤の油性成分中の分散体と板状ヒドロキシアパタイト、または無機紫外線遮蔽剤と板状ヒドロキシアパタイトの油性成分中の分散体を化粧料のその他の成分へ配合することによって製造することができる。加圧崩壊性球状粉末を用いる場合には、無機紫外線遮蔽剤の油性成分中の分散体、および加圧崩壊性球状粉末を化粧料のその他の成分へ配合する。本発明の日焼け止め化粧料を製造するためのその他の成分としては、通常化粧料へ配合される成分から目的とする剤形や製品形態に応じて適宜選択すればよい。例えば、ワセリン、ラノリン、セレスイン、マイクロクリスタリンワックス、カルナウバロウ、キャンデリラロウ、高級脂肪酸、高級アルコールなどの固形・半固形油分、スクワラン、流動パラフィン、エステル油、ジグリセライド、トリグリ

セライド、シリコーン油、オリーブ油、アボガド油、ミンク油などの流動油分、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタンなどのフッ素系油剤、水溶性および油溶性ポリマー、界面活性剤、多価アルコール、糖類、シリコーン粉体、金属石けん、レシチン、アミノ酸、コラーゲン、ポリマー、無機及び有機顔料、各種表面処理粉体、タール色素、天然色素など色剤、エタノール、防腐剤、酸化防止剤、色素、増粘剤、PH調整剤、香料、紫外線吸収剤、保湿剤、血行促進剤、冷感剤、殺菌剤、皮膚賦活剤、水が挙げられる。これらの成分はいずれも従来公知の化粧品の処方に依りて本発明の効果を損なわない範囲内で適宜、選択、配合可能である。

【0034】

また本発明の日焼け止め化粧料は、その剤形や製品形態が特に限定されるものではなく、油中水型、水中油型、水分散型等の剤形とすることができる。また製品形態としては、紫外線防止効果を付与したい製品であれば特に限定されるものではなく、化粧下地、日焼け止め、ファンデーションなどが例示される。

【実施例】

【0035】

以下に実施例等を挙げて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例等に何ら制約されるものではない。

【0036】

製造実施例1～2、製造比較例1～4

〔紫外線遮蔽剤（微粒子酸化チタン）の油性成分中の分散体の調製〕

下記表1の成分を含有する分散体を下記製法によって調製した。得られた分散体について、下記評価方法により紫外線防止効果について評価した。各製造実施例並びに比較例の処方を表1に、紫外線防止効果の測定結果を図1に示す。

【0037】

【表1】

	製造実施例		製造比較例			
	1	2	1	2	3	4
シクロペンタシロキサン	52.8	52.8	53.8	52.8	52.8	52.8
疎水化処理微粒子酸化チタン*	13.2	13.2	13.2	13.2	13.2	13.2
疎水化処理微粒子酸化亜鉛**	28.0	28.0	28.0	28.0	28.0	28.0
PEG-9ポリジメチルシロキシエチルジメチコン***	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
板状ヒドロキシアパタイト 15 μ m	1.0					
板状ヒドロキシアパタイト 20 μ m		1.0				
不定形ヒドロキシアパタイト				1.0		
球状ヒドロキシアパタイト					1.0	
タルク 6 μ m						1.0

*:ST-457ECS（チタン工業社製）：ジメチコン／メチコンコポリマー、シリカ水酸化アルミニウム被覆微粒子酸化チタン

**：MZY-303S（テイカ社製）：ジメチコン／メチコンコポリマー被覆

***：KF-6028（信越化学社製）

【0038】

<製法>

表1に示した各成分の混合物を200mL容マヨネーズ瓶に100g秤量し、ディスペーミキサー（LR-1型；みづほ工業社製）にて3000rpm、5分間攪拌した。次いで、φ1.0mmジルコニアビーズ200gを加え、サンドミル（ペイントコンディショナー；レッドデビル社製）により180分間分散・破碎処理し、製造実施例および製造比較例の分散体を得た。

【0039】

<紫外線防止効果の評価>

製造実施例1～2および製造比較例1～4で得られた分散体とシクロメチコンを2：8の重量比で混合した。混合した分散体希釈液を石英板（70×70mm）に6μmの厚みで塗布し、乾燥後、280～700nmの透過率を分光光度計（U-3010；日立製作所）にて測定し、紫外線防止効果を紫外線領域の300nmと可視領域の700nmとの比率を算出することで評価した。

【0040】

【表2】

	製造実施例		製造比較例			
	1	2	1	2	3	4
700nmの透過率	99.0	98.9	99.3	99.1	99.1	99.3
300nmの透過率	9.9	10.0	13.9	13.8	12.9	13.1
300nm/700nm×100	10.0	10.1	14.0	13.9	13.0	13.2

【0041】

表2から明らかなように、本発明の製造実施例1～2の板状形状ヒドロキシアパタイトを配合したシリコン分散物は、可視領域光の透過率が高いが紫外領域光はほとんど透過しない。即ち、透明性が高く紫外線の防御効果に優れたものであった。

【0042】

[加圧崩壊性球状粉末製造実施例]

製造実施例3

結晶セルロース0.45g、カルボキシメチルセルロースナトリウム0.05gをビーカーに秤量し、1.5Lの水を加え、ホモミキサーにて約30分間分散した。これに平均粒径が20μm、比表面積が50m²/gの板状ヒドロキシアパタイト9.5gを加え、ホモミキサーで更に約30分間分散して水スラリー状とした。この水スラリー状物を2流体スプレーノズルを備えたスプレードライヤーに供給した。このとき、スプレードライヤーの熱風温度を200℃とし、2流体ノズルのスプレー圧を0.6MPaとした。スプレードライヤーにより乾燥させて、板状ヒドロキシアパタイトを含む加圧崩壊性球状粉末を得た。得られた加圧崩壊性球状粉末粒径のメジアン値は25μmであった。なお、製造実施例3～5において加圧崩壊性球状粉末の粒径（凝集粒径）としては日機装株式会社製マイクロトラックHRAを用い、レーザー回折散乱法にて測定して得られた粒度分布のメジアン値を示す。

【0043】

製造実施例4

ヒドロキシエチルセルロース1.0gをビーカーに秤量し、1.0Lの水を加え、プロペラミキサーにて約30分間分散した。これに平均粒径が15μm、比表面積が70m²/gの板状ヒドロキシアパタイト9.0gを加え、ホモミキサーで更に約30分間分散して水スラリー状とした。この水スラリー状物を2流体スプレーノズルを備えたスプレードライヤーに供給した。このとき、スプレードライヤーの熱風温度を180℃とし、2流体ノズルのスプレー圧を0.8MPaとした。このようにして、板状ヒドロキシアパタイトを含む加圧崩壊性球状粉末を得た。得られた加圧崩壊性球状粉末粒径のメジアン値は20

μmであった。

【0044】

製造実施例 5

デンプン末 0.5 g、キサンタンガム 0.8 g をビーカーに秤量し、1.8 L の水を加え、ホモキサーにて約 30 分間分散した。これに平均粒径が 25 μm、比表面積が 40 m²/g の板状ヒドロシキアパタイト 8.7 g を加え、ビーズミルで更に約 30 分間分散して水スラリー状とした。この水スラリー状物を 2 流体スプレーノズルを備えたスプレードライヤーに供給した。このとき、スプレードライヤーの熱風温度を 220 °C とし、2 流体ノズルのスプレー圧を 0.5 MPa とした。このようにして、板状ヒドロシキアパタイトを含む加圧崩壊性球状粉末を得た。得られた加圧崩壊性球状粉末粒径のメジアン値は 30 μm であった。

10

【0045】

実施例 1～2 および比較例 1～4

[シェイクウェル型 W/O 型日焼け止め化粧料]

下記表 3 の組成の油中水型乳化化粧料を下記製法によって調製した。得られた油中水型乳化化粧料について、下記評価方法により透明性、紫外線防止効果、使用性について評価した。透明性の結果を図 1 に、その他評価結果を表 4 に示す。

【表 3】

成分		実施例		比較例			
		1	2	1	2	3	4
(1)	PEG-9 ^ホ リジ ^ホ メチルシロキエチルジ ^ホ メチコン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
(2)	セスキステアリン酸アルビタン	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
(3)	ジカプリン酸セパ ^ホ ンチルグリコール	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
(4)	ジメチコン 6CS	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
(5)	(ジ ^ホ メチコン/ヒ ^ホ コルジ ^ホ メチコン)クロス ^ホ リマー	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
(6)	酸化防止剤	適量	適量	適量	適量	適量	適量
(7)	デカメチルシクロペンタシロキサン	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(8)	製造実施例 1 記載 分散体	55.0					
(9)	製造実施例 2 記載 分散体		55.0				
(11)	製造比較例 1 記載 分散体			55.0			
(12)	製造比較例 2 記載 分散体				55.0		
(13)	製造比較例 3 記載 分散体					55.0	
(14)	製造比較例 4 記載 分散体						55.0
(15)	精製水	残量	残量	残量	残量	残量	残量
(16)	塩化 Na	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
(17)	防腐剤	適量	適量	適量	適量	適量	適量

20

30

40

【0046】

<製法>

全体が秤量できる容器に成分 (1)～(14) を室温にて、均一に混合した。次いで、別の容器に、成分 (15)～(17) を室温にて、均一に混合分散した。(1)～(14) に (15)～(17) を加え乳化し、シェイクウェル型 W/O 型日焼け止め化粧料を得た。

【0047】

50

＜評価方法：透明性の評価＞

実施例 1～2 および比較例 1～4 で得られたシェイクウェル型 W／O 型日焼け止め化粧料を石英板（70×70 mm）に 6 μm の厚みで塗布し、乾燥後の可視光での透過率（400～700 nm）を分光光度計（U-3010；日立製作所）にて測定した。結果を図 1 に示す。

【0048】

＜評価方法：紫外線防止効果の評価＞

実施例 1～2 および比較例 1～4 で得られたシェイクウェル型 W／O 型日焼け止め化粧料をトランスポアテープ（住友 3M 社製）に 2 mg／cm² になるよう均一に塗布し、S P F Analyzer UV-1000S(Labsphere 社製)にて in-vitro SPF 値の測定を行った。結果を表 4 に示す。

10

【0049】

＜評価方法：使用性の評価＞

パネラー 5 名が粉体の平滑感、きしみ、ざらつきなどの粉体の感触について以下に示す 1～5 の＜5 段階絶対評価＞に基づいて評価を行い、その平均点を算出した。得られた平均点を元に下記＜4 段階評価＞にてランク付けした。結果を表 4 に示す。

【0050】

＜5 段階絶対評価＞

1. 平滑感などの感触が悪い
2. 平滑感などの感触がやや悪い
3. 普通
4. 平滑感などの感触がややよい
5. 平滑感などの感触がよい

20

【0051】

＜4 段階評価＞

（評点）

- ◎： 4 点以上、
○： 3 点以上 4 点未満、
△： 2 点以上 3 点未満、
×： 2 点未満

30

【0052】

紫外線防止効果、使用性試験結果

【表 4】

	実施例		比較例			
	1	2	1	2	3	4
In-vitro SPF値	54.25	51.37	22.78	16.40	18.61	25.34
使用性	○	○	○	△	△	○

40

【0053】

図 1 および表 4 から明らかなように実施例 1～2 の日焼け止め化粧料は透明性が高く、また比較例 1～4 の化粧料に比べ、紫外線防止効果に優れ、更に使用性にも優れたものであった。

【0054】

実施例 3～5 および比較例 5～8

[シェイクウェル型 W／O 型日焼け止め化粧料]

下記表 5 の組成の油中水型乳化化粧料を下記製法によって調製した。得られた油中水型乳化化粧料について、上記評価方法と同様に透明性、紫外線防止効果並びに使用性の評価

50

を行った。透明性の結果を図 2、その他評価結果を表 6 に示す。

【0055】

【表 5】

(重量%)

		実施例			比較例			
		3	4	5	5	6	7	8
(1)	PEG-9ポリシメチルシロキサンメチコン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
(2)	セスキイソステアリン酸ソルビタン	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
(3)	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
(4)	ジメチコン6CS	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
(5)	(ジメチコン/ビニルジメチコン)クロスポリマー	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
(6)	酸化防止剤	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
(7)	デカメチルシクロペンタンロキサン	1.5	1.5	1.5	2.5	1.5	1.5	1.5
(8)	製造比較例 1 の分散体	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0
(9)	板状ヒドロキシアパタイト 15 μ m	1.0						
(10)	板状ヒドロキシアパタイト 20 μ m		1.0					
(11)	製造実施例 3 の加圧崩壊性球状粉末			1.0				
(12)	不定形ヒドロキシアパタイト					1.0		
(13)	球状ヒドロキシアパタイト 20 μ m						1.0	
(14)	タルク							1.0
(15)	精製水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
(16)	塩化Na	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
(17)	防腐剤	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量

【0056】

<製法>

全体が秤量できる容器に成分(1)～(14)を室温にて、均一に混合した。次いで、別の容器に、成分(15)～(17)を室温にて、均一に混合分散した。(1)～(14)に(15)～(17)を加え乳化し、シェイクウェル型W/O型日焼け止め化粧料を得た。

【0057】

紫外線防止効果、使用性試験結果

【表 6】

	実施例			比較例			
	3	4	5	5	6	7	8
In-vitro SPF値	45.11	44.30	52.90	20.66	19.91	19.91	26.98
使用性	○	○	◎	○	×	△	○

【0058】

図 2、および表 6 から明らかなように実施例 3～5 の化粧料は、透明性については比較例 5～8 の化粧料とほぼ同等であったが、これら比較例に比べて紫外線防止効果に優れ、更に使用性も優れたものであった。

【0059】

実施例 6～7

[W/O 乳化型ファンデーション]

【表 7】

	配合量 (重量%)	
	実施例 6	実施例 7
(1) スクワラン	4.0	4.0
(2) メトキシケイヒ酸オクチル	2.0	2.0
(3) シクロペンタシロキサン	12.8	12.8
(4) PEG-9 ポリジメチルシロキセチルジメチコン	4.0	4.0
(5) 製造比較例 1 の分散体	30.0	30.0
(6) 防腐剤	適量	適量
(7) 抗酸化剤	適量	適量
(8) 精製水	残余	残余
(9) 1, 3-ブチレングリコール	5.0	5.0
(10) 酸化チタン	5.0	5.0
(11) セリサイト	5.0	5.0
(12) 板状ヒドロキシシアパタイト 15 μ m	1.0	—
(13) 製造実施例 4 の加圧崩壊性球状粉末	—	1.0
(14) 色材	適量	適量

10

20

【0060】

<製法>

油相部 (1)～(7) に予めヘンシェルミキサーにて攪拌混合した粉体部 (10)～(14) を加え、攪拌機にて均一に分散した。別の容器に (8)～(9) を混合した。(1)～(7) 及び (10)～(14) に (8)～(9) を加え乳化後、室温まで冷却し、目的の W/O 乳化型ファンデーションを得た。

30

【0061】

<結果>

得られた実施例 6 の W/O 乳化型ファンデーションの in-vitro SPF 値は、30.5 であり、紫外線のダメージから皮膚を守り、皮膚に塗布した場合、べたつかず、化粧持続性に優れた W/O 乳化型ファンデーションであった。実施例 7 の乳化ファンデーションは、in-vitro SPF 値が 31.2 であり、のびが軽く使用性に優れた W/O 乳化型ファンデーションであった。

【0062】

実施例 8～9

[化粧下地 (W/O サンスクリーンクリーム)]

40

【表 8】

	配合量(重量%)	
	実施例 8	実施例 9
(1) PEG-9ポリメチルシロキセチルメチコン	3.0	3.0
(2) シクロペンタシロキサン	19.8	19.8
(3) ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	5.0	5.0
(4) スクワラン	5.0	5.0
(5) パルミチン酸デキストリン*	1.5	1.5
(6) プロピルパラベン	0.1	0.1
(7) ビタミンE	0.1	0.1
(8) 製造比較例1の分散体	20.0	20.0
(9) 板状ヒドロキシアパタイト**	1.0	—
(10) 製造実施例5の加圧崩壊性球状粉末	—	1.0
(11) 1,3-ブチレングリコール	4.0	4.0
(12) メチルパラベン	0.1	0.1
(13) 塩化ナトリウム	1.0	1.0
(14) 精製水	残余	残余

10

*：レオパールKL2（千葉製粉製）

20

**：板状HAP（太平化学産業製）

【0063】

<製法>

油相部（1）～（7）に（8）～（10）を加え、攪拌機にて均一に分散した。別の容器に加熱溶解した水相部（11）～（14）を（1）～（7）および（8）～（10）に加え乳化後、室温まで冷却し、目的の化粧下地を得た。

【0064】

<結果>

得られた実施例8の化粧下地はin-vitro SPF値が、20.5であり、紫外線のダメージから皮膚を守り、皮膚に塗布した場合、べたつかない、好ましい使用感の化粧下地であった。実施例9の化粧下地は、in-vitro SPF値が21.8であり、実施例8と同等のSPF値でありながら、より感触の軽い仕上がりが得られた。

30

【0065】

実施例10

[W/Oサンスクリーン乳液]

【表 9】

	配合量 (重量%)
(1) PEG-9 ポリジメチルシロキシエチルジメチコン	3. 0
(2) スクワラン	1. 0
(3) (ベヘン酸/エイコサン二酸)グリセリル	0. 3
(4) ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	2. 0
(5) フェニルトリメチコン	4. 0
(6) (ジメチコン/ビニルジメチコン) クロスポリマー	2. 0
(7) 製造実施例 2 の分散体	45. 0
(8) シクロペンタシロキサン	3. 0
(9) 精製水	残余
(10) 1,3-ブチレングリコール	6. 0
(11) 塩化ナトリウム	1. 0
(12) フェノキシエタノール	0. 8

10

【0066】

<製法>

油相部 (1) ~ (6) に (7)、(8) を加え、攪拌機にて均一に分散し加熱した。別の容器に加熱溶解した水相部 (9) ~ (12) を (1) ~ (6) および (7)、(8) に

20

加え乳化後、室温まで冷却し、目的の W/O サンスクリーン乳液を得た。

【0067】

<結果>

得られた W/O サンスクリーン乳液の in-vitro SPF 値は、40. 5 であり、紫外線のダメージから皮膚を守り、皮膚に塗布した場合、べたつかず、のびが軽い化粧下地であった。

【0068】

実施例 11 ~ 12

[O/W サンスクリーンクリーム]

【表 10】

30

	配合量(重量%)	
	実施例 11	実施例 12
(1) 精製水	残余	残余
(2) 1,3-ブチレングリコール	8. 0	8. 0
(3) キサンタンガム	0. 5	0. 5
(4) グリセリン	2. 0	2. 0
(5) シリカ・アルミナ処理酸化チタン	5. 0	5. 0
(6) 製造実施例 3 の加圧崩壊性球状粉末	2. 0	—
(7) 板状ヒドロキシアパタイト**	—	1. 0
(8) ステアリン酸スクロース	2. 0	2. 0
(9) モノステアリン酸ソルビタン	3. 0	3. 0
(10) シクロペンタシロキサン	8. 0	8. 0
(11) スクワラン	5. 0	5. 0
(12) フェノキシエタノール	0. 2	0. 2

40

**：板状 HAP (太平化学産業製)

【0069】

<製法>

(1) ~ (4) を 85℃ に加熱溶解し、ついで (5) ~ (7) を加え、攪拌機にて均一に分散した。別の容器に 85℃ に加熱溶解した (8) ~ (12) を (1) ~ (4) および

50

(5)～(7)に加え乳化後、室温まで冷却し、目的のO/Wサンスクリーンクリームを得た。

【0070】

<結果>

得られた実施例11のO/Wサンスクリーンクリームのin-vitro SPF値は、12.3、実施例12のin-vitro SPF値は11.4であった。実施例11のサンスクリーンクリームは実施例12と比べて紫外線のダメージからより強く皮膚を守り、皮膚に塗布した場合、べたつかず、のびが軽いサンスクリーンクリームであった。

【0071】

実施例13～14

[W/Oサンスクリーンクリーム]

【表11】

	配合量(重量%)	
	実施例13	実施例14
(1) PEG-9ポリジメチルシロキセチルジメチコン	3.0	3.0
(2) シクロペンタシロキサン	20.0	20.0
(3) ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	3.0	3.0
(4) 水添ポリイソブテン	6.0	6.0
(5) 抗酸化剤	適量	適量
(6) 製造実施例2の分散体	25.0	25.0
(7) 製造実施例4の加圧崩壊性球状粉末	—	0.5
(8) 有機変性ベントナイト	1.1	1.1
(9) 精製水	残余	残余
(10) 1,3-プロパンジオール	8.0	8.0
(11) 防腐剤	適量	適量
(12) 塩化ナトリウム	0.5	0.5

【0072】

<製法>

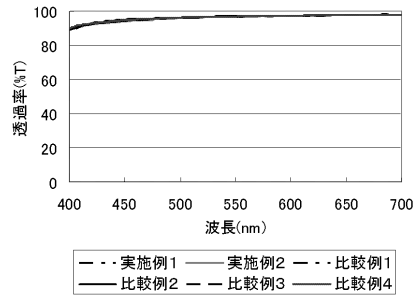
油相部(1)～(8)を加え、攪拌機にて均一に分散した。別の容器に加熱溶解した水相部(9)～(12)を(1)～(8)に加え乳化後、室温まで冷却し、目的のW/Oサンスクリーンクリームを得た。

【0073】

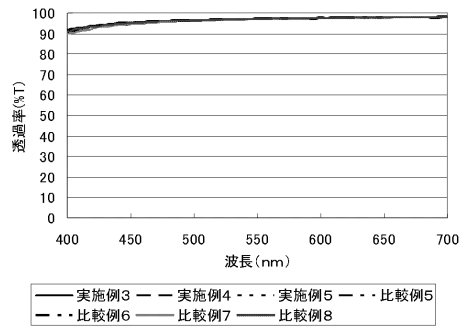
<結果>

得られた実施例13のW/Oサンスクリーンクリームのin-vitro SPF値は、21.8であり、紫外線のダメージから皮膚を守り、皮膚に塗布した場合、べたつかないW/Oサンスクリーンクリームであった。実施例14のW/Oサンスクリーンクリームのin-vitro SPF値は23であり、実施例13とほぼ同じSPF値をもち、より軽やかな感触であった。

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I	テーマコード (参考)
A 6 1 K	8/73	(2006.01)	A 6 1 K 8/73	
A 6 1 K	8/65	(2006.01)	A 6 1 K 8/65	
A 6 1 K	8/81	(2006.01)	A 6 1 K 8/81	
A 6 1 K	8/64	(2006.01)	A 6 1 K 8/64	

(72)発明者 穴澤 成弘
神奈川県横浜市戸塚区上品濃 1 2 番 1 3 号 株式会社ファンケル総合研究所内

(72)発明者 荒関 美奈
神奈川県横浜市戸塚区上品濃 1 2 番 1 3 号 株式会社ファンケル総合研究所内

(72)発明者 桑井 貴行
神奈川県横浜市戸塚区上品濃 1 2 番 1 3 号 株式会社ファンケル総合研究所内

(72)発明者 里中 研哉
大阪府大阪市中央区道修町 1 丁目 7 番 1 1 号 岩瀬コスファ株式会社内

F ターム (参考) 4C083 AB211 AB212 AB241 AB242 AB291 AB292 AB332 AB432 AC022 AC122
AC172 AC342 AC392 AC442 AC482 AD022 AD071 AD091 AD152 AD162
AD172 AD211 AD241 AD242 AD261 AD271 AD281 AD301 AD321 AD331
AD351 AD352 AD421 AD431 AD451 AD662 BB25 BB26 BB46 CC03
CC05 CC19 DD01 DD23 DD27 DD31 DD32 EE06 EE07 EE17
FF01 FF05