

(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2010-143844

(P2010-143844A)

(43) 公開日 平成22年7月1日(2010.7.1)

(51) Int. Cl. F 1 テーマコード (参考)  
 A 6 1 K 8/891 (2006.01) A 6 1 K 8/891 4 C 0 8 3  
 A 6 1 Q 1/12 (2006.01) A 6 1 Q 1/12

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 28 頁)

(21) 出願番号 特願2008-321783 (P2008-321783)  
 (22) 出願日 平成20年12月18日 (2008.12.18)

(71) 出願人 000001959  
 株式会社資生堂  
 東京都中央区銀座7丁目5番5号  
 (71) 出願人 000110077  
 東レ・ダウコーニング株式会社  
 東京都千代田区丸の内一丁目1番3号  
 (74) 代理人 100092901  
 弁理士 岩橋 祐司  
 (72) 発明者 那須 昭夫  
 神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号  
 株式会社資生堂リサーチセンター (新横浜) 内

最終頁に続く

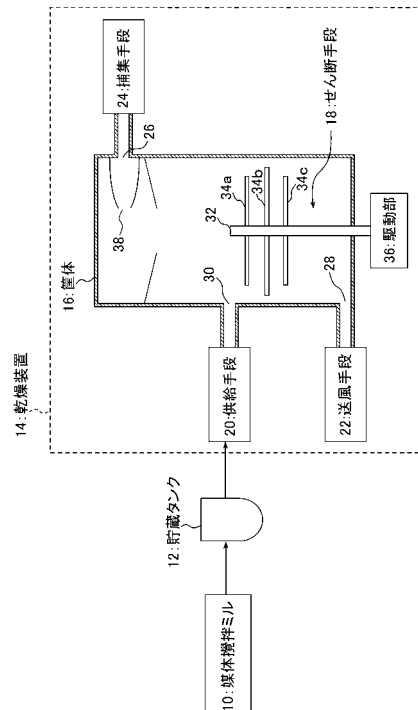
(54) 【発明の名称】 粉末化粧料の製造方法

(57) 【要約】

【課題】本発明の目的は使用感触、特に化粧持ちに優れた粉末化粧料を製造するための製造方法を提供することにある。

【解決手段】粉末成分と結合剤としての不揮発性油性成分と分散剤としてのカルボン酸変性シリコンを揮発性溶媒中で混合してスラリーとするスラリー調製工程と、前記スラリーを乾燥して乾燥粉末を得る乾燥工程とを備え、該乾燥粉末から粉末化粧料を得る粉末化粧料の製造方法であって、前記乾燥工程で用いる乾燥装置14は、前記スラリーを機械的なせん断力により微細液滴化し、該微細液滴に乾燥ガスを送風することで前記スラリーの乾燥を行う乾燥装置であることを特徴とする粉末化粧料の製造方法。

【選択図】 図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

粉末成分と結合剤としての不揮発性油性成分と分散剤としてのカルボン酸変性シリコーンを揮発性溶媒中で混合してスラリーとするスラリー調製工程と、前記スラリーを乾燥して乾燥粉末を得る乾燥工程と、を備え、該乾燥粉末から粉末化粧品を得る粉末化粧品の製造方法であって、前記乾燥工程で用いる乾燥装置は、前記スラリーを機械的なせん断力により微細液滴化し、該微細液滴に乾燥ガスを送風することで前記スラリーの乾燥を行う乾燥装置であることを特徴とする粉末化粧品の製造方法。

**【請求項 2】**

請求項 1 に記載の製造方法において、前記カルボン酸変性シリコーンの添加量が粉末化粧品全量に対して 0.1 ~ 5.0 質量%であることを特徴とする粉末化粧品の製造方法。

10

**【請求項 3】**

請求項 1 または 2 のいずれかに記載の製造方法において、前記乾燥工程にて用いる乾燥装置は、中空状の筐体と、該筐体内に設けられたせん断部材によりスラリーをせん断して微小液滴化するせん断手段と、前記筐体内の前記せん断部材へスラリーを供給する供給手段と、前記筐体内に乾燥ガスを送風し、前記せん断手段により微小液滴とされたスラリーに乾燥ガスを供給、接触させる送風手段と、前記スラリーを乾燥することで生じた乾燥粉末を捕集する捕集手段とを備えた乾燥装置であることを特徴とする粉末化粧品の製造方法。

20

**【請求項 4】**

請求項 1 または 3 のいずれかに記載の製造方法において、前記スラリー調製工程にて、媒体攪拌ミルを用いて、揮発性溶媒中で粉末成分と不揮発性油性成分とを混合し、該粉末成分を解砕および / または粉碎および / または分散してスラリーを得ることを特徴とする粉末化粧品の製造方法。

**【請求項 5】**

請求項 1 から 4 のいずれかに記載の製造方法において、パール顔料以外の粉末成分を前記スラリー調整工程および前記乾燥工程によって乾燥粉末とし、該乾燥粉末とパール顔料とを混合して得た粉末を用いて粉末化粧品を得ることを特徴とする粉末化粧品の製造方法。

30

**【請求項 6】**

請求項 1 から 5 のいずれかに記載の製造方法において、前記乾燥粉末および / または前記乾燥粉末とパール顔料とを混合して得た粉末を容器に充填し、乾式成型により固形化する固形化工程をさらに備えたことを特徴とする粉末化粧品の製造方法。

**【請求項 7】**

粉末成分と不揮発性油性成分とカルボン酸変性シリコーンを含有し、前記カルボン酸変性シリコーンの含有量が粉末化粧品全量中 0.1 ~ 5.0 質量%であることを特徴とする粉末化粧品。

40

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は粉末化粧品の製造方法、特に粉末化粧品の化粧持ちの改善に関する。

**【背景技術】****【0002】**

パウダリーファンデーションなどに代表される粉末化粧品は従来、ヘンシェルミキサー（登録商標）、ナウターミキサー（登録商標）、リボンブレンダー、ニーダー等の攪拌混合機を用いて、粉末成分と結合剤としての不揮発性油性成分等を混合し、該混合物をバルペライザー等の粉碎機にて解砕した後、金属や樹脂製の中皿に充填、あるいはさらに乾式プレス成型することで製造を行っていた。これら従来法は、粉末成分と結合剤としての少

50

量の不揮発性油性成分との混合を溶媒を添加することなく行う乾式混合、および乾燥粉末の状態に加圧成型を行う乾式成型の形態をとっており、乾式製法と呼ばれ古くから採用されてきた。

#### 【0003】

近年、粉末化粧品に対して、使用感などの特性を改善すべく混合や成型に関する様々な方法が開発されている。たとえば、粉末成分と不揮発性油性成分とを揮発性溶媒に添加してスラリー化する湿式混合を行い、次いでスラリーの状態を容器に充填し真空吸引などで溶媒を除去して粉末固形化する（湿式成型）といった粉末化粧品の製造方法が提案されており、湿式製法と呼ばれている。

また、粉末成分と油分とを揮発性溶媒中で混合を行う湿式混合の際に用いられる種々の装置に対する検討も広く行われている。例えば高分子粉体を揮発性溶媒中で媒体攪拌ミルを用いて粉碎した粉碎溶液を得た後、該粉碎溶液と顔料等の粉体をディスパーなどの湿式混合機にて混合しスラリーとし、得られたスラリーから揮発性溶媒を除去して乾燥粉末とし、さらに粉碎機により解砕した後、乾式成型を行い、固形状の粉末化粧料を得る製造方法（特許文献1）や、湿式混合の際に媒体攪拌ミルを用いる。得られたスラリーを容器内に充填後、吸引プレスする湿式成型を行うか、もしくは得られたスラリーから溶媒を除去して乾燥粉末とし、該乾燥粉末をさらに粉碎機により解砕した後、乾式成型を行って得られる粉末固形化粧品の製造方法（特許文献2）等が提案されている。

#### 【0004】

なお、最近の使用者のニーズの多様化、高度化とも相俟って、パフへのとれといった使用性や肌へ塗付した際の使用感触への満足感だけではなく、生産性や作業環境の面において更なる向上を図った末、ピーズミルを用いて湿式系で高分散した後、フラッシュドライヤーにて乾燥微細粒子化を行って得られる粉末化粧品の製造方法（W&D製法）が提案されている（特許文献3）。

【特許文献1】特開平9-30926号公報

【特許文献2】特許3608778号明細書

【特許文献3】特開2007-55990号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

#### 【0005】

しかしながら、上記製造方法によって得られた粉末化粧料は、肌へ塗付した時の使用感触がリキッドのようなしっとり感をもちながら、さらさらと均一であるという良好な質感が得られるが、化粧持ちに関しては十分満足のいくものではなく、秋冬用の粉末化粧料として提供することができても、春夏用の粉末化粧料に応用することができなかった。

本発明は上記課題に鑑みなされたものであり、その目的は使用感触、特に化粧持ちに優れた粉末化粧料を製造するための製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

#### 【0006】

上記目的を達成するため、本発明者らは粉末に吸着する可能性の高い成分（分散剤）に着目し、鋭意検討を行った結果、湿式高分散工程中に撥水撥油性の高い分散剤を添加し乾燥粉末を得ることで、従来法によって製造された製品に比べ、化粧持ちに優れた粉末化粧料が得られることを見出した。

すなわち、本発明の第一の主題は、粉末成分と結合剤としての不揮発性油性成分と分散剤としてのカルボン酸変性シリコンを揮発性溶媒中で混合してスラリーとするスラリー調製工程と、前記スラリーを乾燥して乾燥粉末を得る乾燥工程と、を備え、該乾燥粉末から粉末化粧料を得る粉末化粧品の製造方法であって、前記乾燥工程で用いる乾燥装置は、前記スラリーを機械的なせん断力により微細液滴化し、該微細液滴に乾燥ガスを送風することで前記スラリーの乾燥を行う乾燥装置であることを特徴とする粉末化粧品の製造方法である。

#### 【0007】

上記製造方法において、前記カルボン酸変性シリコーンの添加量が粉末化粧品全量に対して0.1～5.0質量%であることが好適である。

【0008】

上記の製造方法において、前記乾燥工程にて用いる乾燥装置は、中空状の筐体と、該筐体内に設けられたせん断部材によりスラリーをせん断して微小液滴化するせん断手段と、前記筐体内の前記せん断部材へスラリーを供給する供給手段と、前記筐体内に乾燥ガスを送風し、前記せん断手段により微小液滴とされたスラリーに乾燥ガスを供給、接触させる送風手段と、前記スラリーを乾燥することで生じた乾燥粉末を捕集する捕集手段とを備えた乾燥装置であることが好適である。

上記の製造方法において、前記スラリー調整工程にて、媒体攪拌ミルを用いて、揮発性溶媒中で粉末成分と不揮発性油性成分とを混合し、該粉末成分を解砕および/または粉碎および/または分散してスラリーを得ることが好適である。

【0009】

上記の製造方法において、パール顔料以外の粉末成分を前記スラリー調整工程および前記乾燥工程によって乾燥粉末とし、該乾燥粉末とパール顔料とを混合して得た粉末を用いて粉末化粧品を得ることが好適である。

上記の製造方法において、前記乾燥粉末および/または前記乾燥粉末とパール顔料とを混合して得た粉末を容器に充填し、乾式成型により固形化する固形化工程をさらに備えることが好適である。

【0010】

また、本発明の第二の主題は、粉末成分と不揮発性油性成分とカルボン酸変性シリコーンを含むし、前記カルボン酸変性シリコーンの含有量が粉末化粧品全量中0.1～5.0質量%である粉末化粧品である。

【発明の効果】

【0011】

本発明にかかる粉末化粧品の製造方法によれば、スラリー調整工程において分散剤としてのカルボン酸変性シリコーンを添加混合しているため、化粧持ちの良い粉末化粧品を得ることが可能となった。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下に本発明にかかる好適な実施形態について説明する。図1は本発明の実施形態にかかる製造方法で用いる装置構成の一例を示した図である。本実施形態にかかる粉末化粧品の製造方法は、粉末成分と結合剤としての不揮発性油性成分と分散剤としてのカルボン酸変性シリコーンを揮発性溶媒中で混合しスラリーとするスラリー調整工程と、前記スラリーを乾燥して乾燥粉末を得る乾燥工程とを備える。

まず、スラリー調整工程では、図1に示した媒体攪拌ミル10を用いて、揮発性溶媒中で粉末成分と不揮発性油性成分とカルボン酸変性シリコーンを混合し、該粉末成分を解砕/粉碎/分散することでスラリーを得る。得られたスラリーは貯蔵タンク12に一旦貯められ、乾燥装置14へ所定の流量で供給される。

【0013】

本実施形態で使用する乾燥装置14は、スラリーを機械的なせん断力、つまり、せん断手段18に設けられたせん断部材(板状部材34a, 34b, 34c)の回転によるせん断力で微細液滴化し、該微細液滴に乾燥ガスを送風して前記スラリーの乾燥を行う。なお、せん断部材の形状は本発明の目的に合致している限り特に限定されるものではなく、例えば、上記のような板状の他、羽根状、円盤状等、どのような形状でもかまない。

このように本実施形態ではスラリーを微細液滴にした状態で乾燥を行う乾燥装置14を用いて乾燥粉末を製造しているため、乾燥時に粉末成分の凝集がほとんど生じていない乾燥粉末を得ることができる。そのため、肌への塗付時における使用感触に優れた粉末化粧品を提供することが可能となる。また、乾燥後に再度解砕を行う必要がないため生産性・作業環境性にも優れている。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 1 4 】

また、得られた乾燥粉末を容器に充填し、乾式プレス成型により固形化する工程をさらに備えることも好適である。得られる固形の粉末化粧品は使用感触のみならず、パフへのとれ具合といった使用性にも優れたものとなる。

また、図 1 に示したように、スラリー調製工程において、粉末油分と結合剤としての不揮発性油性成分とを揮発性溶媒中で混合するために媒体攪拌ミル 10 を用いることが好適である。媒体攪拌ミルを用いることで、不揮発性油性成分が粉末成分表面にきれいにコートされたスラリーを得ることができ、該スラリーを用いることでより使用感触、使用性がさらに優れた粉末化粧品を得ることができる。

## 【 0 0 1 5 】

さらにパール顔料を含んだ粉末化粧品を製造するにあたっては、まずスラリー調製工程にてパール顔料以外の粉末成分を用いてスラリーを調製し、乾燥工程ではこのスラリーを乾燥してパール顔料未含有の乾燥粉末を得る。そして、パール顔料とパール顔料未含有の乾燥粉末とを混合し、この混合粉末を用いて粉末化粧品を得ることが好適である。このような製造方法を採用することで、パール感にも優れた粉末化粧品を得ることができる。

以上が本発明にかかる粉末化粧品の製造方法の概略であり、以下に各工程について詳しい説明を行う。

## 【 0 0 1 6 】

< スラリー調製工程 >

粉末成分と不揮発性油性成分とを揮発性溶媒中で混合してスラリーとする方法としては次のような方法が挙げられる。

( A ) 粉末と油分をあらかじめヘンシェルミキサー（登録商標）やバルペライザーなどにより乾式混合／解砕したものを、揮発性溶媒中に添加し、ディスペルミキサー、ホモジナイザー、プラネタリーミキサー、および二軸混練機などにより混合／分散する方法。

( B ) 粉末と油分を揮発性溶媒中に添加し、必要があればディスペルミキサーなどで予備混合した後に、媒体攪拌ミルにより、解砕／粉碎／分散処理を行う方法。

( C ) 高分子弾性粉末や微粒子粉末などの凝集性の強い一部特定の粉末成分を揮発性溶媒中に添加し、これを必要があればディスペルミキサーなどで予備混合した後、媒体攪拌ミルを用いて解砕／粉碎／分散させることで分散液を得て、該分散液とそのほかの粉末や油分を添加し、さらに湿式混合機や媒体攪拌ミルを用いて処理を行う方法。

なお、スラリー調製工程において媒体攪拌ミルを使用することが好適である（例えば、上記（ B ）、（ C ））。媒体攪拌ミルとは、粉末成分（および不揮発性油性成分）と溶媒からなる分散液をビーズ等の固体分散媒体（メディア）が充填された容器内に収容し、該容器内の液体を攪拌することでメディアによる衝撃力、摩擦力等により粉末成分の解砕／粉碎／分散を行うものである。

## 【 0 0 1 7 】

図 2、3 はそれぞれ、本発明で好適に用いられる媒体攪拌ミルの例を示した概略構成図である。なお、本発明で好適に使用し得る媒体攪拌ミルとしては、以下のものに特に制限されず、本発明の目的を達成し得る限りどのようなものでもよい。

図 2 に示した例の媒体攪拌ミル 110 は、略円筒状の容器 112 と、容器 112 内に挿通された駆動軸 114 と、駆動軸 114 を回転駆動する駆動モータ 116 と、駆動軸 114 に取り付けられた複数枚の攪拌ディスク 118 a ~ f と、を備えている。容器 112 内は、粉末成分の解砕／粉碎／分散を行う分散室 120 と、処理後の分散液を抽出する抽出室 122 とに分かれている。容器 112 の分散室 120 側には、処理対象の分散液を供給する供給口 124 が設けられ、また抽出室 122 側には処理後の分散液を取り出す抽出口 126 が設けられている。分散室 120 と抽出室 122 との間には開口部 128 を設けた隔壁 130 が備えられており、この隔壁 130 に近接して、駆動軸 114 に取り付けられた分離ディスク 132 が隔壁 130 の開口部 128 を覆うように配置されている。隔壁 130 と分離ディスク 132 との間には隙間が設けられており、この隙間を固体分散媒体と処理対象の分散液とを分離する分離スリット 134 として使用する。

10

20

30

40

50

## 【0018】

粉末成分と溶媒とを含む分散液は、容器112内の分散室120へ供給口124から順次供給され、分散室内120の分散液は順次抽出室122の方向へ移動する。このとき、駆動モータ116によって駆動軸114が回転駆動され、攪拌ディスク118a～fが回転している。分散室120内には多数の固体分散媒体136が充填されており、攪拌ディスク118a～fの回転によって分散液とともに固体分散媒体136が攪拌される。分散液中の凝集粉末成分は固体分散媒体136からの衝撃力やズリ応力などによって解砕/粉碎/分散される。

上記の解砕/粉碎/分散処理された分散液は、分散室120と抽出室122との間にある隔壁130と分離ディスク132との間の分離スリット134を通過して抽出室122に流入し、抽出口126から外部に抽出される。分離スリット134は、固体分散媒体136が分散室120内から抽出室122へ流出しない程度の大きさにとられている。そのため、分散液が分離スリット134を通過する際に、分散液(粉末成分+溶媒)と固体分散媒体136との分離が行われ、抽出室には分散液のみが入ることになる。

## 【0019】

図3はアニュラー型の媒体攪拌ミルの概略構成図である。図3の媒体攪拌ミル210は、中心軸Aに関して対称な略W字型の断面を有する容器212と、容器212内に設けられ、中心軸Aを中心として回転可能な略逆U字型のロータ214と、ロータ214を回転駆動する駆動モータ216とを備えている。容器212内面とロータ214外面との間には、環状の空間218が形成されており、この環状空間218は中心軸Aの両側に略V字状の断面を有した形状をとっている。また、容器212には、環状空間218へ処理対象の分散液(粉末成分+溶媒)を送りこむ供給口220と、環状空間218から処理後の分散液を取り出すための抽出口222とが形成されている。環状空間218には固体分散媒体224が充填されており、環状空間218を分散液中の粉末成分の解砕/粉碎/分散を行う分散室として使用する。

## 【0020】

供給口220から供給された分散液は入口スリット226を通過して環状空間218へ送りこまれる。送り込まれた分散液は環状空間218内を移動し、出口スリット228を通過して抽出口222から取り出される。このとき、環状空間218内で中心軸Aを中心としてロータ214を回転させることによって、環状空間218内の分散液および固体分散媒体224を攪拌する。すると、分散液中の凝集粉末成分は固体分散媒体224からの衝撃力やズリ応力などによって解砕/粉碎/分散される。その後、分散液は出口スリット228を通過して、抽出口222から取り出される。

出口スリット228は固体分散媒体224が環状空間218内から流出しない程度の大きさにとられており、分散液(粉末成分+溶媒)と固体分散媒体224と分離する分離手段として機能する。また、ロータ214には固体分散媒体224を入口側へ戻すための戻し孔230が設けられており、固体分散媒体224が出口付近に留まらないようにされている。

## 【0021】

媒体攪拌ミルを用いて揮発性溶媒中で粉末と不揮発性油性成分を解砕/粉碎/分散する理由としては、粉末成分と不揮発性油性成分との混合・分散状態を高めることができ、さらに粉末成分表面に均一に不揮発性油性成分を被覆させることができるため、使用感触のよい粉末化粧料を得ることができるからである。また、凝集性の強い粉末を容易に解砕し、揮発性溶媒中に均一に分散することもできる。

また、媒体攪拌ミルの例としては、上で説明したものの他に、バスケットミルなどのバッチ式ビーズミル、横型・縦型・アニュラー型の連続式のビーズミル、サンドグラインダーミル、ボールミル、マイクロス(登録商標)などが好適なものとして挙げられるが、本発明の目的に合致していれば特に制限無く使用することができる。つまり、凝集状態にある粉末成分を配合した場合、これら粉末成分の凝集を解いて一次粒子に近い状態まで攪拌、分散させ、不揮発性油性成分を粉末表面に均一に付着させ得るものであれば特に制限な

10

20

30

40

50

く使用することができる。

【0022】

媒体攪拌ミルに用いるメディアとしては、ビーズが望ましく、ガラス、アルミナ、ジルコニア、スチール、フリント石などを原材料としたビーズが使用可能であり、特に、ジルコニア製が好ましい。また、ビーズの大きさとしては、通常直径0.5～10mm程度のものが好ましく用いられるが、本発明では直径2mm～5mm前後のものが好ましく用いられる。ビーズ径の大きさが小さすぎると、マイカ、タルクなどの体質顔料の解砕が過度に進行し、使用感触に悪影響を及ぼしたり、成型後の硬度が硬くなるため取れが悪くなったり、ケーキングなどを引きおこしやすくなる。一方、ビーズの大きさが大きすぎると粉末成分の凝集を十分に解くことができず、不揮発性油性成分の均一な被覆が困難となる。

10

【0023】

本発明で用いる揮発性溶媒としては、特に制限は無いが、精製水、環状シリコーン、エタノール、軽質流動イソパラフィン、低級アルコール、エーテル類、LPG、フルオロカーボン、N-メチルピロリドン、フルオロアルコール、揮発性直鎖状シリコーン、次世代フロン等が挙げられる。これらの溶媒を、用いる粉末成分の特性や不揮発性油性成分の特性に応じて、1種または2種以上を混合して、適宜使い分けて用いることができる。

また、このとき用いる揮発性溶媒の量は、使用する揮発性溶媒の極性、比重などにもよるため、規定はできないが、媒体攪拌ミルによる処理が可能となる流動性を確保することが重要である。

また、スラリー調製工程において、粉末成分と不揮発性油性成分の量比（質量比）は、使用する不揮発性油性成分、粉末成分の種類にもよるが、粉末成分/不揮発性油性成分=60/40～99.5/0.5であることが好適である。

20

【0024】

また、分散剤であるカルボン酸変性シリコーンの添加量は、粉末化粧料の原料の質量の和の0.1～5.0質量%の範囲にあることが好ましく、特に0.2～2.0質量%の範囲にあることが好適である。

【0025】

<乾燥工程>

次に図1を参照して、本発明の実施形態にかかる製造方法の乾燥工程において用いられる乾燥装置の一例について説明を行う。なお、本実施形態にかかる製造方法で用いる乾燥装置は図1のものに限定されず、スラリーを機械的に微細液滴化するせん断手段を備えているものであればよい。図1の乾燥装置14は、スラリーの乾燥を行う場となる中空状の筐体16と、前記筐体16内に設けられた回転するせん断部材（板状部材34a, 34b, 34c）によりスラリーを微小液滴化するせん断手段18と、筐体16内のせん断部材（板状部材34a, 34b, 34c）へスラリーを供給する供給手段20と、筐体16内に乾燥ガスを送風し、せん断手段18により微小液滴とされたスラリーに乾燥ガスを供給する送風手段22と、スラリーを乾燥することで生じた乾燥粉末を捕集する捕集手段24とを備えている。

30

【0026】

筐体16は縦型で中空の略円柱形状をしており、その上部に乾燥粉末および乾燥ガスを排出する排出口26、下部に送風手段22からの乾燥ガスを筐体16内に供給する送風口28が設けられている。また、スラリーを筐体16内へ供給する供給口30は、筐体16の上部に位置する排出口26と下部に位置する送風口28との間に位置している。

40

せん断手段18は筐体16底部から垂直方向に設けられた回転軸32と、該回転軸32に直角に設けられたせん断部材（板状部材34a, 34b, 34c）と、回転軸32を回転するための駆動部36と、を備える。駆動部36は筐体16の外に配置され、回転軸32を介してせん断部材（板状部材34a, 34b, 34c）に回転力を伝達する。図1で示したせん断部材は、上下方向に間隔を置いて、回転軸32に直角に設けられた3つの板状部材34a, 34b, 34cによって構成されている。これらのせん断部材はスラリーの供給口30の下方かつ乾燥ガスの送風口28の上方に位置している。モータ等で構成さ

50

れる駆動部 3 6 により回転軸 3 2 を回転させることで、板状部材 3 4 a , 3 4 b , 3 4 c が筐体 1 6 内で回転軸 3 2 を中心に水平方向に回転し、この機械的なせん断力によりスラリーを微小液滴にする。

#### 【 0 0 2 7 】

供給手段 2 0 は貯蔵タンク 1 2 から送られるスラリーを筐体 1 6 内に供給する。筐体 1 6 内に供給されたスラリーは、板状部材 3 4 a , 3 4 b , 3 4 c へ向って落下し、回転する板状部材 3 4 a , 3 4 b , 3 4 c によって微細液滴とされる。また、送風手段 2 2 から送られた乾燥ガスは送風口 2 8 より筐体 1 6 内に送風される。乾燥ガスは筐体 1 6 の水平断面の接線方向に向って供給されており、さらに板状部材 3 4 a , 3 4 b , 3 4 c が回転運動を行っているため、筐体内 1 6 に送風された乾燥ガス流は旋回流となる。この乾燥ガス流に微細液滴状のスラリーが接触することにより、スラリーはさらに微細化され、乾燥し乾燥粉末となる。この乾燥粉末は乾燥ガス流とともに筐体 1 6 内上部へ吹き上げられ、排出口 2 6 から排出される。排出口 2 6 から筐体 1 6 外に排出された乾燥粉末は捕集手段 2 4 によって捕集される。

10

また、筐体 1 6 内の排出口 2 6 の部分に分級手段 3 8 が設けられている。分級手段 3 8 は排出口 2 6 に設けられたオリフィスとして構成されており、大きな粒や塊、未乾燥品などが捕集手段 2 4 へと入ることを防止している。なお、分級手段の構成としてはこれに限られず、その他の構成でもかまわない。

#### 【 0 0 2 8 】

このようにせん断部材（板状部材 3 4 a , 3 4 b , 3 4 c ）によりスラリーに機械的なせん断力を与え、スラリーを微細液滴の状態にして乾燥を行うことで、凝集の少ない乾燥粉末を得ることができる。凝集が少ない乾燥粉末となる理由としては、微細液滴としたことで液滴中に存在する粉末成分の量が少ないため乾燥時の凝集が起こりにくいこと、また乾燥過程で起こる粉末成分の凝集がせん断部材もしくは旋回流によるせん断力により解かれること、等が考えられる。

20

ここではせん断部材として水平方向に回転する板状部材で構成されるものを示したが、この他に垂直方向に回転（回転軸が水平方向）に回転する板状部材で構成されるものも付けてもよい。また、せん断部材の形状としては上記のものに限られず、例えば、羽根状（回転軸に垂直な棒状部材の先端に垂直にカッターを設けたもの等）、円盤状、等が挙げられる。また、せん断部材の個数なども特に限定されない。

30

#### 【 0 0 2 9 】

また、上記の乾燥装置はフラッシュドライヤーと呼ばれるタイプのもので、例えば、A P V N o r d i c A n h y r o 社製のスピンフラッシュドライヤーや、ホソカワミクロン社製のドライマイスターや、月島機械社製のたて型攪拌乾燥機等が挙げられる。なお、本発明で好適に用いられる乾燥装置はこの限りではなく、システム中にせん断機構を有するものであれば良く、縦型 / 横型いずれでも良い。

また、乾燥の際に用いる乾燥ガスの温度は、用いる揮発性溶媒の沸点により変化させることが可能である。また、乾燥ガスの温度が高いほど乾燥効率は高くなるため、熱による乾燥粉末構成成分の変性等の悪影響が及ばない範囲で高温に設定することが望ましい。

また、筐体 1 6 内へ窒素ガス、A r ガスなどの不活性ガスを封入することで対爆性に優れたものになるため、作業環境性も良くなる。また、コンデンサーなどの溶媒回収機構を取り入れることで、溶剤の回収も可能である。

40

#### 【 0 0 3 0 】

##### < 固形化工程 >

本発明の実施形態にかかる粉末化粧料の製造方法において、乾燥粉末を容器に充填し、乾式成型により固形化する固形化工程をさらに備えることが好適である。固形化の方法としては従来公知の乾式プレス成型などを用いればよい。このようにして得られた粉末固形化粧料は湿式製法の利点である優れた使用感触を保ちながら、乾式成型の利点である使用性の良さ（パフへのとれ具合）も兼ね備えている。また、射出充填により容器内にスラリーを充填する工程を含む従来の湿式成型の場合はスラリーの充填性を考慮する必要がある

50

ため、用いる原料に制限があったが、通常の乾式プレス成型を行う限りにおいては、用いる原料の制限も無いことも利点として挙げられる。

また、粉形化粧料を得る際の乾燥粉体の配合量は、化粧料100重量部に対して、0.5～100重量部が好ましく、さらに好ましくは、30～100重量部である。

#### 【0031】

さらに、雲母チタンやガラスパールなどに代表されるパール顔料を添加した粉末化粧料を作成する場合には、まずパール顔料以外の部分の粉末成分を用いて、上記のスラリー調製工程、乾燥工程を経て乾燥粉末を得る。この乾燥粉末と必要量のパール顔料をヘンシェルミキサーやナウターミキサーなどのせん断力の弱い乾式混合機にて混合して混合粉末とし、該混合粉末を容器に充填、あるいはさらに乾式成型して粉末化粧料を得る。この方法で得られた粉末化粧料は、使用感触および使用性に優れるだけでなく、パール感にも優れたものとなる。

10

#### 【0032】

本発明で用いられるパール顔料としては特に限定されず、従来の化粧料で一般的に用いられるものを使用することができる。代表的なものとしては、例えば雲母チタン、酸化鉄被覆雲母チタン、低次酸化チタン被覆雲母チタン、フォトクロミック性を有する雲母チタン、基板として雲母の代わりタルク、ガラス、合成フッ素金雲母、シリカ、オキシ塩化ビスマスなどを使用したものなどが挙げられる。さらには、被覆物として、酸化チタン以外に、低次性酸化チタン、酸化鉄、アルミナ、シリカ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化コバルト、アルミなどが挙げられる。また、優れた光学特性を有する機能性パール顔料としては、パール顔料表面に樹脂粒子を被覆したもの（特開平11-92688）、パール顔料表面に水酸化アルミニウム粒子を被覆したもの（特開2002-146238）、パール顔料表面に酸化亜鉛粒子を被覆したもの（特開2003-261421）、パール顔料表面に硫酸バリウム粒子を被覆したもの（特開2003-61229）などが挙げられる。これらのパール顔料表面を様々な粒子で被覆した機能性パール顔料は、被覆している粒子に強い力がかかった場合容易に欠落する傾向にある。しかしながら、上記の方法によれば、パール顔料に力がかかるのは、乾燥粉末との混合時だけであるため、それほど強い力で混合する必要がなく、パール顔料に被覆した粒子が欠落する可能性が小さい。そのため、上記の製造方法によれば、機能性パール顔料の機能を損なうことなく、粉末化粧料に配合することができる。

20

#### 【0033】

本発明にかかる製造方法は、ファンデーション、アイシャドウ、チークカラー、ボディパウダー、パフュームパウダー、ベビーパウダー、プレストパウダー、デオドラントパウダー、おしろいなどの粉末状もしくは固形状の粉末化粧料に好適に適用される。

30

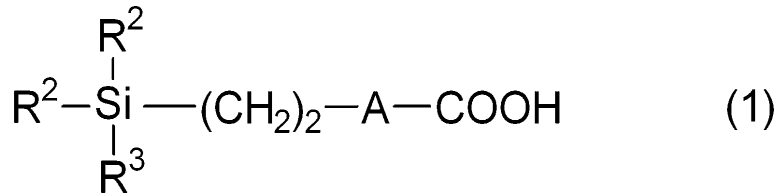
#### 【0034】

本発明の製造方法は、粉末成分と結合剤としての不揮発性油剤と、分散剤としてのカルボン酸変性シリコーンを揮発性溶媒中で混合してスラリーとするスラリー調製工程を含むことを特徴とする。分散剤としてのカルボン酸変性シリコーンは、撥水撥油性であり、粉末への吸着性に優れ、本発明の製造方法により得られる粉末化粧料に優れた化粧持ちと使用感を付与する。

このようなカルボン酸変性シリコーンの例は、シリコーン主鎖にカルボキシル基がグラフトしたもの、シリコーン主鎖の片末端にカルボキシル基が付加したもの、シリコーン主鎖の両末端にカルボキシル基が付加したもの、シリコーン主鎖の両末端にカルボキシル基が付加し、さらにカルボキシル基がグラフトしたもの、シリコーン主鎖にシリコーン鎖とカルボキシル基がグラフトしたものなどが挙げられる。好ましくは、下記式で表されるカルボン酸変性シリコーンが使用される。

40

【化 1】



(一般式(1)中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は、少なくとも1つが $-\text{O}-\text{Si}(\text{R}^4)_3$ で表される官能基( $\text{R}^4$ は、炭素数1~6のアルキル基又はフェニル基のいずれかである)であり、その他の $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は同一又は異なっているもよい置換又は非置換の1価炭化水素基であってもよい。Aは、 $\text{C}_q\text{H}_{2q}$ で表される直鎖状又は分岐鎖状のアルキレン基であり、 $q$ は0~20の整数である。また、一般式(1)で表されるオルガノシロキサン誘導体の1分子中に含まれるケイ素原子(Si)の平均合計数は2~100である。)

10

【0035】

$-\text{O}-\text{Si}(\text{R}^4)_3$ で表される官能基において、 $\text{R}^4$ は、炭素数1~6のアルキル基又はフェニル基のいずれかである。炭素数1~6のアルキル基としては、例えば、メチル、エチル、 $n$ -プロピル、 $i$ -プロピル、 $n$ -ブチル、 $i$ -ブチル、 $s$ -ブチル、 $t$ -ブチル、ペンチル、ネオペンチル、シクロペンチル、ヘキシル等の直鎖状、分岐状あるいは環状のアルキル基が挙げられる。 $-\text{O}-\text{Si}(\text{R}^4)_3$ で表される官能基としては、例えば、 $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ 、 $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_2\text{H}_5)$ 、 $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_3\text{H}_7)$ 、 $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_4\text{H}_9)$ 、 $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_5\text{H}_{11})$ 、 $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_{13})$ 、 $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_6\text{H}_5)$ 等が挙げられる。なお、前記官能基としては、トリアルキルシロキシ基であることが好ましく、トリメチルシロキシ基であることが最も好適である。

20

最も好適には、一般式(1)において、 $\text{R}^1$ が炭素数1~6のアルキル基であり、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ がトリアルキルシロキシ基であり、前記 $q$ が4~20であるカルボン酸変性シリコーンが挙げられる。

【0036】

粉末成分は本発明の製造方法により得られる粉末化粧料の主成分の一つであり、無機粉末、有機粉末および顔料として、化粧料に配合される1種類以上の粉末成分を特に制限なく使用することができる。なお、該粉末成分を原料として、本発明の製造方法により粉末化粧料を製造する場合、1種類以上のパール顔料または粉末成分の一部を前記スラリー調製および乾燥工程の後に得られた乾燥粉末と混合することもでき、かつより好ましい。

30

このような粉末成分としては、例えば、タルク、カオリン、絹雲母(セリサイト)、白雲母、金雲母、合成雲母、紅雲母、黒雲母、焼成タルク、焼成セリサイト、焼成白雲母、焼成金雲母、パーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、マグネシウム、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、焼成硫酸カルシウム(焼セッコウ)、リン酸カルシウム、弗素アパタイト、ヒドロキシアパタイト、セラミックパウダー、金属石鹸(例えば、ミリスチン酸亜鉛、パルミチン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウムなど)、窒化ホウ素、フォトクロミック性酸化チタン(酸化鉄を焼結した二酸化チタン)、還元亜鉛華;有機粉末(例えば、シリコーンエラストマー粉末、シリコーン粉末、シリコーンレジン被覆シリコーンエラストマー粉末、ポリアミド樹脂粉末(ナイロン粉末)、ポリエチレン粉末、ポリメタクリル酸メチル粉末、ポリスチレン粉末、スチレンとアクリル酸の共重合体樹脂粉末、ベンゾグアナミン樹脂粉末、ポリ四弗化エチレン粉末、セルロース粉末等);無機白色顔料(例えば、二酸化チタン、酸化亜鉛等);無機赤色系顔料(例えば、酸化鉄(ベンガラ)、チタン酸鉄等);無機褐色系顔料(例えば、酸化鉄等);無機黄色系顔料(例えば、黄酸化鉄、黄土等);無機黒色系顔料(例えば、黒酸化鉄、低次酸化チタン等);無機紫色系顔料(例えば、マンゴバイオレット、コバルトバイオレット等);無機緑色系顔料(例えば、酸化クロム、水酸化クロム、

40

50

チタン酸コバルト等)；無機青色系顔料(例えば、群青、紺青等)；パール顔料(例えば、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔、雲母チタン、酸化鉄被覆雲母チタン、低次酸化チタン被覆雲母チタン、フォトクロミック性を有する雲母チタン、基板として雲母の代わりタルク、ガラス、合成フッ素金雲母、シリカ、オキシ塩化ビスマスなどを使用したもの、被覆物として酸化チタン以外に、低次性酸化チタン、着色酸化チタン、酸化鉄、アルミナ、シリカ、ジルコニア、酸化亜鉛、酸化コバルト、アルミなどを被覆したもの、機能性パール顔料として、パール顔料表面に樹脂粒子を被覆したもの(特開平11-92688)、パール顔料表面に水酸化アルミニウム粒子を被覆したもの(特開2002-146238)、パール顔料表面に酸化亜鉛粒子を被覆したもの(特開2003-261421)、パール顔料表面に硫酸バリウム粒子を被覆したもの(特開2003-61229)等)；金属粉末顔料(例えば、アルミニウムパウダー、  
10  
銅パウダー等)；ジルコニウム、バリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔料(例えば、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号、及び青色404号などの有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号及び青色1号等)；天然色素(例えば、クロロフィル、β-カロチン等)等が挙げられる。

#### 【0037】

本発明に用いられる不揮発性油性成分は、上記の粉末成分の結合剤であり、本願の製造方法により得られた粉末化粧料の使用感を改善させる成分である。かかる油性成分は、室温において液状ないし固体状を呈するが、実質的に不揮発性であることが必要である。このような油性成分としては、実質的に不揮発性の液体油脂、固体油脂、ロウ、炭化水素、高級脂肪酸、高級アルコール、合成エステル油、が挙げられる。  
20

#### 【0038】

液体油脂としては、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、なたね油、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、トリグリセリン等が挙げられる。

固体油脂としては、例えば、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、硬化ヒマシ油等が挙げられる。  
30

#### 【0039】

ロウ類としては、例えば、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、カボックロウ、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、ジョジョパロウ、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等  
40  
が挙げられる。

炭化水素油としては、例えば、流動パラフィン、オゾケライト、スクワラン、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等が挙げられる。

高級脂肪酸としては、例えば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸、ウンデシレン酸、イソステアリン酸、リノール酸、リノレイン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキサエン酸(DHA)等が挙げられる。  
。

#### 【0040】

高級アルコールとしては、例えば、直鎖アルコール(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、  
50

オレイルアルコール、セトステアリルアルコール等)；分枝鎖アルコール(例えば、モノステアリルグリセリンエーテル(パチルアルコール)、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)等が挙げられる。

合成エステル油としては、ミリスチン酸イソプロピル、オクタン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、オレイン酸デシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、酢酸ラノリン、ステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソセチル、12-ヒドロキシステアリン酸コレステリル、ジ-2-エチルヘキサノ酸エチレングリコール、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、リンゴ酸ジイソステアリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリン、トリ-2-エチルヘキサノ酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサノ酸ペンタエリスリトール、トリ-2-エチルヘキサノ酸グリセリン、トリオクタン酸グリセリン、トリイソパルミチン酸グリセリン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、セチル2-エチルヘキサノエート、2-エチルヘキシルパルミテート、トリミリスチン酸グリセリン、トリ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセライド、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、オレイン酸オレイル、アセトグリセライド、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、アジピン酸ジイソブチル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、エチルラウレート、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、セバシン酸ジイソプロピル、コハク酸2-エチルヘキシル、クエン酸トリエチル等が挙げられる。

#### 【0041】

本発明にかかる製造方法によって製造される粉末化粧品では、本発明の効果を損なわない範囲において、通常化粧品や医薬品等の皮膚外用剤に用いられる他の成分、例えば、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、非イオン界面活性剤、保湿剤、水溶性高分子、増粘剤、皮膜剤、紫外線吸収剤、金属イオン封鎖剤、低級アルコール、多価アルコール、糖、アミノ酸、有機アミン、高分子エマルジョン、pH調整剤、皮膚栄養剤、ビタミン、酸化防止剤、酸化防止助剤、香料、水等を必要に応じて適宜配合し、目的とする剤形に応じて常法により製造することが出来る。以下に具体的な配合可能成分を列挙するが、上記必須配合成分と、下記成分の任意の一種または二種以上とを配合して粉末化粧料を調製できる。

#### 【0042】

アニオン界面活性剤としては、例えば、脂肪酸セッケン(例えば、ラウリン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム等)；高級アルキル硫酸エステル塩(例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸カリウム等)；アルキルエーテル硫酸エステル塩(例えば、POE-ラウリル硫酸トリエタノールアミン、POE-ラウリル硫酸ナトリウム等)；N-アシルサルコシン酸(例えば、ラウロイルサルコシンナトリウム等)；高級脂肪酸アミドスルホン酸塩(例えば、N-ミリストイル-N-メチルタウリンナトリウム、ヤシ油脂肪酸メチルタウリッドナトリウム、ラウリルメチルタウリッドナトリウム等)；リン酸エステル塩(POE-オレイルエーテルリン酸ナトリウム、POE-ステアリルエーテルリン酸等)；スルホコハク酸塩(例えば、ジ-2-エチルヘキシルスルホコハク酸ナトリウム、モノラウロイルモノエタノールアミドポリオキシエチレンスルホコハク酸ナトリウム、ラウリルポリプロピレングリコールスルホコハク酸ナトリウム等)；アルキルベンゼンスルホン酸塩(例えば、リニアドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、リニアドデシルベンゼンスルホン酸トリエタノールアミン、リニアドデシルベンゼンスルホン酸等)；高級脂肪酸エステル硫酸エステル塩(例えば、硬化ヤシ油脂肪酸グリセリン硫酸ナトリウム等)；N-アシルグルタミン酸塩(例えば、N-ラウロイルグルタミン酸モノナトリウム、N-ステアロイルグルタミン酸ジナトリウム、N-ミリストイル-L-グルタミン酸モノナトリウム等)；硫酸化油(例えば、

ロート油等) ; POE-アルキルエーテルカルボン酸 ; POE-アルキルアリルエーテルカルボン酸塩 ;  $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩 ; 高級脂肪酸エステルスルホン酸塩 ; 二級アルコール硫酸エステル塩 ; 高級脂肪酸アルキロールアミド硫酸エステル塩 ; ラウロイルモノエタノールアミドコハク酸ナトリウム ; N-パルミトイルアスパラギン酸ジトリエタノールアミン ; カゼインナトリウム等が挙げられる。

【 0 0 4 3 】

カチオン界面活性剤としては、例えば、アルキルトリメチルアンモニウム塩 (例えば、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム等) ; アルキルピリジニウム塩 (例えば、塩化セチルピリジニウム等) ; 塩化ジステアリルジメチルアンモニウムジアルキルジメチルアンモニウム塩 ; 塩化ポリ(N,N'-ジメチル-3,5-メチレンピペリジニウム) ; 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 ; アルキルイソキノリニウム塩 ; ジアルキルモリホニウム塩 ; 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 ; アミルアルコール脂肪酸誘導体 ; 塩化ベンザルコニウム ; 塩化ベンゼトニウム等が挙げられる。

10

【 0 0 4 4 】

両性界面活性剤としては、例えば、イミダゾリン系両性界面活性剤 (例えば、2-ウンデシル-N,N,N-(ヒドロキシエチルカルボキシメチル)-2-イミダゾリンナトリウム、2-ココイル-2-イミダゾリニウムヒドロキサイド-1-カルボキシエチロキシ2ナトリウム塩等) ; ベタイン系界面活性剤 (例えば、2-ヘプタデシル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、アルキルベタイン、アミドベタイン、スルホベタイン等)等が挙げられる。

20

【 0 0 4 5 】

親油性非イオン界面活性剤としては、例えば、ソルビタン脂肪酸エステル類 (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-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) ; グリセリンポリグリセリン脂肪酸類 (例えば、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、 $\alpha$ - $\alpha'$ -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) ; プロピレングリコール脂肪酸エステル類 (例えば、モノステアリン酸プロピレングリコール等) ; 硬化ヒマシ油誘導体 ; グリセリンアルキルエーテル等が挙げられる。

30

【 0 0 4 6 】

親水性非イオン界面活性剤としては、例えば、POE-ソルビタン脂肪酸エステル類 (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-ソルビタンモノオレエート、POE-ソルビタンテトラオレエート等) ; POEソルビット脂肪酸エステル類 (例えば、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) ; POE-グリセリン脂肪酸エステル類 (例えば、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-モノオレエート等) ; POE-脂肪酸エステル類 (例えば、POE-ジステアレート、POE-モノジオレエート、ジステアリン酸エチレングリコール等) ; POE-アルキルエーテル類 (例えば、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、POE-2-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) ; プルロニック型類 (例えば、プルロニック等) ; POE・POP-アルキルエーテル類 (例えば、POE・POP-セチルエーテル、POE・POP-2-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) ; テトラ POE・テトラPOP-エチレンジアミン縮合物類 (例えば、テトロニック等) ; POE-ヒマシ油硬化ヒマシ油誘導体 (例えば、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

40

50

ステル、POE-硬化ヒマシ油マレイン酸等)；POE-ミツロウ・ラノリン誘導体(例えば、POE-ソルビットミツロウ等)；アルカノールアミド(例えば、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)；POE-プロピレングリコール脂肪酸エステル；POE-アルキルアミン；POE-脂肪酸アミド；ショ糖脂肪酸エステル；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が挙げられる。

【0047】

保湿剤としては、例えば、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、1,3-ブチレングリコール、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、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、dl-ピロリドンカルボン酸塩、アルキレンオキシド誘導体、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が挙げられる。

10

【0048】

天然の水溶性高分子としては、例えば、植物系高分子(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、パレイショ、コムギ)、グリチルリチン酸)；微生物系高分子(例えば、キサントガム、デキストラン、サクシノグルカン、ブルラン等)；動物系高分子(例えば、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等)等が挙げられる。

20

【0049】

半合成の水溶性高分子としては、例えば、デンプン系高分子(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)；セルロース系高分子(メチルセルロース、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、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末等)；アルギン酸系高分子(例えば、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)等が挙げられる。

【0050】

合成の水溶性高分子としては、例えば、ビニル系高分子(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、カルボキシビニルポリマー等)；ポリオキシエチレン系高分子(例えば、ポリエチレングリコール20,000、40,000、60,000のポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体等)；アクリル系高分子(例えば、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)；ポリエチレンイミン；カチオンポリマー等が挙げられる。

30

【0051】

増粘剤としては、例えば、アラビアガム、カラギーナン、カラヤガム、トラガカントガム、キャロブガム、クインスシード(マルメロ)、カゼイン、デキストリン、ゼラチン、ペクチン酸ナトリウム、アラギン酸ナトリウム、メチルセルロース、エチルセルロース、CMC、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、PVA、PVM、PVP、ポリアクリル酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ローカストビーンガム、グアガム、タマリントガム、ジアルキルジメチルアンモニウム硫酸セルロース、キサントガム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ベントナイト、ヘクトライト、ケイ酸A1Mg(ビーガム)、ラポナイト、無水ケイ酸等が挙げられる。

40

【0052】

紫外線吸収剤としては、例えば、安息香酸系紫外線吸収剤(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-ジプロポキシ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、N,N-ジメチルPABAエチルエステル等)；アントラニル酸系紫外線吸収剤(例えば、ホモメンチル-N-アセチルアントラニレート等)；サリチル酸系紫外

50

線吸収剤（例えば、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）；桂皮酸系紫外線吸収剤（例えば、オクチルメトキシシナメート、エチル-4-イソプロピルシナメート、メチル-2,5-ジイソプロピルシナメート、エチル-2,4-ジイソプロピルシナメート、メチル-2,4-ジイソプロピルシナメート、プロピル-p-メトキシシナメート、イソプロピル-p-メトキシシナメート、イソアミル-p-メトキシシナメート、オクチル-p-メトキシシナメート(2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート)、2-エトキシエチル-p-メトキシシナメート、シクロヘキシル-p-メトキシシナメート、エチル-シアノ-フェニルシナメート、2-エチルヘキシル-シアノ-フェニルシナメート、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ナメート等）；ベンゾフェノン系紫外線吸収剤（例えば、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）；3-(4'-メチルベンジリデン)-d,l-カンファー、3-ベンジリデン-d,l-カンファー；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、ジモルホリノピリダジノ；2-エチルヘキシル-2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリレート；2,4-ビス-[[4-(2-エチルヘキシルオキシ)-2-ヒドロキシ]-フェニル]-6-(4-メトキシフェニル)-(1,3,5)-トリアジン等が挙げられる。

【0053】

金属イオン封鎖剤としては、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、エデト酸二ナトリウム、エデト酸三ナトリウム、エデト酸四ナトリウム、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、エチレンジアミンヒドロキシエチル三酢酸3ナトリウム、リンゴ酸等が挙げられる。

【0054】

低級アルコールとしては、例えば、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、イソブチルアルコール、t-ブチルアルコール等が挙げられる。

【0055】

多価アルコールとしては、例えば、2価のアルコール（例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、1,2-ブチレングリコール、1,3-ブチレングリコール、テトラメチレングリコール、2,3-ブチレングリコール、ペンタメチレングリコール、2-ブテン-1,4-ジオール、ヘキシレングリコール、オクチレングリコール等）；3価のアルコール（例えば、グリセリン、トリメチロールプロパン等）；4価アルコール（例えば、ペンタエリスリトール等）；5価アルコール（例えば、キシリトール等）；6価アルコール（例えば、ソルビトール、マンニトール等）；多価アルコール重合体（例えば、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、テトラエチレングリコール、ジグリセリン、ポリエチレングリコール、トリグリセリン、テトラグリセリン、ポリグリセリン等）；2価のアルコールアルキルエーテル類（例えば、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノヘキシルエーテル、エチレングリコールモノ2-メチルヘキシルエーテル、エチレングリコールイソアミルエーテル、エチレングリコー

10

20

30

40

50

ルベンジルエーテル、エチレングリコールイソプロピルエーテル、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールジブチルエーテル等)；2価アルコールアルキルエーテル類(例えば、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールブチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールイソプロピルエーテル、ジプロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコールエチルエーテル、ジプロピレングリコールブチルエーテル等)；2価アルコールエーテルエステル(例えば、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノフェニルエーテルアセテート、エチレングリコールジアジベート、エチレングリコールジサクシネート、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノプロピルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノフェニルエーテルアセテート等)；グリセリンモノアルキルエーテル(例えば、キミルアルコール、セラキルアルコール、パチルアルコール等)；糖アルコール(例えば、ソルビトール、マルチトール、マルトトリオース、マンニトール、ショ糖、エリトリトール、グルコース、フルクトース、デンプン分解糖、マルトース、キシリトース、デンプン分解糖還元アルコール等)；テトラヒドロフルフリルアルコール；POE-テトラヒドロフルフリルアルコール；POP-ブチルエーテル；POP・POE-ブチルエーテル；トリポリオキシプロピレングリセリンエーテル；POP-グリセリンエーテル；POP-グリセリンエーテルリン酸；POP・POE-ペントタンエリスリトールエーテル、ポリグリセリン等が挙げられる。

【0056】

単糖としては、例えば、三炭糖(例えば、D-グリセリルアルデヒド、ジヒドロキシアセトン等)；四炭糖(例えば、D-エリトロース、D-エリトルロース、D-トレオース、エリスリトール等)；五炭糖(例えば、L-アラビノース、D-キシロース、L-リキソース、D-アラビノース、D-リボース、D-リブロース、D-キシルロース、L-キシルロース等)；六炭糖(例えば、D-グルコース、D-タロース、D-ブシコース、D-ガラクトース、D-フルクトース、L-ガラクトース、L-マンノース、D-タガトース等)；七炭糖(例えば、アルドヘプトース、ヘプトース等)；八炭糖(例えば、オクツロース等)；デオキシ糖(例えば、2-デオキシ-D-リボース、6-デオキシ-L-ガラクトース、6-デオキシ-L-マンノース等)；アミノ糖(例えば、D-グルコサミン、D-ガラクトサミン、シアル酸、アミノウロン酸、ムラミン酸等)；ウロン酸(例えば、D-グルクロン酸、D-マンヌロン酸、L-グルロン酸、D-ガラクトン酸、L-イズロン酸等)等が挙げられる。

【0057】

オリゴ糖としては、例えば、ショ糖、ゲンチアノース、ウンベリフェロース、ラクトース、プランテオース、 $\alpha$ -D-トレハロース、ラフィノース、スタキオース、ベルバスコース等が挙げられる。

【0058】

多糖としては、例えば、セルロース、クインシード、コンドロイチン硫酸、デンプン、ガラクトン、デルマタン硫酸、グリコーゲン、アラビアガム、ヘパラン硫酸、ヒアルロン酸、トラガントガム、ケラタン硫酸、コンドロイチン、キサンタンガム、ムコイチン硫酸、グアガム、デキストラン、ケラト硫酸、ローカストビーンガム、サクシノグルカン、カロニン酸等が挙げられる。

【0059】

アミノ酸としては、例えば、中性アミノ酸(例えば、スレオニン、システイン等)；塩

基性アミノ酸（例えば、ヒドロキシリジン等）等が挙げられる。また、アミノ酸誘導体として、例えば、アシルサルコシンナトリウム（ラウロイルサルコシンナトリウム）、アシルグルタミン酸塩、アシル -アラニンナトリウム、グルタチオン、ピロリドンカルボン酸等が挙げられる。

【0060】

有機アミンとしては、例えば、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、モルホリン、トリイソプロパノールアミン、2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール等が挙げられる。

高分子エマルジョンとしては、例えば、アクリル樹脂エマルジョン、ポリアクリル酸エチルエマルジョン、アクリルレジン液、ポリアクリルアルキルエステルエマルジョン、ポリ酢酸ビニル樹脂エマルジョン、天然ゴムラテックス等が挙げられる。

10

【0061】

pH調整剤としては、例えば、乳酸-乳酸ナトリウム、クエン酸-クエン酸ナトリウム、コハク酸-コハク酸ナトリウム等の緩衝剤等が挙げられる。

ビタミン類としては、例えば、ビタミンA、B1、B2、B6、C、Eおよびその誘導体、パントテン酸およびその誘導体、ビオチン等が挙げられる。

【0062】

酸化防止剤としては、例えば、トコフェロール類、ジブチルヒドロキシルエーテル、ブチルヒドロキシアニソール、没食子酸エステル類等が挙げられる。

酸化防止助剤としては、例えば、リン酸、クエン酸、アスコルビン酸、マレイン酸、マロン酸、コハク酸、フマル酸、ケファリン、ヘキサメタフォスフェイト、フィチン酸、エチレンジアミン四酢酸等が挙げられる。

20

【0063】

その他の配合可能成分としては、例えば、防腐剤（エチルパラベン、ブチルパラベン等）；消炎剤（例えば、グリチルリチン酸誘導体、グリチルレチン酸誘導体、サリチル酸誘導体、ヒノキチオール、酸化亜鉛、アラントイン等）；美白剤（例えば、胎盤抽出物、ユキノシタ抽出物、アルブチン、アスコルビン酸リン酸マグネシウム、アスコルビン酸グルコシド、コウジ酸等）；各種抽出物（例えば、甘草、カリン、イチヤクソウ、オウバク、オウレン、シコン、シャクヤク、センブリ、パーチ、セージ、ビワ、ニンジン、アロエ、ゼニアオイ、アイリス、ブドウ、ヨクイニン、ヘチマ、ユリ、サフラン、センキュウ、シヨウキュウ、オトギリソウ、オノニス、ニンニク、トウガラシ、チンピ、トウキ、海藻等）；賦活剤（例えば、ローヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体等）；血行促進剤（例えば、ノニル酸パニリルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸 - ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、タンニン酸、 - ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、酢酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ペラパミル、セファランチン、 - オリザノール等）；抗脂漏剤（例えば、硫黄、チアントール等）；抗炎症剤（例えば、トラネキサム酸及びその誘導体、チオタウリン、ヒポタウリン等）、脂質分解促進剤（カフェイン等）等が挙げられる。

30

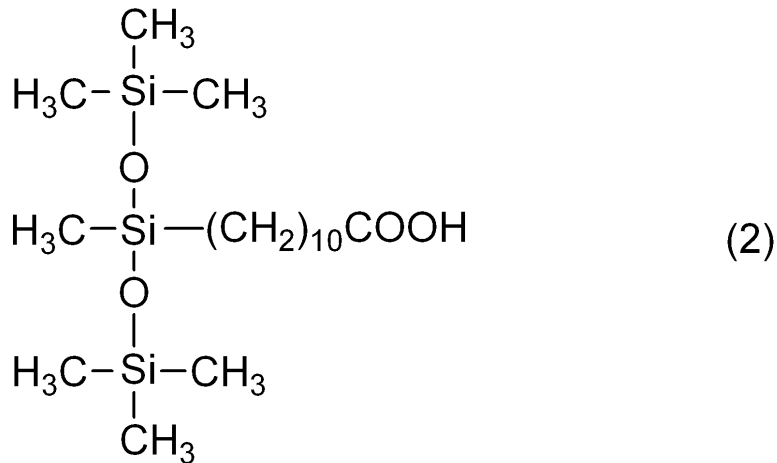
【0064】

以下に本発明にかかる実施例などを説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、下記の処方中の量は質量%で示している。

例1：3 - (10 - カルボキシデシル) - 1, 1, 1, 3, 5, 5, 5 - ヘプタメチルトリシロキサン

40

## 【化2】



10

## &lt;スラリー調製工程&gt;

下記処方表1に示す粉末成分と不揮発性油性成分とその他の成分を混合し、エチルアルコール中にディスパーミキサーにて混合し、スラリー粘度を2000 mPa・s程度に調整した後、2 mm のジルコニアビーズを充填した媒体攪拌ミル（サンドグラインダーミル）を用いて、解砕/粉碎/分散を行った。これにより粉末スラリーを得た。

## &lt;粉末化粧料の製造&gt;

前記粉末スラリーを、攪拌乾燥装置ドライマイスター（ホソカワミクロン社製）を用い、微小液滴の状態乾燥を行い、乾燥粉末を得た。

20

## 【0065】

得られた乾燥粉末を樹脂製の中皿容器に充填し、公知の方法で乾式プレス成型を行い、固形状の粉末化粧料を得た。

## 【表1】

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	実施例1
合成マイカ	72	72	72	72	72	-	72
酸化チタン	15.8	15.8	15.8	15.8	15.8	-	15.8
酸化鉄黄	3	3	3	3	3	-	3
酸化鉄赤	1	1	1	1	1	-	1
酸化鉄黒	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	-	0.2
シリコーン処理合成マイカ	-	-	-	-	-	72	-
シリコーン処理合成チタン	-	-	-	-	-	15.8	-
シリコーン処理酸化鉄黄	-	-	-	-	-	3	-
シリコーン処理酸化鉄赤	-	-	-	-	-	1	-
シリコーン処理酸化鉄黒	-	-	-	-	-	0.2	-
混合油	8	7	7	7	7	8	7
ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン 共重合体	-	1	-	-	-	-	-
高重合ジメチルシロキサン・メチル (アミノアルキル)シロキサン共重合体 (メチルポリシロキサン10%溶液)	-	-	1	-	-	-	-
セスキイソステアリン酸ソルビタン	-	-	-	1	-	-	-
塩化ジステアリンジメチルアンモニウム	-	-	-	-	1	-	-
3-(10-カルボキシデシル)-1,1,1,3,5,5,5- ヘptaメチルトリシロキサン	-	-	-	-	-	-	1

30

40

## 【0066】

## 水に対する接触角の測定

水接触角の測定方法については特に限定されるものではないが、当業者において公知の

50

接触角測定装置を用いることができる。接触角測定装置としては、例えば、CA-V150（協和界面科学社製）等が挙げられる。本発明においては、例えば、前記水不溶性複合被膜を被覆した表面上に、粒径1.5mm程度の水滴を滴下し、1000ミリ秒経過した後に、被膜表面と水滴との接触角を測定する。なお、本発明における接触角とは、被膜表面から水滴内部を通過して水滴外面の接線までの角度を意味し、通常、接触角が大きいほど被膜表面の撥水性が高いと考えられ（図8）、汗などの水分によって粉末化粧料が落ちにくく、化粧持ちが良好であると考えられる。

#### 【0067】

上記の製造工程によって得られた実施例1及び比較例1～比較例6の粉末化粧料について、水に対する接触角の測定結果を図4に示す。

10

図4から分かるように、カルボン酸変性シリコーンである3-(10-カルボキシデシル)-1,1,1,3,5,5,5-ヘプタメチルトリシロキサンを分散剤として添加した実施例1の粉末化粧料が、最も大きい接触角を得られることが明らかとなった。

一方、分散剤を全く添加しなかった比較例1は、カルボン酸変性シリコーンを添加した実施例1ほどの接触角の大きさは得られなかった。また、他の分散剤としてポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体を添加した比較例2、高重合ジメチルシロキサン・メチル(アミノプロピル)シロキサン共重合体を添加した比較例3、セスキイソステアリン酸を添加した比較例4、塩化ジステアリルジメチルアンモニウムを添加した比較例5においても、実施例1ほどの接触角の大きさを得ることはできなかった。そして、カルボン酸変性シリコーンを添加せずに、シリコーン処理を施した粉末成分を添加して製造した比較例6は、実施例1に比べてやや小さいが、同程度の接触角の高さを得た。

20

#### 【0068】

##### 油に対する接触角の測定

また、前述の水に対する接触角の測定方法に準じて、実施例1及び比較例1～比較例6の粉末化粧料について、油に対する接触角の測定結果を図5に示す。油に対する接触角が大きいほど、被膜表面の撥油性が高いと考えられ、皮脂などの油分によって粉末化粧料が落ちにくく、化粧持ちが良好であると考えられる。

そして、図5から分かるように、実施例1の処方によって得られた粉末化粧料は、油に対する接触角が比較例1～6に比べて顕著に大きくなること明らかとなった。水に対する接触角が実施例1と同程度の高さであった比較例6も、油に対する接触角の高さにおいては、実施例1ほどの高さを得ることはできなかった。

30

すなわち、以上の結果から、上記粉末化粧料の製造工程にカルボン酸変性シリコーンを添加すると、撥水性が高く且つ撥油性が極めて高い粉末化粧料を提供することができることが明らかとなった。

#### 【0069】

つづいて、下記処方表2に示す通り、粉末化粧料の全体量に対しカルボン酸変性シリコーンを1質量%を添加した実施例1、カルボン酸変性シリコーンを0.2質量%を添加した実施例2、カルボン酸変性シリコーンを0.5質量%を添加した実施例3、カルボン酸変性シリコーンを2質量%を添加した実施例4として、カルボン酸変性シリコーンを添加する割合を変化させて粉末化粧料を得た。

40

以上の実施例1～4の粉末化粧料を用いて、水に対する接触角の測定を行った結果を図6に、油に対する接触角の測定を行った結果を図7に示す。

#### 【0070】

【表 2】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
合成マイカ	72	72	72	72
酸化チタン	15.8	15.8	15.8	15.8
酸化鉄黄	3	3	3	3
酸化鉄赤	1	1	1	1
酸化鉄黒	0.2	0.2	0.2	0.2
混合油	7	7.8	7.5	6
3-(10-カルボキシデシル)-1,1,1,3,5,5,5-ヘフタフルトリシロキサン	1	0.2	0.5	2
合計	100	100	100	100

10

## 【0071】

図6から分かるように、分散剤を全く添加しなかった比較例1は、カルボン酸変性シリコーンを添加させた実施例1～4ほどの水に対する接触角の高さを得ることはできなかった。そして、カルボン酸変性シリコーンを添加させる割合を変化させても、水に対する接触角に関して大きな差異は見られないことが明らかとなった。

20

一方、図7から分かるように、カルボン酸変性シリコーンを0.2質量%添加させた実施例2は、0.5質量%以上添加させた他の実施例等と比べると油に対する接触角は小さくなるが、分散剤を全く添加しなかった比較例1及びシリコーン処理を施した粉末成分を添加して製造した比較例6よりも大きくなることが明らかとなった。

また、カルボン酸変性シリコーンを1.0質量%添加した実施例1が油に対する接触角は最も大きく、2.0質量%添加した実施例4が次いで大きい。カルボン酸変性シリコーンを0.2質量%以上添加すれば、各比較例と比べて大きくなることが明らかとなった。

## 【0072】

以上より、撥水性と同時に撥油性も持ち合わせた粉末化粧料を得るためには、粉末化粧料中に占めるカルボン酸変性シリコーンを0.1～5.0質量%添加させることが好適であり、特に0.2～2.0質量%添加させることが好適である。

30

## 【0073】

<スラリー調製工程>

下記処方表3に示す粉末成分と揮発性油性成分とその他の成分を混合し、エチルアルコール中にディスパーミキサーにて混合し、スラリー粘度を2000 mPa・s程度に調整した後、2 mm のジルコニアビーズを充填した媒体攪拌ミル(サンドグラインダーミル)を用いて、解砕/粉碎/分散を行った。これにより粉末スラリーを得た。

<粉末化粧料の製造>

前記粉末スラリーを、攪拌乾燥装置ドライマイスター(ホソカワミクロン社製)を用い、微小液滴の状態乾燥を行い、乾燥粉末を得た。

40

## 【0074】

得られた乾燥粉末を樹脂製の中皿容器に充填し、公知の方法で乾式プレス成型を行い、固形状の粉末化粧料を得た。

【表 3】

	比較例7	比較例8	実施例5
(粉末成分)			
シリコーン処理タルク	残余	残余	残余
シリコーン処理硫酸バリウム	20	-	-
シリコーン処理セリサイト	20	-	-
シリコーン処理合成フッ素金雲母	5	-	-
シリコーン処理酸化チタン	12	-	-
シリコーン処理酸化鉄赤	0.5	-	-
シリコーン処理酸化鉄黄	2.5	-	-
シリコーン処理酸化鉄黒	0.1	-	-
タルク	-	残余	残余
硫酸バリウム	-	20	20
セリサイト	-	20	20
合成フッ素金雲母	-	5	5
酸化チタン	-	12	12
酸化鉄赤	-	1	1
酸化鉄黄	-	3	3
酸化鉄黒	-	0.3	0.3
ミスチン酸亜鉛	2	2	2
チッ化ホウ素	1	1	1
シリコーンエラストマー球状粉末	5	5	5
球状ナイロン粉末	5	5	5
(油性成分)			
ワセリン	1	1	1
スクワラン	2	2	2
リンゴ酸ジイソステアリル	1	1	1
オクチルメトキシシナメート	1	1	1
ジメチコン	2	2	2
ソルビタンセスキイソステアレート	0.5	0.5	-
カルボン酸変性シリコーン	-	-	1
(その他)			
防腐剤	適量	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量

10

20

30

40

## 【0075】

&lt;化粧料の評価&gt;

上記で得た粉末固形化粧料に対し、下記のように、肌への塗付時の使用感触（なめらかさ、均一な仕上がり感、色の出、化粧持ち）について官能特性評価を行った。

## 官能特性評価

専門パネラー20名を用いて以下の官能特性評価項目に関して評価をした。

## 評価基準

- ・なめらかさ

50

- : 20名中、17名以上がなめらかであると回答
- : 20名中、12～16名以上がなめらかであると回答
- : 20名中、9～11名以上がなめらかであると回答
- × : 20名中、5～8名以上がなめらかであると回答
- × × : 20名中、4名以下がなめらかであると回答
- ・ 均一な仕上がり感
  - : 20名中、17名以上が均一な仕上がり感があると回答
  - : 20名中、12～16名以上が均一な仕上がり感があると回答
  - : 20名中、9～11名以上が均一な仕上がり感があると回答
  - × : 20名中、5～8名以上が均一な仕上がり感があると回答
  - × × : 20名中、4名以下が均一な仕上がり感があると回答
- ・ 色の出
  - : 20名中、17名以上が肌へのフィット感があると回答
  - : 20名中、12～16名以上が肌へのフィット感があると回答
  - : 20名中、9～11名以上が肌へのフィット感があると回答
  - × : 20名中、5～8名以上が肌へのフィット感があると回答
  - × × : 20名中、4名以下が肌へのフィット感があると回答
- ・ 化粧持ち
  - : 20名中、17名以上がうるおい感があると回答
  - : 20名中、12～16名以上がうるおい感があると回答
  - : 20名中、9～11名以上がうるおい感があると回答
  - × : 20名中、5～8名以上がうるおい感があると回答
  - × × : 20名中、4名以下がうるおい感があると回答

10

20

【 0 0 7 6 】

上記の試験の結果を下記表 1 に示す。

【表 4】

	比較例7	比較例8	実施例5
なめらかさ	◎	○	◎
均一な仕上がり	◎	○	◎
色の出	◎	△	◎
化粧持ち	△	△	◎

30

表 4 から分かるように、本発明にかかる製造方法で製造した実施例 5 の粉末化粧料はなめらかさ、均一な仕上がり感、色の出、化粧持ちといった使用感触に優れていた。これは、媒体ミルでスラリーを調製することにより粉体成分の表面に油分及びカルボン酸変性シリコーンが均一に被覆され、この状態が乾燥粉末とした後も保たれているためであると考えられる。

40

一方、カルボン酸変性シリコーンを添加せずに、シリコーン処理を施した粉末成分を添加して製造した比較例 7 は、なめらかさ、均一な仕上がり感、色の出といった使用感触に優れていたが、化粧持ちといった使用感触が欠如していることが確認された。また、カルボン酸変性シリコーンを添加せず、シリコーン処理を施していない粉末成分を添加して製造した比較例 8 の粉末化粧料は、色の出、化粧持ちといった使用感触が欠如していることが確認された。

以上の結果より、カルボン酸変性シリコーンを添加した本発明の粉末化粧料の製造方法は化粧持ちに優れたものであることが分かる。

【 0 0 7 7 】

50

## &lt; 製造工程 &gt;

下記処方表 5 に示される実施例 6 及び 7 の粉末成分と不揮発性油性成分を混合し、エチルアルコール中にディスパーミキサーにて混合し、スラリー粘度を 2000 mPa・s 程度に調整した後、3 mm のジルコニアビーズを充填した媒体攪拌ミル（サンドグラインダーミル）を用いて、解砕 / 粉碎 / 分散を行った。得られた粉末スラリーをドライマイスター（ホソカワミクロン社製）にて乾燥させ、得られた乾燥粉体とパール顔料部をそれぞれヘンシェルミキサーにて混合後、混合乾燥粉体を得た。

## 【 0078 】

得られた混合乾燥粉末とその他の成分とを混ぜ、容器に充填し、公知の乾式プレス成型により粉末固形化粧料を得た。得られた粉末固形化粧料は使用感触、パール感が非常に優れたものであった。

【表 5】

	実施例6	実施例7
(粉末成分)		
タルク	残余	残余
マイカ	20	20
セリサイト	10	10
板状無水ケイ酸	10	10
L-ラウロイルリシン	3	3
チッ化ホウ素	2	2
合成フッ素金雲母	3	3
酸化チタン	11	11
酸化鉄赤	0.5	0.5
酸化鉄黄	2	2
酸化鉄黒	0.2	0.2
ステアリン酸アルミ処理超微粒子酸化チタン	5	5
酸化亜鉛	3	3
(パール顔料部)		
赤干渉雲母チタン	7	-
球状硫酸バリウム被覆赤干渉雲母チタン	-	7
(油性成分)		
流動パラフィン	1	1
メチルフェニルポリシロキサン	2	2
リンゴ酸ジイノステアリル	1	1
オクチルメトキシシンナメート	3	3
ジメチコン	2	1
カルボン酸変性シリコーン	1	0.5
(その他)		
防腐剤	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量

10

20

30

40

50

## 【0079】

下記処方表 6 に示される実施例 8 の粉末成分と不揮発性油性成分を混合し、エチルアルコール中にディスパーミキサーにて混合し、スラリー粘度を 2000 mPa・s 程度に調整した後、2 mm のジルコニアビーズを充填した媒体攪拌ミル（サンドグラインダーミル）を用いて、解砕／粉碎／分散を行った。得られた粉末スラリーをドライマイスター（ホソカワミクロン社製）にて乾燥させ混合乾燥粉体を得た。

得られた混合乾燥粉末とその他の成分とを混ぜ、容器に充填し、公知の乾式プレス成型により粉末固形化粧料を得た。

【0080】

得られた粉末固形化粧料は使用感触に非常に優れたものであった。

【表6】

	実施例8
(粉末成分)	
シリコーン処理タルク	残余
レラウリロイシン処理合成フッ素金雲母	5
合成フッ素金雲母	10
シリコーン処理セリサイト	30
硫酸バリウム	20
チッ化ホウ素	4
レラウリロイシン	3
シリコーン処理酸化チタン	15
シリコーン処理酸化鉄赤	1
シリコーン処理酸化鉄黄	3
シリコーン処理酸化鉄黒	0.3
(油性成分)	
リンゴ酸ジイノステアリル	2
ワセリン	1
トリオクタノイン	1
ジメチコン	2
カルボン酸変性シリコーン	0.5
(その他)	
防腐剤	適量
酸化防止剤	適量
香料	適量

10

20

30

【図面の簡単な説明】

40

【0081】

【図1】本発明の実施形態にかかる製造方法で用いる装置の概略構成図

【図2】媒体攪拌ミルの一例を示した図

【図3】媒体攪拌ミルの一例を示した図

【図4】粉末化粧料の水に対する接触角の測定結果

【図5】粉末化粧料の油に対する接触角の測定結果

【図6】粉末化粧料の水に対する接触角の測定結果

【図7】粉末化粧料の水に対する接触角の測定結果

【図8】本発明における接触角測定に関する説明図

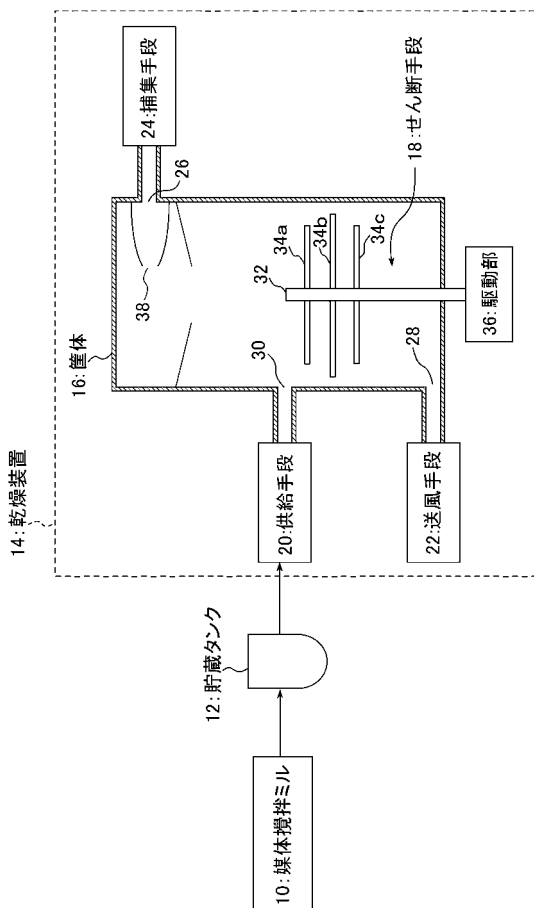
【符号の説明】

50

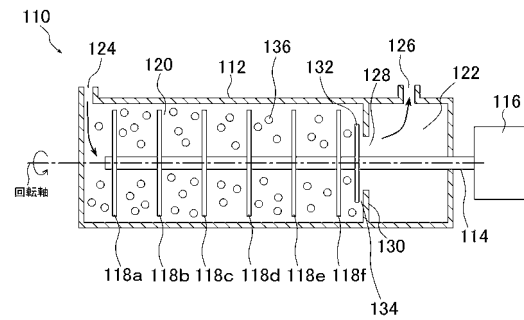
【 0 0 8 2 】

- 1 0 媒体攪拌ミル
- 1 2 貯蔵タンク
- 1 4 乾燥装置
- 1 6 筐体
- 1 8 せん断手段
- 2 0 供給手段
- 2 2 送風手段
- 2 4 捕集手段

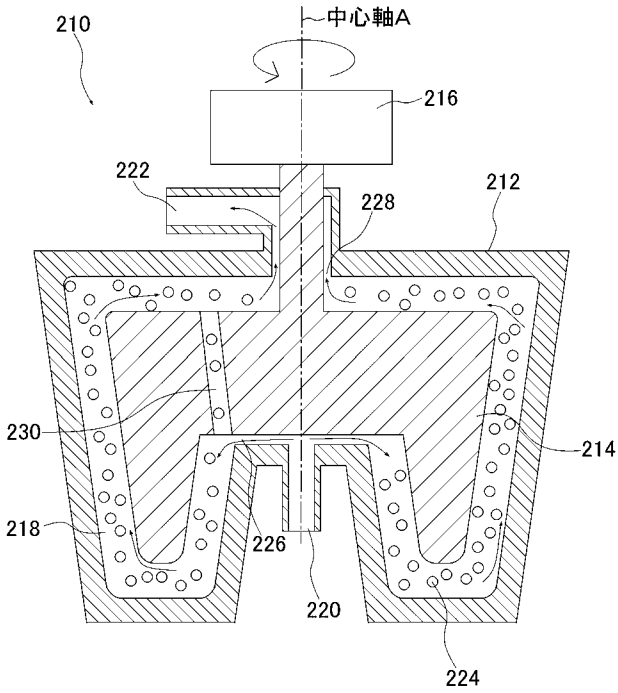
【 図 1 】



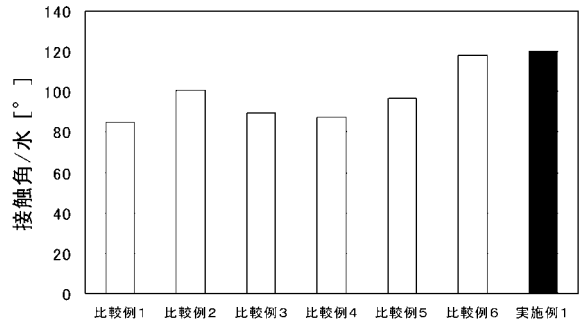
【 図 2 】



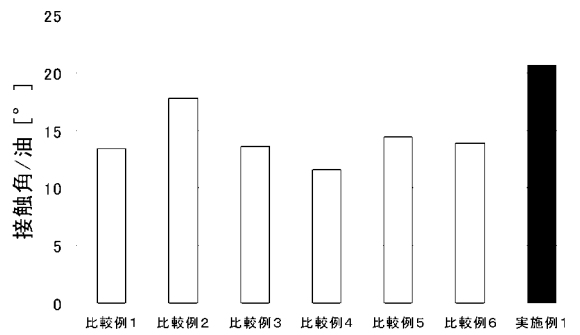
【图 3】



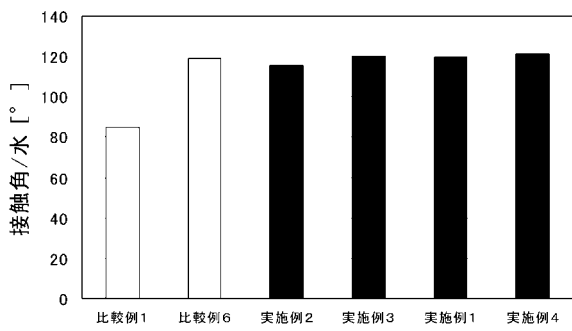
【图 4】



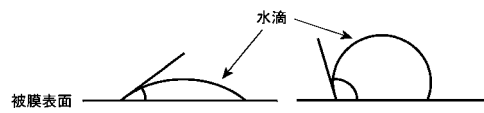
【图 5】



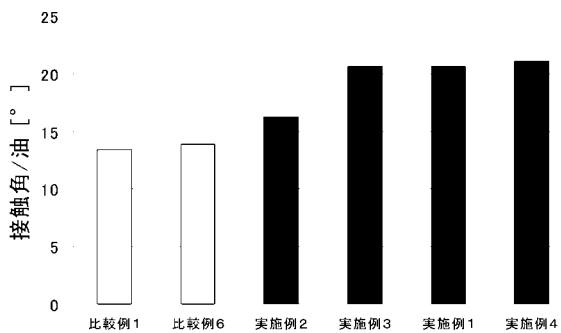
【图 6】



【图 8】



【图 7】



---

フロントページの続き

(72)発明者 長谷川 修嗣

神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号 株式会社資生堂リサーチセンター(新横浜)内

(72)発明者 秦 英夫

神奈川県横浜市都筑区早渕2丁目2番1号 株式会社資生堂リサーチセンター(新横浜)内

(72)発明者 飯村 智浩

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング株式会社内

(72)発明者 大川 直

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング株式会社内

Fターム(参考) 4C083 AB152 AB172 AB232 AB242 AB362 AB432 AC022 AC342 AC372 AC422

AC442 AC662 AD072 AD152 AD161 AD162 BB11 BB21 BB25 CC01

CC12 DD17 DD21 FF04 FF05