

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4056255号  
(P4056255)

(45) 発行日 平成20年3月5日(2008.3.5)

(24) 登録日 平成19年12月21日(2007.12.21)

(51) Int.Cl.

F 1

A 6 1 K	8/29	(2006.01)	A 6 1 K	8/29
A 6 1 Q	1/12	(2006.01)	A 6 1 Q	1/12
C 0 9 C	1/42	(2006.01)	C 0 9 C	1/42
C 0 9 C	3/06	(2006.01)	C 0 9 C	3/06

請求項の数 4 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2002-5513 (P2002-5513)
(22) 出願日	平成14年1月15日 (2002.1.15)
(65) 公開番号	特開2003-212722 (P2003-212722A)
(43) 公開日	平成15年7月30日 (2003.7.30)
審査請求日	平成16年7月29日 (2004.7.29)

前置審査

(73) 特許権者	000190024 触媒化成工業株式会社 神奈川県川崎市幸区堀川町580番地
(73) 特許権者	000113470 ポーラ化成工業株式会社 静岡県静岡市駿河区弥生町6番48号
(74) 代理人	100080816 弁理士 加藤 朝道
(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	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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】新規化粧料用粉体及びこれを配合した化粧料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

パール光沢を有し、かつ酸化チタンのコート量が40～48%であるチタンマイカ表面をアルミナ、シリカで順次被覆してなり、酸化チタン量とアルミナ量の比が1:1～1.5:1であることを特徴とし、20～70度の任意の入射角に対する反射光の強度が反射角にして少なくとも10度の範囲内で、反射角によらず一定であることを特徴とする化粧料用粉体。

【請求項 2】

アルミナ及びシリカのコート量が、粉体全体に対して、10～30重量%であることを特徴とする、請求項1に記載の化粧料用粉体。

10

【請求項 3】

請求項1記載の化粧料用粉体が、シルバー色のパール光沢を有することを特徴とする請求項1又は2記載の化粧料用粉体。

【請求項 4】

請求項1～3何れか1項に記載の化粧料用粉体を含有する、化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、化粧料用の粉体及びそれを含有する化粧料に関する。

【0002】

20

### 【従来の技術】

メーカーアップ化粧料において、化粧効果と仕上がりの自然さの釣り合いを取ることは美しさを創出する上で重要な課題となっている。即ち、カバー力を追求したメーカーアップ化粧料においては、べったりした白さ、厚ぼったさが不自然な、能面のような印象を作るし、パール剤などによる過度の艶の付与は、不自然ななりとなり、仕上がりに人工的なイメージが強く残ることを避けられない。この内、カバー力と自然さの課題については、チタンセリサイトに多層にシリカをコートした粉体及びWO<sub>9</sub>9 / 49834で提案した鱗片状基材に屈折率の高いものから低いものへと順次積層被覆した粉体により、カバー力がありながら自然に見えるマークを具現化することに成功したが、艶の付与においてはこの様なバランスングは未解決と言わざるを得ない状況にあった。

10

### 【0003】

従来、メーカーアップ化粧料に於ける艶の付与は、チタンマイカの干渉パール様光沢によるものが多く、かかるチタンマイカのパール様光沢の不自然さを緩和するためには、チタンマイカに対して等量乃至は2倍量のシリカなどの半透明粉体を含有させることが必要であった。この様なシリカ類の大量の配合は、処方の自由度を大きく損なうばかりか、化粧動作時の感触低下にもつながり、処方設計上は好ましいものとは言い難かった。又、その効果も充分とは言えず、あえてこの様な危険を冒して処方組みすることもありやられていなかったのが現状であった。

### 【0004】

一方、この様な艶の自然さを持たせる技術にアルミナを用いることは全くなされていなかったし、チタンマイカの表面をアルミナ及びシリカでコートした化粧料用の粉体も全く知られていなかった。従って、化粧料において、チタンマイカの表面をアルミナ及びシリカで順次コートしたものが、自然な艶を付与するのに有用であることも全く知られていなかった。

20

### 【0005】

#### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、この様な状況下為されたものであり、仕上がりの自然さを失わない艶を付与する化粧料用の粉体及び艶を付与する化粧料を提供することを課題とする。

### 【0006】

#### 【課題の解決手段】

30

本発明者らは、この様な状況に鑑みて、仕上がりの自然さを失わない艶を付与する化粧料用の粉体及び艶を付与する化粧料を求めて、鋭意研究を重ねた結果、チタンマイカの表面をアルミナ及びシリカで順次コートしてなる、化粧料用の粉体が艶を付与しつつも自然さを失わない特性を有しており、このものを含有する化粧料に仕上がりの自然さを失わない艶を付与する作用を有することを見出し、発明を完成させるに至った。即ち、本発明は、以下に示す技術に関するものである。(1) 酸化チタンのコート量が40～48%であるチタンマイカの表面をアルミナ及びシリカで順次コートしてなる化粧料用の粉体で、チタンマイカのチタン量とアルミナコート量の比が、1:1～15:1であることを特徴とする。更に20～70度の任意の入射角に対する反射光の強度が反射角にして少なくとも10度の範囲内で、反射角によらず一定であることを特徴とする化粧料用粉体。(2)アルミナ及びシリカのコート量が、粉体全体に対して、10～30重量%であることを特徴とする、(1)に記載の化粧料用の粉体。(3)(1)記載の化粧料用粉体が、シルバー色のパール光沢を有することを特徴とする(1)又は(2)記載の化粧料用粉体。(4)(1)～(3)何れか1項に記載の化粧料用の粉体を含有する、化粧料。以下、本発明について更に詳細に説明を加える。

40

### 【0007】

#### (1) 本発明の化粧料用の粉体

本発明の化粧料用の粉体は、チタンマイカの表面をアルミナ及びシリカで順次コートしてなることを特徴とする。この様な粉体は、チタンマイカ上に塩化アルミニウムなどを中和し水酸化アルミニウムを析出させ、しかる後、珪酸ナトリウムなどを中和しシリカゲル

50

などを析出させ、チタンマイカ上に水酸化アルミニウムとシリカのコート層を作成し、これを焼成することにより製造することができる。又、アルミナ、シリカゲルをメカノケミカルにコーティングし、焼成して結合固定して製造することもできる。かかるアルミナ・シリカコートチタンマイカに於ける、アルミナのコート量はチタンマイカの酸化チタンに対して、 $TiO_2 : Al_2O_3$  の重量比として 1 : 1 ~ 15 : 1 であり、アルミナ或いはシリカのコートの形態としてはこれらの比が等量程度、具体的な数値としてはコートに於ける重量比として、1 : 2 ~ 2 : 1 が好ましく、2 : 3 ~ 3 : 2 が更に好ましい。又、アルミナ・シリカのコート量は粉体全量に対して 10 ~ 30 重量% が好ましく、更に好ましくは 15 ~ 25 重量% である。又、かかる粉体の粒子径は 1 ~ 100  $\mu m$  が好ましく、更に好ましくは 5 ~ 50  $\mu m$  である。本発明の化粧料用の粉体はそのまま化粧料に含有させることもできるし、ハイドロジェンメチルポリシロキサン処理、ジメチルポリシロキサン処理、シランカップリング処理、脂肪酸金属石けん処理、アシル化アミノ酸塩処理などの表面処理を施した後、化粧料に含有させることもできる。この様な表面処理された粉体も本発明の化粧料用の粉体の技術範囲に属する。本発明の化粧料用の粉体は艶を有しつつもてかり感を感じさせない。この様な特徴は光学的物性として、低角度での光に対して角度依存性の低い反射特性域を有することで表現される。かかる反射角に依存しない反射強度の安定域は、反射角にして 10 度以上存在する。この様に反射光の強度が反射角に依存しない部分が広く存在することにより、人工的なパール感を感じることを抑制できる。本発明の化粧料用の粉体を化粧料に含有させる場合、好ましい含有量は、1 ~ 40 重量% であり、更に好ましくは 5 ~ 25 重量% である。これは、少なすぎると艶付与効果を発揮しない場合があり、多すぎると不自然さが出現する場合があるからである。

#### 【0008】

##### (2) 本発明の化粧料

本発明の化粧料は、上記本発明の粉体を含有することを特徴とする。本発明の化粧料は、上記本発明の化粧料用の粉体の効果により、艶を付与する作用に優れつつも、前記付与された艶により不自然な装いの印象を形成しない。この為、顔色の優れない人などが使用すると、輝くような明るい装いのメークとすることが出来、以て他人に対する印象形成を著しく向上することができる。本発明の化粧料としては、粉体を含有するものであれば特段の限定無く適用することができるが、メークアップ化粧料、取り分け、アンダーメークアップ化粧料、ファンデーション、フェースパウダー、プレストパウダーなどのベースメークアップ化粧料に適用されることが特に好ましい。本発明の化粧料は、上記本発明の化粧料用の粉体以外に、通常化粧料で使用される任意成分を含有することができる。この様な任意成分としては、例えば、ワセリンやマイクロクリスタリンワックス等のような炭化水素類、ホホバ油やセチルイソオクタネート等のエステル類、オリーブ油等のトリグリセライド類、オクタデシルアルコールやオレイルアルコール等の高級アルコール類、グリセリンや 1,3-ブタンジオール、1,2-ペンタンジオール、イソブレンジオール、ジブロピレンジオール等の多価アルコール類、非イオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、両性界面活性剤、エタノール、カーボポール等の増粘剤、防腐剤、紫外線吸収剤、抗酸化剤類等が例示できる。これらの内、特に好ましい成分としては、隠蔽力があり、且つ、比較的厚ぼったさの少ない微粒子二酸化チタンである。更に好ましい形態としては、ステアリン酸アルミニウムなどの脂肪酸金属石けん 1 ~ 10 重量% で表面を処理された微粒子二酸化チタンである。このものの含有量は、10 ~ 40 重量% が好ましい。本発明の化粧料は、これら必須の成分と任意の成分とを常法に従って処理することにより製造することができる。かくして得られた本発明の化粧料は自然な艶を付与する作用に優れる。

#### 【0009】

##### 【実施例】

以下に、実施例を挙げて、本発明について更に詳細に説明を加えるが、本発明がこれら実施例にのみ限定されることは言うまでもない。

#### 【0010】

10

20

30

40

50

## &lt; 実施例 1 &gt;

チタンマイカ（シルバー系、酸化チタン40%、平均粒径20μm）90gを500mLの水に分散させ、これを酸化アルミニウムとして10%濃度の塩化アルミニウム水溶液100g及び尿素70gを水280mLに溶かした水溶液の混合物に加え、良く混合した。これを90度で5時間加熱し、その後室温まで冷却した。これをろ過水洗し、110度で乾燥後更に600度で5時間加熱し、チタンマイカに酸化アルミニウムをコートしたものをえた。これを90g計量し、エタノールと水の混合溶剤（7:3の比率）1Lに加えよく分散させた。これにシリカとして4重量%の正ケイ酸エチルを含むエタノール溶液250gを加えて、50度に加熱し10時間保持した。これを冷却後ろ過し、エタノールで洗浄後、更に純水で十分洗浄し110度で乾燥し、本発明の化粧料用粉体1を得た。このものは蛍光X線分析によれば、チタンマイカ上にシリカ10重量%とアルミナ9重量%がコートした粉体であることが明らかになった。このものでタブレットを作成し、入射角20度と40度でゴニオメーターを用い反射光の強度分布を調べた。これを図1、2に示す。これより本発明の化粧料用の粉体においては、20度でも、40度でも反射角に依存しない反射強度の安定域は、反射角にして10度以上存在することがわかる。更に、このものの表面の電子顕微鏡写真を図3に示す。これより、チタンマイカの表面上にシリカ、アルミナが一様にコートされていることが判る。又、このものを上腕内側上にパフで塗布し、艶の変化を調べた。艶の変化は、艶の強さをスコア5:非常に艶を感じる、スコア4:艶を感じる、スコア3:艶が増した、スコア2:艶は塗布前と変わらない、スコア1:塗布前より艶が少なくなったの基準に従って、艶の自然さをスコア5:極めて自然な艶、スコア4:自然な艶、スコア3:やや不自然な艶、スコア2:不自然な艶、スコア1:人工的な艶（てかり）の基準で評価した。同時に、チタンマイカのみ（対照例1）、シリカとアルミナの等量混合物（対照例2）、チタンマイカ80重量部、アルミナ（不定形、粒子径0.3μm）10重量部、シリカ（不定形、粒子径0.3μm）10重量部の混合物（比較例1）も同様に評価した。結果を表1に示す。これより、本発明の粉体は、自然な艶を付与する作用に優れることが判る。

## 【0011】

## 【表1】

	実施例1	対照例1	対照例2	比較例1
艶の強さ	4	5	1	3
艶の自然さ	5	1	3	3

## 【0012】

## &lt; 実施例 2 &gt;

チタンマイカ（シルバー系、酸化チタン40%、平均粒径20μm）85gを500mLの水に分散させ、これを酸化アルミニウムとして10%濃度の塩化アルミニウム水溶液150g及び尿素105gを水420mLに溶かした水溶液の混合物に加え、良く混合した。これを90度で5時間加熱し、その後室温まで冷却した。これをろ過水洗し、110度で乾燥後更に600度で5時間加熱し、チタンマイカに酸化アルミニウムをコートしたものをえた。これを93g計量し、エタノールと水の混合溶剤（7:3の比率）1Lに加えよく分散させた。これにシリカとして4重量%の正ケイ酸エチルを含むエタノール溶液175gを加えて、50度に加熱し10時間保持した。これを冷却後ろ過し、エタノールで洗浄後、更に純水で十分洗浄し110度で乾燥し、本発明の化粧料用粉体2を得た。蛍光X線分析の結果、この粉体はチタンマイカ79重量部に14重量部のアルミナと7重量部のシリカがコートした形態であることが判った。

## 【0013】

## &lt; 実施例 3 &gt;

チタンマイカ（レッド系、酸化チタン48%、平均粒径18μm）96.5gを500mLの水に分散させ、これを酸化アルミニウムとして10%濃度の塩化アルミニウム水溶液35g及び尿素24.5gを水98mLに溶かした水溶液の混合物に加え、良く混合した

。これを90で5時間加熱し、その後室温まで冷却した。これをろ過水洗し、110で乾燥後更に600で5時間加熱し、チタンマイカに酸化アルミニウムをコートしたものをえた。これを85g計量し、エタノールと水の混合溶剤(7:3の比率)1Lに加えよく分散させた。これにシリカとして4重量%の正ケイ酸エチルを含むエタノール溶液375gを加えて、50に加熱し10時間保持した。これを冷却後ろ過し、エタノールで洗浄後、更に純水で十分洗浄し110で乾燥し、本発明の化粧料用粉体3を得た。蛍光X線分析の結果、この粉体はチタンマイカ82重量部に3重量部のアルミナと15重量部のシリカがコートした形態であることが判った。ここで使用したチタンマイカ(レッド系、酸化チタン48%、平均粒径20μm)を比較例2として評価した。

## 【0014】

10

## &lt;比較例3&gt;

チタンマイカ(シルバー系、酸化チタン40%、平均粒径20μm)85gを500mLの水に分散させ、これを酸化アルミニウムとして10%濃度の塩化アルミニウム水溶液150g及び尿素105gを水420mLに溶かした水溶液の混合物に加え、良く混合した。これを90で5時間加熱し、その後室温まで冷却した。これをろ過水洗し、110で乾燥後更に600で5時間加熱し、チタンマイカに酸化アルミニウムをコートした比較例3の粉体を得た。

## 【0015】

20

## &lt;比較例4&gt;

チタンマイカ(シルバー系、酸化チタン40%、平均粒径20μm)を85g計量し、エタノールと水の混合溶剤(7:3の比率)1Lに加えよく分散させた。これにシリカとして4重量%の正ケイ酸エチルを含むエタノール溶液375gを加えて、50に加熱し10時間保持した。これを冷却後ろ過し、エタノールで洗浄後、更に純水で十分洗浄し110で乾燥し、比較例4の粉体を得た。

## 【0016】

30

## &lt;実施例4&gt;

チタンマイカ(ブルー系、酸化チタン42%、平均粒径25μm)80.7gを500mLの水に分散させ、これを酸化アルミニウムとして10%濃度の塩化アルミニウム水溶液193g及び尿素135.1gを水540mLに溶かした水溶液の混合物に加え、良く混合した。これを90で5時間加熱し、その後室温まで冷却した。これをろ過水洗し、110で乾燥後更に600で5時間加熱し、チタンマイカに酸化アルミニウムをコートしたものを得た。これを88g計量し、エタノールと水の混合溶剤(7:3の比率)1Lに加えよく分散させた。これにシリカとして4重量%の正ケイ酸エチルを含むエタノール溶液300gを加えて、50に加熱し10時間保持した。これを冷却後ろ過し、エタノールで洗浄後、更に純水で十分洗浄し110で乾燥し、本発明の化粧料用粉体3を得た。蛍光X線分析の結果、この粉体はチタンマイカ71重量部に17重量部のアルミナと12重量部のシリカがコートした形態であることが判った。

## 【0017】

40

## &lt;実施例5&gt;

実施例1~3の粉体、比較例2、3の粉体を実施例1と同様に艶の変化を指標に評価した。結果を表2に示す。これより、本発明の化粧料用の粉体は優れた艶特性を有すること、及び、酸化チタンとアルミナのコートに於ける重量比として、1:1~15:1が好ましく、アルミナ及びシリカのコート量は、粉体全体に対して、10~30重量%が好ましいことがわかる。

## 【0018】

## 【表2】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例2	比較例3	比較例4
艶の強度	4	3	4	4	5	2	3
艶の自然さ	5	5	4	4	1	3	2

50

## 【0019】

## &lt;比較例5&gt;

実施例4で使用したチタンマイカ（ブルー系、酸化チタン42%、平均粒径25μm）は実施例5の評価で、艶強度5、艶の自然さが1であった。

## 【0020】

## &lt;実施例6&gt;

チタンマイカ（シルバー系、酸化チタン40%、平均粒径20μm）96.5gを500mLの水に分散させ、これを酸化アルミニウムとして10%濃度の塩化アルミニウム水溶液35g及び尿素24.5gを水98mLに溶かした水溶液の混合物に加え、良く混合した。これを90で5時間加熱し、その後室温まで冷却した。これをろ過水洗し、110

で乾燥後更に600で5時間加熱し、チタンマイカに酸化アルミニウムをコートしたものをえた。これを90g計量し、エタノールと水の混合溶剤（7:3の比率）1Lに加えよく分散させた。これにシリカとして4重量%の正ケイ酸エチルを含むエタノール溶液250gを加えて、50に加熱し10時間保持した。これを冷却後ろ過し、エタノールで洗浄後、更に純水で十分洗浄し110で乾燥し、本発明の化粧料用粉体5を得た。蛍光X線分析の結果、この粉体はチタンマイカ87重量部に3重量部のアルミナと10重量部のシリカがコートした形態であることが判った。このものは実施例5の評価で、艶強度が5、艶の自然さが3であった。

## 【0021】

## &lt;比較例6&gt;

チタンマイカ（シルバー系、酸化チタン40%、平均粒径20μm）96.5gを500mLの水に分散させ、これを酸化アルミニウムとして10%濃度の塩化アルミニウム水溶液35g及び尿素24.5gを水98mLに溶かした水溶液の混合物に加え、良く混合した。これを90で5時間加熱し、その後室温まで冷却した。これをろ過水洗し、110

で乾燥後更に600で5時間加熱し、チタンマイカに酸化アルミニウムをコートしたものをえた。これを90g計量し、エタノールと水の混合溶剤（7:3の比率）1Lに加えよく分散させた。これにシリカとして4重量%の正ケイ酸エチルを含むエタノール溶液125gを加えて、50に加熱し10時間保持した。これを冷却後ろ過し、エタノールで洗浄後、更に純水で十分洗浄し110で乾燥し、本発明の化粧料例6の粉体を得た。蛍光X線分析の結果、この粉体はチタンマイカ91.7重量部に3.3重量部のアルミナと5重量部のシリカがコートした形態であることが判った。このものは実施例5の評価で、艶強度が5、艶の自然さが2であった。

## 【0022】

## &lt;実施例7&gt;

実施例1の本発明の化粧料用の粉体1を97重量部はかり、これに20重量部のジクロロメタンに溶解した、3重量部のハイドロジエンメチルポリシロキサンをヘンシェル中で攪拌しながら噴霧し、コートした。2時間室温で送風乾燥し、200で10時間焼き付け、本発明の化粧料用の粉体6を得た。このものは本発明の化粧料用の粉体1と同程度の光学特性を有していた。

## 【0023】

## &lt;実施例8&gt;

チタンマイカ80重量部、シリカ10重量部、アルミナ10重量部に100重量部の水を加え、遊星ボールミルで10時間攪拌し、600で焼成し、本発明の化粧料用の粉体7を得た。このものは本発明の化粧料用の粉体1には劣るものの、同様の効果を有していた。

## 【0024】

## &lt;実施例9&gt;

下記に示す处方に従って、本発明の化粧料を作成した。即ち、イの成分をヘンシェルミキサーで混合した後、0.9mm丸穴スクリーンを装着したパルベライザーで粉碎し、ヘンシェルミキサーで混合しながらロの成分をコートして0.1mmヘリングボーンスクリ

10

20

30

40

50

ーンを装着したパルベラーザーで粉碎し、金皿に充填し、加圧成形してファンデーションを得た。ファンデーションについて、その仕上がりの艶を専門パネラーを用いて、次に示す基準で官能評価した。即ち、基準とは、艶の強さについては、スコア5：非常に艶を感じる、スコア4：艶を感じる、スコア3：艶は普通、スコア2：艶がやや足りない、スコア1：艶が足りないの基準であり、艶の自然さについては、スコア5：極めて自然な艶、スコア4：自然な艶、スコア3：やや不自然な艶、スコア2：不自然な艶、スコア1：人工的な艶（てかり）の基準であった。結果を表3に示す。本発明の化粧料は何れも艶特性に優れており、これは本発明の化粧料用の粉体の特性によるものであることが判る。

イ

本発明の化粧料用の粉体*	3 0	重量部	10
二酸化チタン	2 0	重量部	
酸化鉄	1 0	重量部	
セリサイト	2 0	重量部	
ロ			
ジメチコン（100 mPa s c a l / s e c）	1 0	重量部	
スクワラン	9	重量部	
ジメチルアミノ安息香酸-2-エチルヘキシリ	1	重量部	

\*表3に詳細を記す。

【0025】

【表3】

20

実施例	粉体	艶強度	艶の自然さ
実施例9	化粧料用の粉体1	4	4
実施例10	化粧料用の粉体2	3～4	4
実施例11	化粧料用の粉体3	4	3
実施例12	化粧料用の粉体4	4	4～5
実施例13	化粧料用の粉体5	4～5	3～4
実施例14	化粧料用の粉体6	4	4
実施例15	化粧料用の粉体7	3～4	4

【0026】

【発明の効果】

本発明によれば、仕上がりの自然さを失わない艶を付与する化粧料用の粉体及び艶を付与する化粧料を提供することができる。

30

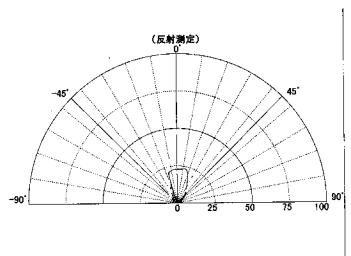
【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例1のゴニオメーターの測定結果を示す図である。

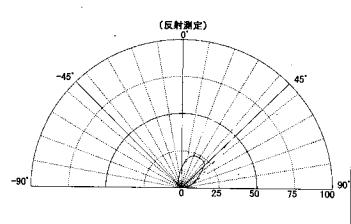
【図2】 実施例1のゴニオメーターの測定結果を示す図である。

【図3】 実施例1の粉体の顕微鏡写真である。（図面代用写真）

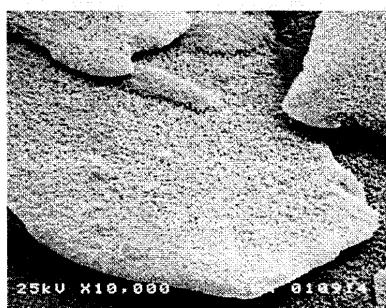
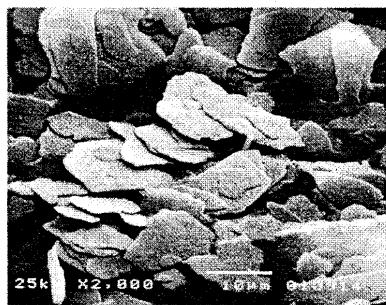
【図1】



【図2】



【図3】



---

フロントページの続き

(72)発明者 西村 博睦

神奈川県横浜市神奈川区高島台27番地1 ポーラ化成工業株式会社 横浜研究所内

(72)発明者 池内 将巳

神奈川県横浜市神奈川区高島台27番地1 ポーラ化成工業株式会社 横浜研究所内

審査官 大宅 郁治

(56)参考文献 国際公開第99/049834 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A61K 8/00-99

C09C 1/42, 3/06