

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7679769号
(P7679769)

(45)発行日 令和7年5月20日(2025.5.20)

(24)登録日 令和7年5月12日(2025.5.12)

(51)国際特許分類		F I	
C 0 7 C	233/47 (2006.01)	C 0 7 C	233/47
C 0 7 C	231/24 (2006.01)	C 0 7 C	231/24
C 1 1 D	1/10 (2006.01)	C 1 1 D	1/10
A 6 1 K	47/18 (2017.01)	A 6 1 K	47/18
A 6 1 K	8/44 (2006.01)	A 6 1 K	8/44
請求項の数 21 (全46頁) 最終頁に続く			
(21)出願番号	特願2021-527635(P2021-527635)	(73)特許権者	000000066
(86)(22)出願日	令和2年6月23日(2020.6.23)		味の素株式会社
(86)国際出願番号	PCT/JP2020/024572		東京都中央区京橋1丁目15番1号
(87)国際公開番号	WO2020/262367	(74)代理人	100094569
(87)国際公開日	令和2年12月30日(2020.12.30)		弁理士 田中 伸一郎
審査請求日	令和5年6月21日(2023.6.21)	(74)代理人	100109070
(31)優先権主張番号	特願2019-119387(P2019-119387)		弁理士 須田 洋之
(32)優先日	令和1年6月27日(2019.6.27)	(74)代理人	100119013
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		弁理士 山崎 一夫
前置審査		(74)代理人	100111796
			弁理士 服部 博信
		(74)代理人	100123766
			弁理士 松田 七重
		(72)発明者	ビスワス シュヴェンドウ
			神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 N ϵ -長鎖アシルリジン結晶の製造方法及びその結晶を含有する組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

水溶性有機溶媒から選ばれる1種以上及び／または水を含む酸性または塩基性溶媒に、
(i) N ϵ -ラウロイルリジン又は (ii) N ϵ -オクタノイルリジン及びN ϵ -ラウロイルリジンが溶解している溶液を用意し、前記溶液を20℃以下の温度にてpH0.2以上かつpH2.0より低い酸性溶液に滴下して晶析させて得られたN ϵ -ラウロイルリジン結晶又はN ϵ -オクタノイルリジン及びN ϵ -ラウロイルリジン混合結晶であって、
個数基準分布の90%粒子径D₉₀が2.8μm以下である、N ϵ -ラウロイルリジン結晶、又は、個数基準分布の90%粒子径D₉₀が2.8μm以下である、N ϵ -オクタノイルリジン及びN ϵ -ラウロイルリジン混合結晶。

【請求項2】

体積基準分布のメジアン径又は平均粒子径が2.8μm以下である請求項1に記載のN ϵ -ラウロイルリジン結晶又はN ϵ -オクタノイルリジン及びN ϵ -ラウロイルリジン混合結晶。

【請求項3】

水溶性有機溶媒から選ばれる1種以上及び／または水を含む酸性または塩基性溶媒に、
(i) N ϵ -ラウロイルリジン又は (ii) N ϵ -オクタノイルリジン及びN ϵ -ラウロイルリジンが溶解している溶液を用意し、前記溶液を20℃以下の温度にてpH0.2以上かつpH2.0より低い酸性溶液に滴下して晶析させて得られたN ϵ -ラウロイルリジン結晶又はN ϵ -オクタノイルリジン及びN ϵ -ラウロイルリジン混合結晶であって、

かさ密度が 0.34 g/mL 以下である、 N^ϵ -ラウロイルリジン結晶、又は、かさ密度が 0.34 g/mL 以下である、 N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶。

【請求項 4】

水溶性有機溶媒から選ばれる 1 種以上及び／または水を含む酸性または塩基性溶媒に、1 種類以上の N^ϵ -長鎖アシルリジンが溶解している溶液を用意し、前記溶液を 20°C 以下の温度にて $\text{pH} 0.2$ 以上かつ $\text{pH} 2.0$ より低い酸性溶液に滴下して、アシル基が (i) ラウロイル又は (ii) オクタノイル及びラウロイルである、 N^ϵ -アシルリジン結晶を晶析させることを含む非粉碎の N^ϵ -長鎖アシルリジン結晶の製造方法であって、
(1) N^ϵ -長鎖アシルリジン結晶の個数基準分布の 90% 粒子径 D_{90} が $2.8 \mu\text{m}$ 以下である、又は (2) N^ϵ -長鎖アシルリジン結晶のかさ密度が 0.34 g/mL 以下である、製造方法。

10

【請求項 5】

結晶中に N^ϵ -オクタノイルリジンを 99 質量率以下の割合で含む請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載の N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶。

【請求項 6】

請求項 1～3 及び 5 のいずれか 1 項に記載の N^ϵ -ラウロイルリジン結晶又は N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶を 0.01～99.9 質量率で含む組成物。

【請求項 7】

請求項 1～3 及び 5 のいずれか 1 項に記載の N^ϵ -ラウロイルリジン結晶又は N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶を 0.01～99.9 質量率で含む工業用途の組成物。

20

【請求項 8】

請求項 1～3 及び 5 のいずれか 1 項に記載の N^ϵ -ラウロイルリジン結晶又は N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶を 0.01～99.9 質量率で含む化粧料又は外用剤。

【請求項 9】

請求項 1～3 及び 5 のいずれか 1 項に記載の N^ϵ -ラウロイルリジン結晶又は N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶を 0.01～99.9 質量率で含む洗浄料組成物。

30

【請求項 10】

粉体及び請求項 1～3 及び 5 のいずれか 1 項に記載の N^ϵ -ラウロイルリジン結晶又は N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶を混合することによって得られる処理粉体。

【請求項 11】

粉体が、樹脂粉体、含ケイ素粉体、金属酸化物、含炭素粉体、含フッ素粉体、金属塩、含ホウ素粉体、複合粉体の結晶又は非結晶質の粉体を含む請求項 10 に記載の処理粉体。

【請求項 12】

処理粉体表面を被覆している N^ϵ -ラウロイルリジンの結晶のうち、粒子径が $1.8 \mu\text{m}$ 以下の N^ϵ -ラウロイルリジン結晶の割合が 90% 以上である請求項 10 又は 11 に記載の処理粉体。

40

【請求項 13】

処理粉体表面を被覆している N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶のうち、粒子径が $2.8 \mu\text{m}$ 以下の結晶の割合が 90% 以上である請求項 10 又は 11 に記載の処理粉体。

【請求項 14】

粉体に請求項 1～3 及び 5 のいずれか 1 項に記載の N^ϵ -ラウロイルリジン結晶又は N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ -ラウロイルリジン混合結晶を 5 質量率で混合して、粉体表面積の 40% 以上が N^ϵ -ラウロイルリジン結晶又は N^ϵ -オクタノイルリジン及び N^ϵ

50

ーラウロイルリジン混合結晶で被覆することを含む、請求項 10～13 のいずれか 1 項に記載の処理粉体の調製方法。

【請求項 15】

前記混合することが、溶媒を必要としない乾式混合によって混合することを含む、請求項 14 に記載の調製方法。

【請求項 16】

前記混合することが、混合機によって 60 分以下混合することを含む、請求項 14 又は 15 に記載の調製方法。

【請求項 17】

撥水性を有する請求項 10～13 のいずれか 1 項に記載の処理粉体。

10

【請求項 18】

撥油性を有する請求項 10～13 及び 17 のいずれか 1 項に記載の処理粉体。

【請求項 19】

ソフトフォーカス効果を有する請求項 10～13、17 及び 18 のいずれか 1 項に記載の処理粉体。

【請求項 20】

請求項 10～13 及び 17～19 のいずれか 1 項に記載の処理粉体を 0.01～99.99 質量率で含む組成物。

【請求項 21】

工業用途の組成物、化粧料、外用剤又は洗浄料である請求項 20 に記載の組成物。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、N^ε-長鎖アシルリジン結晶の製造方法及びその結晶を含有する組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

撥水性と撥油性の性能を同時に発揮できる粉体原料は化粧品や様々な工業用途で重要である。しかし、これらの機能を同時に発揮できる、安価でかつ環境的にも負荷の少ない粉体原料を得ることは難しいとされてきた。

30

例えば、タルク、マイカ、セリサイト、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄、酸化アルミニウム、硫酸バリウム、窒化ホウ素、シリカ、合成金雲母（合成マイカ）などの無機粉体や、スターチ、セルロース、脂肪酸塩、竹や木の粉末などの有機粉体は、滑沢性の付与、隠蔽力の向上、着色、光の吸収や散乱の目的で使用されている。一般的に、粉体表面には極性の高い官能基が存在するため、粉体は水などの極性の高い溶媒に濡れやすい。しかし、このような粉体を化粧品に使用した場合には、汗などで濡れてしまうため、化粧のくすみ、変色の原因となる。また、汗で流れてしまい、化粧崩れも起こす。工業用途においても、これらの粉体を含有するペイントやインクなどは、水や雨に濡れ、流れてしまうこと、機械などの滑沢剤として使用される場合は、十分な滑沢性が発揮されないなどの課題があった。

40

また、一般的な粉体は撥油性にも優れていないため、化粧品などに使用されると、皮脂などで粉体表面が濡れてしまい、ファンデーションなどの化粧品の変色やくすみの原因となる（特開 2010-242026 号公報）。また、油を吸収することで化粧崩れを引き起こす。工業用途においても、滑沢剤として使用される場合は、機械の油を吸収し、高粘度の泥のような汚れを作り出すといった問題点があった。

【0003】

このような課題を解決するために、水にも油にも溶解しないフッ素含有分子で粉体表面を処理する技術が開発されている。フッ素含有分子で表面処理された粉体は撥水性と撥油性に優れた性能を示すが、不純物として過フッ素化合物や低分子量フッ素化合物が存在するため、環境や人体への蓄積や毒性の問題が指摘されている。また、フッ素含有分子で表

50

面処理された粉体は肌なじみが悪く、化粧もちや使用感に優れないという課題がある。更に、フッ素含有分子で表面処理された粉体は、水の存在下で、その撥油性が極めて低下するため、化粧品で使用する際、汗と皮脂に濡れてしまうという課題があった。

【0004】

水には分散せず油にも溶解しない上に、環境に蓄積されないアミノ酸由来の原料である N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶を粉体表面に付着させ、粉体に N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶の機能を付与することについての検討がされている。粉体の表面が N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶でもれなく覆われることが重要である。しかし、一般的な粉体の90%粒子径 D_{90} (個数基準分布) が $20\mu m$ 以下であることが多いに対して、市販されている N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶 (味の素株式会社製「アミホープLL」) の90%粒子径 D_{90} (個数基準分布) は $15.7\mu m$ であり、体積基準分布のメジアン径及び平均粒子径はそれぞれ $14.3\mu m$ 及び $15.3\mu m$ である。また、 N^{ϵ} -オクタノイルリジン結晶 (味の素株式会社製「アミホープ」OL) の体積基準分布のメジアン径は $20\mu m$ である。これらの結晶は、粒子径が小さい結晶をほとんど含まないため、DLVO理論より、単純に混合することで一般的な粉体が N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン結晶によって安定に被覆されることは難しい。例えば、粉体を N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶と単純に混合し、粉体表面を N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶で処理する簡便な乾式処理法が知られている (国際公開第2011/025252号)。しかし、この方法では、 N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶の被覆率が悪く、結果的に十分に優れた撥水性と撥油性は実現できなかった。

【0005】

また、 N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶の被覆率の向上を目的に、 N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶の微粉末を作り、この微粉末を粉体と単純混合し、粉体表面を N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶で処理する方法が検討されている。例えば、湿式粉砕法 (特開平09-323914号公報、特許第4826049号公報) で N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶を微細化し、無機粉体と混合することが知られている。しかし、この方法で微粉末の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶を得るには20回以上粉砕する必要がある、工業的な大スケールでの微粉末の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶の生産は難しかった。また、20回以上粉砕しても、得られた N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶の平均粒子径 (体積基準分布) は $3.4\mu m$ であり、この結晶を無機粉体と混合して無機粉体を N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶で処理しても十分に優れた撥水性と撥油性は実現できなかった。更に、この方法では、多くの有機溶剤を使用する必要がある、安価に生産できないという課題があり、環境面でも負荷が高い。

【0006】

より簡便な方法で N^{ϵ} -ラウロイルリジンの微細な結晶を得るために、pHを2~5に維持した塩酸等の溶液に N^{ϵ} -ラウロイルリジンの塩基溶液を滴下することにより晶析することで、投影径の平均が $0.5\mu m$ の N^{ϵ} -ラウロイルリジンの結晶を得たことが報告されている (特開平08-337519号公報)。この結晶を粉体と混合することにより、混合粉体の肌への付着力や混合粉体の使用感を向上させることができる。しかし、この方法で得られた混合粉体の撥水性と撥油性は向上されず、逆に粉体の水や油中の分散性が高くなってしまったことがわかった。更に、この方法を用いて得られた N^{ϵ} -ラウロイルリジンの結晶をレーザー回折/散乱式の粒子径分布測定装置にて測定した場合、平均粒子径 (体積基準分布) は $18\mu m$ であったと報告されている (特許第4826049号公報の製造比較例2)。つまり、この方法で得られた N^{ϵ} -ラウロイルリジンの結晶を用いても粉体の撥水性と撥油性を向上できない原因としては、混合した N^{ϵ} -ラウロイルリジンの結晶の粒子径が大きいことが挙げられる。なお、板状粒子の場合、顕微鏡で測定される投影径と光散乱法などで測定される平均粒子径は、測定原理上、差異が生じる場合がある。

【0007】

また、pH7.0で晶析することで平均粒子径 (体積基準分布) が $3\sim 15\mu m$ の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶が得られている (特許第4826049号公報)。しかし、この方法で得られた N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶で粉体を処理しても十分に優れた撥水性と撥

油性は実現できなかった。

また、湿式処理によって粉体表面にN^ε-ラウロイルリジンを付着されることも知られている（特公平4-63844号公報、特開昭61-10503号公報）。N^ε-ラウロイルリジン自体が難溶性であるため、これを強アルカリや強酸又は溶剤に一度溶解させ、その溶液を酸やアルカリ性の粉体分散液に徐々加え、粉体分散液中の粉体表面にN^ε-ラウロイルリジンを中和晶析させることができる。晶析後の分散液を濾過・乾燥することで、表面にN^ε-ラウロイルリジンが付着された粉体を得ることができる。しかし、この方法で無機粉体をN^ε-ラウロイルリジンで処理しても、一定の撥水性と撥油性機能が得られるものの、その程度は十分とは言えない。また、この方法では、多くの有機溶剤を使用する必要があることや繰り返し溶解・乾燥工程を行う必要があり、安価に生産できないという課題がある。更に、シリカ、スターチなど溶剤や酸やアルカリに溶解してしまうような粉体の場合、粉体表面をN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン結晶で処理することができないという課題もある。

【0008】

また、特殊な複合化処理機械を使用し粉体とN^ε-ラウロイルリジン結晶を強く衝突させることで、機械のせん断力を利用し、粉体の表面をN^ε-ラウロイルリジン結晶で処理することも考えられる。しかし、このような方法では、一度に処理できる粉体の量が少なく、安価に生産できないという課題がある。また、シリカなどの脆い粉体が粉砕されてしまい、粉体特有の機能が低下されるという課題もある。更に、十分に優れた撥水性と撥油性は実現できないという課題がある。

上記の通り、粉体の使用感や肌なじみを向上しながら粉体に撥水性と撥油性の機能を付与でき、安価に生産できる技術が求められていた。

【発明の概要】

【0009】

本発明の課題は、粉体の柔らかい感触を向上させながら粉体に撥水性と撥油性の機能を付与でき、安価に生産できる技術を得ることである。

【0010】

本発明者らは、上記課題に鑑み鋭意研究した結果、特定の方法でN^ε-長鎖アシルリジン結晶を製造することにより、上記の課題を解決できることを初めて見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、以下の通りのものである。

〔1〕

個数基準分布の90%粒子径D₉₀が2.8 μm以下であるN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶。

〔2〕

体積基準分布のメジアン径又は平均粒子径が2.8 μm以下である〔1〕に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶。

〔3〕

かさ密度が0.34 g/mL以下であるN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶。

〔4〕

水溶性有機溶媒から選ばれる1種以上及び／または水を含む酸性または塩基性溶媒に、1種類以上のN^ε-長鎖アシルリジンが溶解している溶液を用意し、前記溶液を20℃以下の温度にてpH0.2以上かつpH2.0より低い酸性溶液に滴下してN^ε-長鎖アシルリジン結晶を晶析させることを含む非粉碎のN^ε-長鎖アシルリジン結晶の製造方法。

〔5〕

〔4〕の製造方法で得られる〔1〕～〔3〕のいずれか1項に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶。

〔6〕

結晶中にN^ε-オクタノイルリジンを99質量率以下の割合で含む〔1〕～〔5〕のい

10

20

30

40

50

いずれか1項に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶。

[7]

[1]～[3]、[5]及び[6]のいずれか1項に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を0.01～99.9質量率で含む組成物。

[8]

[1]～[3]、[5]及び[6]のいずれか1項に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を0.01～99.9質量率で含む工業用途の組成物。

10

[9]

[1]～[3]、[5]及び[6]のいずれか1項に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を0.01～99.9質量率で含む化粧料又は外用剤。

[10]

[1]～[3]、[5]及び[6]のいずれか1項に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を0.01～99.9質量率で含む洗浄料組成物。

[11]

粉体及び[1]～[3]、[5]及び[6]のいずれか1項に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を混合することによって得られる処理粉体。

20

[12]

粉体が、樹脂粉体、含ケイ素粉体、金属酸化物、含炭素粉体、含フッ素粉体、金属塩、含ホウ素粉体、複合粉体の結晶又は非結晶質の粉体を含む[11]に記載の処理粉体。

[13]

処理粉体表面を被覆しているN^ε-ラウロイルリジンの結晶のうち、粒子径が1.8 μm以下のN^ε-ラウロイルリジン結晶の割合が90%以上である[11]又は[12]に記載の処理粉体。

[14]

処理粉体表面を被覆しているN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶のうち、粒子径が2.8 μm以下の結晶の割合が90%以上である[11]又は[12]に記載の処理粉体。

30

[15]

粉体に[1]～[3]、[5]及び[6]のいずれか1項に記載のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を5質量率で混合して、粉体表面積の40%以上がN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶で被覆することを含む、[11]～[14]のいずれか1項に記載の処理粉体の調製方法。

[16]

前記混合することが、溶媒を必要としない乾式混合によって混合することを含む、[15]に記載の調製方法。

40

[17]

前記混合することが、混合機によって60分以下混合することを含む、[15]又は[16]に記載の調製方法。

[18]

撥水性を有する[11]～[14]のいずれか1項に記載の処理粉体。

[19]

撥油性を有する[11]～[14]及び[18]のいずれか1項に記載の処理粉体。

[20]

50

ソフトフォーカス効果を有する〔１１〕～〔１４〕、〔１８〕及び〔１９〕のいずれか１項に記載の処理粉体。

〔２１〕

〔１１〕～〔１４〕及び〔１８〕～〔２０〕のいずれか１項に記載の処理粉体を０．０１～９９．９９質量率で含む組成物。

〔２２〕

工業用途の組成物、化粧品、外用剤又は洗浄料である〔２１〕に記載の組成物。

【図面の簡単な説明】

【００１１】

【図１】比較例３－２３、実施例３－１、比較例３－９、比較例３－１６、比較例３－２０、比較例３－１及び比較例３－２１について、撥水性の評価結果を示す図である。

10

【図２】実施例３－２、比較例３－１０、比較例３－１７及び比較例３－２について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図３】比較例３－２４、実施例３－３及び比較例３－３について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図４】実施例３－４及び実施例３－５について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図５】実施例３－６、実施例３－７及び実施例３－８について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図６】比較例３－２５及び実施例３－９について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図７】比較例３－２６及び実施例３－１０について、撥水性の評価結果を示す図である。

20

【図８】比較例３－２７、実施例３－１１及び比較例３－１３について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図９】比較例３－２８、実施例３－１２、比較例３－１１、比較例３－１９及び比較例３－５について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図１０】比較例３－２９、実施例３－１３、比較例３－１２、比較例３－１８、比較例３－４及び比較例３－３８について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図１１】比較例３－３６及び比較例３－１４について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図１２】比較例３－３０、実施例３－１５及び比較例３－６について、撥水性の評価結果を示す図である。

30

【図１３】比較例３－３１、実施例３－１６、比較例３－１５及び比較例３－７について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図１４】比較例３－３２及び実施例３－１７について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図１５】比較例３－３３及び実施例３－１８について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図１６】比較例３－３４、実施例３－１９及び実施例３－２０について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図１７】比較例３－３５、実施例３－２１及び比較例３－８について、撥水性の評価結果を示す図である。

40

【図１８】比較例３－３７について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図１９】比較例５－１、比較例５－２及び実施例５－１について、撥水性の評価結果を示す図である。

【図２０】比較例３－２３、実施例３－１、比較例３－９、比較例３－１５、比較例３－１及び比較例３－２０について、撥油性の評価結果を示す図である。

【図２１】比較例３－２４、実施例３－３、比較例３－３９及び比較例３－２２について、撥油性の評価結果を示す図である。

【図２２】比較例３－３５、実施例３－２１及び比較例３－８について、撥油性の評価結果を示す図である。

【図２３】比較例３－２９、実施例３－１５及び比較例３－１４について、撥油性の評価

50

結果を示す図である。

【図 2 4】比較例 5 - 1、比較例 5 - 2 及び実施例 5 - 1 について、撥油性の評価結果を示す図である。

【図 2 5】実施例 2 - 1 の結晶の S E M 画像である。

【図 2 6】実施例 3 - 2 2 ~ 実施例 3 - 2 6 について、撥水性及び撥油性の評価結果を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0 0 1 2】

本発明の N^{ϵ} -長鎖アシルリジン結晶の製造方法は、水溶性有機溶媒から選ばれる 1 種以上及び／または水を含む酸性または塩基性溶媒に、1 種類以上の N^{ϵ} -長鎖アシルリジンが溶解している溶液を用意し、前記溶液を 20°C 以下の温度にて $\text{pH} 0.2$ 以上かつ $\text{pH} 2.0$ より低い酸性溶液に滴下して N^{ϵ} -長鎖アシルリジン結晶を晶析させることを含む方法により非粉砕で得ることができる。 N^{ϵ} -長鎖アシルリジンの溶液は N^{ϵ} -長鎖アシルリジンの結晶を溶解して得てもよいし、脂肪酸及びリジンを反応させ、結晶化せず反応溶液として得られたものを使用することもできる。

N^{ϵ} -長鎖アシルリジンの長鎖アシル基は、炭素数 8 ~ 22 の飽和または不飽和脂肪酸アシルであり、例えばオクタノイル、ラウロイル、ミリストイル、パルミトイル、ステアロイル、オクチルドデシル、オレイル、ベヘニル、ヤシ油脂肪酸アシル、パーム核油脂肪酸アシル、牛脂脂肪酸アシル等が挙げられるが、汎用的に入手できるという点でラウロイル及びオクタノイルが好ましい。

水溶性有機溶媒としては、アセトン、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、イソプロパノール等が挙げられ、アセトン、メタノール、イソプロパノール及びブタノールが好ましい。これらの水溶性有機溶媒は、単独で使用してもよく、2 種以上を混合して使用してもよい。

水溶性有機溶媒と水とを併用する場合、その割合は特に限定はなく、重量比で水溶性有機溶媒／水 = $0/100 \sim 100/0$ の範囲で用いることができるが、好ましくは $55/45 \sim 70/30$ である。両者の重量比が $55/45$ よりも小さいかあるいは $70/30$ よりも大きい場合は、 N^{ϵ} -長鎖アシルリジンの溶解度が下がり、 N^{ϵ} -長鎖アシルリジンを溶解させるには多量の溶媒が必要となり、効率が低下する。

酸性溶媒に用いる酸としては、有機酸、無機酸のいずれでもよく、例えば硫酸、塩酸、硝酸、リン酸、クエン酸、乳酸、グルタミン酸、ピロリドンカルボン酸等が挙げられるが、硫酸および塩酸が好ましい。

塩基性溶媒に用いる塩基としては、有機塩基、無機塩基のいずれでもよく、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム、炭酸ナトリウム、アンモニア、トリエチルアミン、トリエタノールアミン、モノエタノールアミン、ピリジン、アルギニン、リジン等が挙げられるが、水酸化ナトリウムおよび水酸化カリウムが好ましい。

酸性または塩基性溶媒における酸または塩基の量は、特に限定はなく、 N^{ϵ} -長鎖アシルリジンが溶解できる程度であればよい。

晶析時の温度は、 20°C 以下であれば特に限定はないが、メジアン径及び／または平均粒子径及び／または 90% 粒子径 D_{90} (個数基準分布) の小さい結晶を得られるという点で、 15°C 以下であることが好ましく、 10°C 以下であることが更に好ましく、 8°C 以下であることが特に好ましい。また、晶析時の温度の下限は、溶媒の凝固点以上であればよい。

晶析の際に用いる酸性溶液は、上述した酸により調製することができる。前記酸性溶液の pH は、 0.2 以上 2.0 より低く、好ましくは $0.7 \sim 1.3$ であり、より好ましくは $0.8 \sim 1.1$ である。

生成した結晶の取り上げ、乾燥の方法は、通常用いられる方法により行うことができる。

このようにして得られた N^{ϵ} -長鎖アシルリジン結晶は、洗浄料組成物の中で安定なパール化剤として機能し、更にこのような結晶を含む洗浄料組成物で皮膚や毛髪を洗浄した

場合、毛髪や皮膚のコンディショニング効果が向上する。また、前記結晶は洗浄料組成物に含まれる場合、洗浄料の洗浄時のぬるぬる感を押さえることができる。また、前記結晶は乳液に使用した際、乳液のしっとり感及びツヤ感を向上することができる。また、前記結晶で粉体を処理することで、粉体の感触の柔らかさと塗布時のツヤを向上させながら粉体に撥水性と撥油性の機能を付与できる。前記結晶は、好ましくは N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶、又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶である。 N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジンそれぞれの単結晶の混合物であってもよく、 N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジンの共晶であってよい。また、 N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶中に N^{ϵ} -オクタノイルリジンを99質量率以下の割合で含むことが好ましい。前記の N^{ϵ} -オクタノイルリジンの含有率は、5～75%であることがより好ましく、15～45%であることがさらに好ましく、20～30%であることが最も好ましい。

【0013】

本発明の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶、並びに N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶は、個数基準分布の90%粒子径 D_{90} が $2.8\mu m$ 以下である。本発明の結晶は洗浄料組成物の中で安定なパール化剤として機能し、更にこのような結晶を含む洗浄料組成物で皮膚や毛髪を洗浄した場合、90%粒子径 D_{90} が $3\mu m$ 以上の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶等と比べ、毛髪や皮膚のコンディショニング効果が向上する。また、本発明の結晶は洗浄料組成物に含まれる場合、洗浄料の洗浄時のぬるぬる感を押さえることができる。また、本発明の結晶は乳液に使用した際、乳液のしっとり感及びツヤ感を向上することができる。また、本発明の結晶で粉体を処理することで、粉体の感触の柔らかさと塗布時のツヤを向上させながら粉体に撥水性と撥油性の機能を付与できる。前記90%粒子径 D_{90} は、好ましくは $0.01\sim 2.8\mu m$ であり、より好ましくは $0.05\sim 1\mu m$ であり、更に好ましくは $0.1\sim 0.7\mu m$ である。

本発明の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶、並びに N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶は、さらに体積基準分布のメジアン径又は平均粒子径が $2.8\mu m$ 以下である。前記メジアン径又は平均粒子径は、好ましくは $0.01\sim 2.8\mu m$ であり、より好ましくは $0.05\sim 2.0\mu m$ であり、更に好ましくは $0.07\sim 1.5\mu m$ である。

【0014】

また、別の態様では、本発明の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶、並びに N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶のかさ密度は $0.34g/mL$ 以下である。本発明の結晶は洗浄料組成物の中で安定なパール化剤として機能し、更にこのような結晶を含む洗浄料組成物で皮膚や毛髪を洗浄した場合、かさ密度が $0.35g/mL$ 以上の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶等と比べ、毛髪や皮膚のコンディショニング効果が向上する。また、本発明の結晶は洗浄料組成物に含まれる場合、洗浄料の洗浄時のぬるぬる感を押さえることができる。また、本発明の結晶は乳液に使用した際、乳液のしっとり感及びツヤ感を向上することができる。また、本発明の結晶で粉体を処理することで、粉体の感触の柔らかさと塗布時のツヤを向上させながら粉体に撥水性と撥油性の機能を付与できる。前記かさ密度は、好ましくは $0.01\sim 0.32g/mL$ であり、 $0.05\sim 0.30g/mL$ がより好ましく、 $0.1\sim 0.25g/mL$ が更に好ましい。

【0015】

本発明の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶のメジアン径、平均粒子径及び90%粒子径 D_{90} は、レーザー回折／散乱式の粒子径分布測定装置を使用し、個数基準又は体積基準の粒子径分布を測定することによって求めることができる。メジアン径とは、通過分積算%の分布曲線が50%の横軸と交差するポイントの粒子径を意味し、90%粒子径 D_{90} は通過分積算%の分布曲線が90%の横軸と交差するポイントの粒子径を意味する。平均粒子径とは、分布の算術平均粒子径を意味する。「個数基準分布」とは、粒子径分布のそれぞれの粒径の頻度を計算

するとき、粒子の数を計数してその個数を基準に計算している粒子径分布を表し、「体積基準分布」とは、粒子径分布のそれぞれの粒径の頻度を計算するとき、球状として仮定した粒子の体積を計数してその値を基準に計算している粒子径分布を表す。

【0016】

本発明は、上記N^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を0.01～99.9質量率で含む組成物を提供する。本発明の前記組成物は、工業用途の組成物として用いることができる。例えば、顔料の発色、付着性及び持続性を向上させるために印刷又は筆記用のインク、鉛筆の芯などに配合することができる。更に、顔料の酸化防止、撥水性向上、分散性の向上の観点からペイントに配合することができ、タイヤや紙にも配合することができる。また、機械の滑沢剤としても使用することができる。

10

本発明の前記組成物はまた、化粧料または外用剤として用いることができる。前記化粧料または外用剤は、常法に従って、例えば所望の部位（例、皮膚、毛髪、頭皮、口唇、目元、まつげ、瞼、爪）に適用可能な任意の形態の製剤とすることができる。皮膚、口唇、まつげ、爪に対する化粧料または外用剤としては、例えば、サンスクリーン、ボディーパウダー、スプレーなどの日焼け止め、ファンデーション、プライマー、ボディカラー、ブロンザー、フェイスパウダー、マニキュア、チークカラー、化粧下地、コンシーラーなどのメイクアップ化粧料、リップカラー、リップライナー、リップスティックなどの口唇用化粧料、アイライナー、アイシャドウ、アイブロー、マスカラなどアイメイク化粧料、乳液、化粧水、クリーム、ジェル、美容液などのリーブオン化粧料、フェイスマスクが挙げられる。毛髪に対する化粧料または外用剤としては、例えば、整髪剤、毛髪用乳液、ヘアトリートメント、ヘアコンディショナー、ヘアローションが挙げられる。頭皮に対する化粧料または外用剤としては、例えば、育毛剤が挙げられる。好ましい化粧料としては、例えば、メイクアップ化粧料、アイメイク化粧料、口唇用化粧料、リーブオン化粧料が挙げられる。好ましい外用剤としては、例えば、軟膏剤、クリーム剤、ムース剤、ゲルが挙げられる。

20

本発明の前記組成物は、洗浄料組成物として用いることができる。洗浄料組成物としては、界面活性剤を含む洗浄料組成物であれば特に制限することがなく、本発明の効果が発揮される。より好ましい例としては洗顔、ボディーソープ、石鹸、クレンジングバーム、クレンジングオイルなどの皮膚用洗浄料、シャンプーなどの毛髪用洗浄料、食器洗い用洗浄料、野菜洗い用洗浄料、機械洗い用洗浄料など洗浄料組成物が挙げられる。

30

【0017】

本発明の処理粉体は、粉体及び上記N^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を混合することによって得ることができる。粉体としては、工業用途や化粧料に用いられるもの（顔料、色素、樹脂、パール）であれば特に限定はないが、例としては、ナイロンビーズ、シリコンビーズ、ポリエチレンビーズ等の樹脂粉体；

酸化鉄（黄色顔料）、酸化鉄（赤色顔料）、酸化鉄（黒色顔料）、酸化スズ、酸化クロム、酸化コバルト、酸化亜鉛、顔料級酸化亜鉛、酸化チタン、顔料級酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化アルミニウム、酸化セリウム、微粒子酸化チタン、超微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化鉄などの金属酸化物；

40

ケイ酸塩（ケイ酸（Al／Ca／Na）、ケイ酸（Na／Mg）、セリサイト、マイカ、タルク、カオリン、ベントナイト、珪酸アルミニウム、珪酸マグネシウム、立方体状アルミノケイ酸Na、炭化珪素、含水シリカや無水ケイ酸（葉片状シリカ、無孔質シリカ、多孔質シリカ、多孔質シリカ、半多孔質シリカなど）などの酸化珪素など含ケイ素粉体；

ナイロンパウダー、ミリスチン酸Mgなどの金属脂肪酸石鹸、セルロース、セルロース粒子、スターチ、小麦粉、木材粉末、カーボンブラック、黒煙、群青（グンジョウ）、紺青（コンジョウ）、カルミン、などの含炭素粉体；

硫酸バリウム、板状硫酸バリウム、バタフライ状硫酸バリウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウムなどの金属塩；

50

合成金雲母（合成マイカ）、合成金雲母鉄などの含フッ素粉体；
窒化ホウ素などの含ホウ素粉体；
パール粉体、有色パール顔料、雲母チタンなどの複合粉体；
ワックス、色素、レーキ等が挙げられる。

更に、粉体はシリコーン処理、フッ素化合物処理、シランカップリング剤処理、シラン処理、有機チタネート処理、脂肪酸処理、金属石鹼処理、油剤処理、アミノ酸処理等の表面処理が施してあってもよい。なお、樹脂粉体、含ケイ素粉体、金属酸化物、含炭素粉体、含フッ素粉体、金属塩、含ホウ素粉体、複合粉体の結晶又は非結晶質の粉体は、処理後の撥水性及び撥油性の向上の点で好ましい。

上記粉体及び上記 N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶の混合は、混合機の中で1分以上混合することで実施することができる。混合時間は1分以上が好ましく、10分以上がより好ましい。生産性を落とさず、安価に生産できるという観点から混合時間は60分以下であることが好ましい。混合機としてはヘンシェルミキサー、家庭用ミキサー、ハイシェアミキサーなどの高速攪拌型混合機、W型混合機、CV型混合機、V型混合機、ロッキングミキサーなどの容器回転型混合機又は攪拌機付容器回転型混合機、リボン攪拌型、複軸パドル型、二軸遊星攪拌型、円錐スクルー型の機械攪拌式混合機、気流攪拌式混合機、ジュリアミキサー、ナウターミキサー、ノビルタなどの圧縮・せん断・衝撃型混合機などを使用することができ、安価な生産及び汎用性の観点からは高速攪拌型混合機が好ましい。

前記混合は、また上記粉体及び上記 N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶を粉碎することによって行ってもよい。前記粉碎は、上記粉体及び上記 N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶を粗砕機、中砕機や粉碎機などを用いて1分以上粉碎することで実施することができる。粉碎時間は1分以上が好ましく、10分以上がより好ましい。生産性を落とさず、安価に生産できるという観点から混合時間は60分以下であることが好ましい。粗砕機としては例えばジョークラッシャーなど、中砕機としては例えばカッターミル、らいかい機など、粉碎機としては例えば、ローラーミル、ジェットミル、ハンマーミル、ピンミル、回転ミル、アトライター、ビーズミル、アトマイザーなどを使用することができるが、これらに限定されるわけではない。安価な生産及び汎用性の観点からはジェットミル、ピンミル、回転ミル、アトマイザー、ビーズミルなどが好ましい。

上記粉体及び上記 N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶の混合過程において、沸点が130℃以下の溶媒は、混合物全体に対して質量率は10%以下の範囲で使用しても良いが、使用しないことが好ましい。

【0018】

前記処理粉体は、 N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶を0.01～99.9質量率で、好ましくは0.1～80質量率で、より好ましくは1～15質量率で含む。

N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶で処理された前記処理粉体の表面を被覆している N^{ϵ} -ラウロイルリジンの結晶のうち、90%以上の結晶の粒子径が1.8 μm 以下であり、好ましくは1.5 μm 以下であり、更に好ましくは1.2 μm 以下である。

また、 N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶で処理された前記処理粉体の表面を被覆している N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶のうち、90%以上の結晶の粒子径が2.8 μm 以下であり、好ましくは2.5 μm 以下であり、更に好ましくは1.8 μm 以下である。

上述の通り、本発明の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶で処理した粉体は、撥水性を有する。また、本発明の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶で処理した粉体は、撥油性を有する。また、本発明の N^{ϵ} -ラウロイルリジン結晶又は N^{ϵ} -オクタノイルリジン及び N^{ϵ} -ラウロイルリジン混合結晶で処理した粉体は、ソ

フトフォーカス効果を有する。

【0019】

前記処理粉体は、前記粉体に対して前記N^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を5質量率で混合して、粉体表面積の40%以上、好ましくは50%がN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶で被覆ことを含む方法で調製してもよい。被覆面積率はImage Jなどのソフトウェアによる画像解析によって求めることができる。

前記混合は、混合機の中で1分以上混合することで実施することができる。混合時間は1分以上が好ましく、10分以上がより好ましい。生産性を落とさず、安価に生産できるという観点から混合時間は60分以下であることが好ましい。混合機としてはヘンシェルミキサー、家庭用ミキサー、ハイシェアミキサーなどの高速攪拌型混合機、W型混合機、CV型混合機、V型混合機、ロッキングミキサーなどの容器回転型混合機又は攪拌機付容器回転型混合機、リボン攪拌型、複軸パドル型、二軸遊星攪拌型、円錐スクルー型の機械攪拌式混合機、気流攪拌式混合機、ジュリアミキサー、ナウターミキサー、ノビルタなどの圧縮・せん断・衝撃型混合機などを使用することができ、安価な生産及び汎用性の観点からは高速攪拌型混合機が好ましい。

前記混合は、また上記粉体及び上記N^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を粉碎することによって行ってもよい。前記粉碎は、上記粉体及び上記N^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を粗砕機、中砕機や粉碎機などを用いて1分以上粉碎することで実施することができる。粉碎時間は1分以上が好ましく、10分以上がより好ましい。生産性を落とさず、安価に生産できるという観点から混合時間は60分以下であることが好ましい。粗砕機としては例えばジョークラッシャーなど、中砕機としては例えばカッターミル、らいかい機など、粉碎機としては例えば、ローラーミル、ジェットミル、ハンマーミル、ピンミル、回転ミル、アトライター、ビーズミル、アトマイザーなどを使用することができるが、これらに限定されるわけではない。安価な生産及び汎用性の観点からはジェットミル、ピンミル、回転ミル、アトマイザー、ビーズミルなどが好ましい。

前記混合は、沸点が130℃以下の溶媒を処理粉体全体に対して10%以下の質量率で使用しても良いが、環境負荷を軽減させながら安易に低コストで生産できるという点において、溶媒を必要としない乾式混合によって行うことが好ましい。

【0020】

本発明は、上記処理粉体を0.01~99.9質量率で含む組成物を提供する。本発明の前記組成物は、工業用途の組成物として用いることができる。例えば、顔料の発色、付着性及び持続性を向上させるために印刷又は筆記用のインク、鉛筆の芯などに配合することができる。更に、顔料の酸化防止、撥水性向上、分散性の向上の観点からペイントに配合することができ、タイヤや紙にも配合することができる。また、機械の滑沢剤としても使用することができる。

本発明の前記組成物はまた、化粧料または外用剤として用いることができる。前記化粧料または外用剤は、常法に従って、例えば所望の部位（例、皮膚、毛髪、頭皮、口唇、目元、まつげ、瞼、爪）に適用可能な任意の形態の製剤とすることができる。皮膚、口唇、まつげ、爪に対する化粧料または外用剤としては、例えば、サンスクリーン、ボディーパウダー、スプレーなどの日焼け止め、ファンデーション、プライマー、ボディカラー、ブロンザー、フェイスパウダー、マニキュア、チークカラー、化粧下地、コンシーラーなどのメイクアップ化粧料、リップカラー、リップライナー、リップスティックなどの口唇用化粧料、アイライナー、アイシャドウ、アイブロー、マスカラなどアイメイク化粧料、乳液、化粧水、クリーム、ジェル、美容液などのリーブオン化粧料、フェイスマスクが挙げられる。毛髪に対する化粧料または外用剤としては、例えば、整髪剤、毛髪用乳液、ヘアトリートメント、ヘアコンディショナー、ヘアローションが挙げられる。頭皮に対する化粧料または外用剤としては、例えば、育毛剤が挙げられる。好ましい化粧料としては、例

例えば、メイクアップ化粧料、アイメイク化粧料、口唇用化粧料、リーブオン化粧料が挙げられる。好ましい外用剤としては、例えば、軟膏剤、クリーム剤、ムース剤、ゲルが挙げられる。

本発明の前記組成物は、洗浄料組成物として用いることができる。洗浄料組成物としては、界面活性剤を含む洗浄料組成物であれば特に制限することがなく、本発明の効果が発揮される。より好ましい例としては洗顔、ボディークリーム、石鹸、クレンジングバーム、クレンジングオイルなどの皮膚用洗浄料、シャンプーなどの毛髪用洗浄料、食器洗い用洗浄料、野菜洗い用洗浄料、機械洗い用洗浄料など洗浄料組成物が挙げられる。

本発明結晶又は処理粉体はこれらの効果が損なわない範囲であれば、カプリリルグリコール、カプリル酸グリセリル、フェノキシエタノール、クロルフェネシン、ベンチレングリコール、ヘキシレングリコール、メチルパラベン、プロピルパラベンなどの防腐剤；トコフェロール、ビタミンC、BHTなどの酸化防止剤；エチレンジアミン四酢酸Naなどのキレート剤；エチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロースなどの結合剤；キサンタンガム、カルボマー、ポリアクリレートクロスポリマーなどの増粘剤；ジブチルエチルヘキサノイルグルタミド、ジブチルエラウロイルグルタミド、パルミチン酸デキストリン、ポリアミド-3などの油ゲル化剤；グリセリン、1,3-ブチレングリコールなどの保湿剤；ポリオキシエチレン系又はポリソルベート系乳化剤、脂肪酸ポリグリセリル、ソルビタン脂肪酸エステルなどの乳化剤；エステル油、炭化水素油などの油剤と配合されることができる。

【実施例】

【0021】

粒度分布及び粒子径の測定方法：

レーザー回折／散乱式の粒子径分布測定装置（HORIBA社製、Particla LA-950）を使用し、体積累積値を使って粒子径分布を測定した。測定して得られた結果を装置付属のソフトウェアを用いて解析することにより個数基準分布及び体積基準分布の各種粒子径を求めた。20mgのN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶を5gのイソプロピルアルコールに添加し、出力300Wattの超音波装置を用いて30分間超音波に攪拌しながらさらして解砕し、分散した。この分散液の適量を装置の手順に従って500mLイソプロピルアルコールに添加し、透明度を確認しながら、適度な濃度の分散サンプルを調整した。このサンプルを10mL/minの流量で循環させながら30分間超音波を当てて一次粒子まで分散させ、脱気したのち、フローセルを用いてサンプル中のN^ε-ラウロイルリジン結晶の粒度分布及び各種粒子径を求めた。

【0022】

かさ密度の測定方法：

N^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶をミキサーで2分以上攪拌させ解砕した。得られた結晶のかさ密度をパウダーレオメータFT-4（フリーマンテクノロジーTM社製）を用いて測定した。具体的には、一定量のN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶をホルダーに測り取った後、利用手順に沿ってコンディショニングを行った。コンディショニング後の体積及びN^ε-ラウロイルリジン結晶又はN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶の質量から下記式よりかさ密度を測定した。

かさ密度＝コンディショニング後の質量／コンディショニング後の体積（g/mL）

【0023】

〔粉碎法による微粉体N^ε-ラウロイルリジン結晶の作製〕

（比較例1-1）

以下のようにして、アルコールが存在しない条件下で乾式粉碎法を用いて90%粒子径D₉₀（個数基準分布）15.7μmのN^ε-ラウロイルリジンの結晶を粉碎した。

N^ε-ラウロイルリジン結晶100重量部に対して、水16重量部を加えて混合した後、乾式ビーズミル（アシザワ・ファインテック社製、型式SDA-120）に混合物を0

・ 5 kg/h の速度でフィードして粉碎した。ビーズとして部分安定化ジルコニア（PSZ）製のビーズ（径 1.5 mm）を使用し、ビーズの充填率は容量に対し 70%（ v/v ）にした。粉碎後に得られた粉末を乾燥させ、ミキサーで解砕して目的とする微粉体 N^ε-ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表 1 に示す。

【0024】

（比較例 1-2）

以下のようにして、溶媒が存在する条件下で乾式粉碎法を用いて 90% 粒子径 D₉₀（個数基準分布）15.7 μm の N^ε-ラウロイルリジンの結晶を粉碎した。

N^ε-ラウロイルリジン結晶 100 重量部に対して、エタノール 1 重量部を加えて混合した後、乾式ビーズミル（アシザワ・ファインテック社製、型式 SDA-120）に混合物を 0.5 kg/h の速度でフィードして粉碎した。ビーズとして部分安定化ジルコニア（PSZ）製のビーズ（径 1.5 mm）を使用し、ビーズの充填率は容量に対し 70%（ v/v ）にした。粉碎後に得られた粉末を乾燥させ、高速混合機で解砕して目的とする微粉体 N^ε-ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表 1 に示す。

【0025】

（比較例 1-3）

以下のようにして、アルコールが存在する条件下で湿式粉碎法を用いて 90% 粒子径 D₉₀（個数基準分布）15.7 μm の N^ε-ラウロイルリジンの結晶を粉碎した。

特開平 09-323914 号公報の実施例に従って N^ε-ラウロイルリジンの粉碎を行った。粉碎後に得られた粉末を乾燥させ、高速混合機で解砕して目的とする微粉体 N^ε-ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表 1 に示す。

【0026】

（比較例 1-4）

以下のようにして、アルコールが存在せず、水も存在しない条件下で乾式粉碎法を用いて 90% 粒子径 D₉₀（個数基準分布）15.7 μm の N^ε-ラウロイルリジンの結晶を粉碎した。

特許第 4826049 号公報に記載の製造比較例 4 に従って N^ε-ラウロイルリジンの粉碎を行い微粉体 N^ε-ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表 1 に示す。

【0027】

比較例 1-1～1-4 で得られた微粉体 N^ε-ラウロイルリジン結晶の粒子径及び物性を表 1 にまとめる。

10

20

30

40

50

【表 1】

表 1：微粉体N^ε－ラウロイルリジン結晶の粒子径及び物性

粉碎条件	比較例 1－1	比較例 1－2	比較例 1－3	比較例 1－4
使用粉碎機と粉碎法	乾式ビーズ ミル	乾式ビーズ ミル	湿式ビーズ ミル	ジェット ミル
アルコールの質量率/ N ^ε －ラウロイルリジンの質量率	0	0.01	10	0
水の質量率/ N ^ε －ラウロイルリジンの質量率	0.16	0	0	0
粉碎回数	1	1	20	－
90%粒子径D ₉₀ (個数基準分布) μm	6.30	6.80	3.60	8.80
平均粒子径 (個数基準分布) μm	3.80	3.90	2.90	4.30
平均粒子径 (体積基準分布) μm	6.40	8.40	3.50	9.00
メジアン径 (体積基準分布) μm	6.10	8.50	3.40	8.90
かさ密度 g/mL	0.37	0.39	0.35	0.40

10

20

【0028】

〔晶析法による微粉体N^ε－ラウロイルリジン結晶又はN^ε－オクタノイルリジン及びN^ε－ラウロイルリジン混合結晶の作製〕：

(実施例2－1)

メタノール97.4gと水62.7gの混合溶液に水酸化ナトリウム5.7gを室温にて溶解させた後、約50℃に加温してから市販のN^ε－ラウロイルリジン結晶36.4gを加え同温度にて溶解させた。

その後、10℃以下に冷却し続けた0.1mol/Lの濃度の塩酸水溶液(600mL)に、pHを0.7～1.3に維持しながら、N^ε－ラウロイルリジンの溶液を75分かけて滴下した。

30

滴下終了後、水酸化ナトリウムでpHを7.0に調整し、析出した結晶を濾過し、減圧乾燥して白色結晶36.0gを得た。

得られた白色結晶を乾燥させ、高速混合機で解砕して目的とする微粉体N^ε－ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表2－1に示す。

【0029】

(実施例2－2)

メタノール97.4gと水62.7gの混合溶液に水酸化ナトリウム5.7gを室温にて溶解させた後、約50℃に加温してから市販のN^ε－ラウロイルリジン結晶36.4gを加え同温度にて溶解させた。

その後、0℃以下に冷却し続けた0.085mol/Lの濃度の塩酸水溶液(150mL)に、pHを0.8～1.1に維持しながら、N^ε－ラウロイルリジンの溶液を25分かけて滴下した。

40

滴下終了後、水酸化ナトリウムでpHを7.0に調整し、析出した結晶を濾過し、減圧乾燥して白色結晶36.0gを得た。

得られた白色結晶を乾燥させ、高速混合機で解砕して目的とする微粉体N^ε－ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表2－1に示す。

【0030】

(実施例2－3)

市販のN^ε－ラウロイルリジン結晶の代わりに市販のN^ε－オクタノイルリジン結晶及びN^ε－ラウロイルリジン結晶を1：1の割合で使用した以外は、実施例2－2の方法に

50

従ってN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶（1：1）を得た。得られた混合体のかさ密度及び各種粒子径を表2-2に示す。

【0031】

（実施例2-4）

市販のN^ε-ラウロイルリジン結晶の代わりに市販のN^ε-オクタノイルリジン結晶及びN^ε-ラウロイルリジン結晶を1：3の割合で使用した以外は、実施例2-2の方法に従ってN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶（1：3）を得た。得られた混合体のかさ密度及び各種粒子径を表2-2に示す。

【0032】

（実施例2-5）

市販のN^ε-ラウロイルリジン結晶の代わりに市販のN^ε-オクタノイルリジン結晶及びN^ε-ラウロイルリジン結晶を1：9の割合で使用した以外は、実施例2-2の方法に従ってN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶（1：9）を得た。得られた混合体のかさ密度及び各種粒子径を表2-2に示す。

【0033】

（実施例2-6）

市販のN^ε-ラウロイルリジン結晶の代わりに市販のN^ε-オクタノイルリジン結晶及びN^ε-ラウロイルリジン結晶を3：1の割合で使用した以外に実施例2-2の方法に従ってN^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶（3：1）を得た。得られた混合体のかさ密度及び各種粒子径は表2-2で示した。

【0034】

（比較例2-1）

特開平8-337519号公報に記載の製造例1に従ってN^ε-ラウロイルリジン30gを10%水酸化ナトリウム水溶液150mLに溶解した。

得られたN^ε-ラウロイルリジンの溶液を、室温で2mol/L塩酸水溶液200mL中に、pHを2～5に維持し、攪拌しながら滴下した。

全量滴下した後、水酸化ナトリウムでpHを7.0に調整し、析出した結晶を濾過し、乾燥して白色結晶29.6gを得た。

得られた白色結晶を乾燥させ、高速混合機で解砕して目的とする微粉体N^ε-ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表2-1に示す。

【0035】

（比較例2-2）

特許第4826049号に記載の製造実施例2に従って、メタノール97.4gと水62.7gの混合溶液に水酸化ナトリウム5.7gを室温にて溶解させた後、約50℃に加温してからN^ε-ラウロイルリジン36.4gを加え同温度にて溶解させた。

その後、同溶液を25℃まで冷却し、同温度にて17.5%塩酸38.0gを約4時間かけて、pHを7～12に維持し、攪拌しながら滴下した。

全量滴下した後、塩酸でpHを7.0に調整し、析出した結晶を濾過し、乾燥して白色結晶35.0gを得た。

得られた白色結晶を乾燥させ、高速混合機で解砕して目的とする微粉体N^ε-ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表2-1に示す。

【0036】

（比較例2-3）

メタノール97.4gと水62.7gの混合溶液に水酸化ナトリウム5.7gを室温にて溶解させた後、約50℃に加温してからN^ε-ラウロイルリジン36.4gを加え同温度にて溶解させた。

その後、25℃に制御し続けた1.01mol/Lの濃度の塩酸水溶液（150mL）に、反応系のpHを制御せず、N^ε-ラウロイルリジンの溶液を25分かけて滴下した。

滴下終了後、水酸化ナトリウムでpHを7.0に調整し、析出した結晶を濾過し、減圧乾燥して白色結晶35.8gを得た。

10

20

30

40

50

得られた白色結晶を乾燥させ、高速混合機で解砕して目的とする微粉体N^ε-ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表2-1に示す。

【0037】

(比較例2-4)

メタノール97.4gと水62.7gの混合溶液に水酸化ナトリウム5.7gを室温にて溶解させた後、約50℃に加温してからN^ε-ラウロイルリジン36.4gを加え同温度にて溶解させた。

その後、5℃に制御し続けた1.01mol/Lの濃度の塩酸水溶液(150mL)に、反応系のpHを制御せず、N^ε-ラウロイルリジンの溶液を25分かけて滴下した。

滴下終了後、水酸化ナトリウムでpHを7.0に調整し、析出した結晶を濾過し、減圧乾燥して白色結晶34.9gを得た。

得られた白色結晶を乾燥させ、高速混合機で解砕して目的とする微粉体N^ε-ラウロイルリジン結晶を得た。得られた結晶のかさ密度及び各種粒子径を表2-1に示す。

【0038】

実施例2-1～2-6、参考例2-1、並びに比較例2-1～2-4で得られたN^ε-ラウロイルリジン結晶、N^ε-オクタノイルリジン結晶、N^ε-オクタノイルリジン及びN^ε-ラウロイルリジン混合結晶の粒子径及び物性を表2-1及び2-2に示す。

【表2-1】

表2-1：微粉体N^ε-ラウロイルリジン結晶の粒子径及び物性

品析条件	実施例 2-1	実施例 2-2	比較例 2-1	比較例 2-2	比較例 2-3	比較例 2-4
滴下法	酸中に 塩基性 溶液	酸中に 塩基性 溶液	酸中に 塩基性 溶液	塩基性 溶液中 に酸	酸中に 塩基性 溶液	酸中に 塩基性 溶液
N ^ε -ラウロイルリジンの 塩基性溶液を中和晶析する ため用いる酸性溶液中の 初期酸濃度 mol/L	0.1	0.085	2	6	1.01	1.01
中和晶析反応時に目的の 粒子径を得るに必要な pH制御範囲	0.7～1. 3	0.8～1. 1	2～5	7～12	pH範 囲を制 御せず	2～5
中和晶析工程の温度 (℃)	10	0	25	10	25	5
90%粒子径D ₉₀ (個数基準分布) μm	0.20	0.20	17.20	6.70	15.60	10.00
平均粒子径 (個数基準分布) μm	0.18	0.12	9.80	3.60	8.80	7.20
平均粒子径 (体積準分布) μm	1.80	0.37	18.00	6.20	16.10	11.60
メジアン径 (体積準分布) μm	1.50	0.37	17.80	6.00	16.00	10.40
かさ密度 g/mL	0.18	0.14	0.42	0.38	0.42	0.40

10

20

30

40

50

【表 2 - 2】

表 2 - 2 : N^ε - オクタノイルリジン及び N^ε - ラウロイルリジン混合結晶の
粒子径及び物性

晶析条件	実施例 2 - 3	実施例 2 - 4	実施例 2 - 5	実施例 2 - 6
滴下法	酸中に塩 基性溶液	酸中に塩 基性溶液	酸中に塩 基性溶液	酸中に塩 基性溶液
中和晶析するため用いる 酸性溶液中の初期酸濃度 mol/L	0.085	0.085	0.085	0.085
中和晶析反応時に目的の 粒子径を得るに必要な pH 制御範囲	0.8 ~ 1.1	0.8 ~ 1.1	0.8 ~ 1.1	0.8 ~ 1.1
中和晶析工程の温度 (°C)	0	0	0	0
90% 粒子径 D ₉₀ (個数基準分布) μm	0.42	0.42	0.42	0.42
平均粒子径 (個数基準分布) μm	0.30	0.30	0.30	0.30
平均粒子径 (体積基準分布) μm	3.60	2.70	2.10	4.20
メジアン径 (体積基準分布) μm	2.30	0.86	0.67	3.90
かさ密度 g/mL	0.22	0.17	0.16	

【0039】

(実施例 3)

各種粉体を表 5 - 1 ~ 5 - 4 に示した割合及び方法で処理し、処理された粉体の撥水性及び撥油性を評価した。図 1 ~ 19 に撥水性の評価結果を示し、図 20 ~ 24 に撥油性の評価結果を示す。

【0040】

撥水性の評価：

5 g の溶媒をバイアルに測り取り、30 mg の未処理粉体又は各種処理粉体を溶媒の表面に 3 cm 高さから 2 秒以内に添加した。添加後 60 分間静置した後、溶媒の上に浮く粉体量を目視及び Image J による画像解析により把握した。溶媒の上に浮く粉体量が多い程、粉体の表面が N^ε - ラウロイルリジン結晶又は N^ε - オクタノイルリジン及び N^ε - ラウロイルリジン混合結晶で効率的に被覆され、粉体表面が溶媒に濡れにくくなり、撥水性が高くなっていると判断できる。

各種粉体の撥水性の評価のため用いた溶媒は粉体の表面に性質によって表 3 に示す通りに調製した。

10

20

30

40

50

【表 3】

表 3：各種粉体の撥水性の評価のため用いた溶媒

	水 (質量率)	エタノール (質量率)
板状ケイ酸塩	70	30
球状又は棒状金属酸化物	90	10
板状金属酸化物	90	10
含炭素粉体	90	10
無水ケイ酸、含水シリカ、ベントナイト	100	0

10

【0041】

撥油性の評価：

油脂の組成物に類似の油類を表 4 に示す割合で均一に混合し液状の疑似皮脂を作製した。この疑似皮脂 5 g をバイアルに測り取り、30 mg の未処理粉体又は各種処理粉体を液状皮脂の表面に 3 cm 高さから 2 秒以内に添加した。添加後一定時間静置した後、液状皮脂の上に浮く粉体量を目視及び Image J による画像解析により把握した。液状皮脂の上に浮く粉体量が多い程、粉体の表面が N^ε-ラウロイルリジン結晶又は N^ε-オクタノイルリジン及び N^ε-ラウロイルリジン混合結晶で効率的に被覆され、粉体表面が液状皮脂に濡れにくくなり、撥油性が高くなっていると判断できる。

20

【表 4】

表 4

油類	質量率
トリ（カプリル／カプリン酸）グリセリル	33.3
ミリスチン酸オクチルドデカノール	33.3
オレイン酸	20
スクワラン	13.4

30

40

50

【表 5 - 1】

表 5-1：各種粉末のN e-ラウロイルリジン結晶による処理方法の詳細

粉体の種類	単結晶法による粉体の処理				粉体100質量率に対して市販のN'- ラウロイルリジン結晶 (D90=15.7μm) の質量率 (%)	粉体100質量率に対して比較例1 -3のN'-ラウロイルリジン結 晶の質量率 (%)	粉体100質量率に対して比較例2 -2のN'-ラウロイルリジン結 晶の質量率 (%)	粉体100質量率に対して比較例2 -4のN'-ラウロイルリジン結 晶の質量率 (%)
	混合機 の 回転速度 /s	混合 時間 (分)	混合 温度 (℃)					
比較例3-1	タルク	40	10	5				
比較例3-2	タルク	40	10	3				
比較例3-3	セリサイト	40	10	3				
比較例3-4	顔料級酸化チタン	40	10	5				
比較例3-5	超微粒子酸化チタン	40	10	5				
比較例3-6	超微粒子バリウム	40	10	5				
比較例3-7	酸化アルミニウム	40	10	5				
比較例3-8	シリカ	40	10	5				
比較例3-9	タルク	40	10			5		
比較例3-10	タルク	40	10			3		
比較例3-11	超微粒子酸化チタン	40	10			5		
比較例3-12	顔料級酸化チタン	40	10			5		
比較例3-13	酸化鉄 (赤色顔料)	40	10			5		
比較例3-14	超微粒子バリウム	40	10			5		
比較例3-15	酸化アルミニウム	40	10			5		
比較例3-16	タルク	40	10				5	
比較例3-17	タルク	40	10				3	
比較例3-18	顔料級酸化チタン	40	10				5	
比較例3-19	超微粒子酸化チタン	40	10				5	
比較例3-20	タルク	40	10					5
比較例3-39	セリサイト	40	10	5				

10

20

30

40

50

【表 5 - 2】

表 5 - 2 : 各種粉体の N ϵ -ラウロイルリジン結晶による処理方法の詳細

	粉体の種類	湿式処理 法による 粉体処理	未処理粉体	複合化処理機 械で混合によ る粉体の処理
		粉体100質量 率に対して N ϵ -ラウロ イルリジンの 質量率 (%)		粉体100質量率 に対して市販の N ϵ -ラウロイ ルリジン結晶 (D90=15.7 μ m) の質量率 (%)
比較例 3 - 2 1	タルク	5		
比較例 3 - 2 2	セリサイト	5		
比較例 3 - 2 3	タルク		未処理粉体	
比較例 3 - 2 4	セリサイト		未処理粉体	
比較例 3 - 2 5	酸化鉄 (黄色顔料)		未処理粉体	
比較例 3 - 2 6	酸化鉄 (黒色顔料)		未処理粉体	
比較例 3 - 2 7	酸化鉄 (赤色顔料)		未処理粉体	
比較例 3 - 2 8	超微粒子酸化チタン		未処理粉体	
比較例 3 - 2 9	顔料級酸化チタン		未処理粉体	
比較例 3 - 3 0	板状硫酸バリウム		未処理粉体	
比較例 3 - 3 1	酸化アルミニウム		未処理粉体	
比較例 3 - 3 2	セルロース		未処理粉体	
比較例 3 - 3 3	セルロース粒子		未処理粉体	
比較例 3 - 3 4	スターチ		未処理粉体	
比較例 3 - 3 5	シリカ		未処理粉体	
比較例 3 - 3 6	六角板状酸化亜鉛		未処理粉体	
比較例 3 - 3 7	タルク			5
比較例 3 - 3 8	顔料級酸化チタン	5		

10

20

30

40

50

【表 5－3】

表 5－3：各種粉体のN ϵ －ラウロイルリジン結晶による処理方法の詳細

	粉体の種類	単純混合法による粉体の処理		
		混合機の 羽根周速 m/s	混合 時間 (分)	粉体100質量率に対 して実施例2－1の N ϵ －ラウロイルリ ジン結晶の質量率 (%)
実施例3－1	タルク	40	10	5
実施例3－2	タルク	40	10	3
実施例3－3	セリサイト	40	10	5
実施例3－4	タルク	40	10	7
実施例3－5	タルク	40	10	10
実施例3－6	タルク	40	20	5
実施例3－7	タルク	40	30	5
実施例3－8	タルク	40	60	5
実施例3－9	酸化鉄（黄色顔料）	40	10	5
実施例3－10	酸化鉄（黒色顔料）	40	10	5
実施例3－11	酸化鉄（赤色顔料）	40	10	5
実施例3－12	超微粒子酸化チタン	40	10	5
実施例3－13	顔料級酸化チタン	40	10	5
実施例3－14	六角板状酸化亜鉛	40	10	5
実施例3－15	板状硫酸バリウム	40	10	5
実施例3－16	酸化アルミニウム	40	10	5
実施例3－17	セルロース	40	10	5
実施例3－18	セルロース粒子	40	10	5
実施例3－19	スターチ	40	10	5
実施例3－20	スターチ	40	10	20
実施例3－21	シリカ	40	10	5

10

20

30

40

50

【表 5 - 4】

表 5 - 4 : 各種粉体の N ^ε -オクタノイルリジン及び N ^ε -ラウロイルリジン混合結晶による処理方法の詳細							
	粉体の種類	単純混合法による粉体の処理					粉体 100 質量率に對して実施例 2 - 6 の結晶の質量率 (%)
		混合機の羽根の周速 m/s	混合時間 (分)	粉体 100 質量率に對して実施例 2 - 3 の結晶の質量率 (%)	粉体 100 質量率に對して実施例 2 - 4 の結晶の質量率 (%)	粉体 100 質量率に對して実施例 2 - 5 の結晶の質量率 (%)	
実施例 3 - 2 2	タルク	40	10	5			
実施例 3 - 2 3	タルク	40	10		5		
実施例 3 - 2 4	タルク	40	10			5	
実施例 3 - 2 5	タルク	40	10				5

【 0 0 4 2 】

単純混合による粉体の処理方法：

ヘンシェル混合機（日本コークス工業社製 F M 1 0 C / I）に各種粉体及び N^ε-ラウロイルリジンの結晶又は N^ε-オクタノイルリジン及び N^ε-ラウロイルリジン混合結晶を添加し室温で攪拌混合した。また、混合操作により混合機内の温度は徐々に上昇した場合、混合機内の最大温度が 8 0 °C よりも低くなるように制御した。

【 0 0 4 3 】

湿式処理法による粉体の処理方法：

N^ε-ラウロイルリジン 5 g を 1 . 5 % アルカリ水溶液に溶解し、得られた溶液に各種

10

20

30

40

50

粉末 100 g を添加して懸濁させ（粉体含量 20 重量％）、30 分間攪拌した。次いで、塩酸を添加して pH 7.0 に中和し、更に 30 分間攪拌を続けた。その後、濾過、水洗を繰り返してから 80℃ で 30 時間乾燥した。この乾燥体を解砕することにより、N^ε-ラウロイルリジンの被膜が形成された各種粉体を得た。

【0044】

複合化処理機械での混合による粉体の処理方法：

ハイブリダイゼーションシステム NHS-1-2 L（奈良機械製）を用いて粉体 200 g に対してメジアン径 20 μm の N^ε-ラウロイルリジンの結晶を 5 g 添加し、ローター周速 100 m/s で 3 分間混合処理を行った。

【0045】

処理状態の顕微鏡観察：

実施例 2-1 で得られた結晶に金プラチナを蒸着した後、走査型電子顕微鏡（JEOL JCM-6000 PLUS）による観察を行い、表面の状態の画像を記録した。記録した画像を図 25 に示す。

【0046】

処理粉体表面を被覆している N^ε-ラウロイルリジンの結晶の粒子径の算出：

実施例 3-19 の処理粉体を金プラチナで蒸着した後、走査型電子顕微鏡（JEOL JCM-6000 PLUS）で観察した。得られた画像から粉体表面に付着している板状の N^ε-ラウロイルリジンの結晶 500 個の粒子径を測り出した。N^ε-ラウロイルリジンの結晶のうち、粒子径が 1.8 μm 以下の N^ε-ラウロイルリジン結晶の数が 483 個（96.6％）であった。

【0047】

処理粉体表面を被覆している N^ε-オクタノイルリジン及び N^ε-ラウロイルリジン混合結晶の粒子径の算出：

実施例 3-24 の処理粉体を金プラチナで蒸着した後、走査型電子顕微鏡（JEOL JCM-6000 PLUS）で観察した。得られた画像から粉体表面に付着している板状結晶 500 個の粒子径を測り出した。全結晶のうち、粒子径が 1.8 μm 以下の板状結晶の数が 461 個（92.2％）で、2.8 μm 以下の板状結晶の数が 489 個（97.8％）であった。

【0048】

N^ε-ラウロイルリジンの結晶による処理粉体表面の被覆率算出：

実施例 3-19 の処理粉体を金プラチナで蒸着した後、走査型電子顕微鏡（JEOL JCM-6000 PLUS）で観察した。得られた粉体の画像の 1 cm² に板状の N^ε-ラウロイルリジン結晶が付着してない部分を特定し、その面積を Image J によって算出した。粉体 20 個に対して同様な処理を行った結果、粉体の画像の 1 cm² に対して平均して 0.67 cm²（67％）が N^ε-ラウロイルリジンで被覆されていることがわかった。

【0049】

（実施例 4）

各種粉体を表 6 に示した割合で、単純混合による粉体の処理方法により混合した。得られた混合粉体は良好な撥水性と撥油性を有し、柔らかい感触を有し、肌への密着感に優れていた。

10

20

30

40

50

【表 6】

表 6

原料名	品番	製造元	配合量 (質量率%)
タルク	JA-46R	浅田製粉 株式会社	55
セリサイト	セリサイトFSE	三信鉱工 株式会社	20
マイカ	Y-2300X	株式会社 ヤマグチマイカ	8
顔料級酸化チタン	CR-50	石原産業 株式会社	10
酸化鉄：黄色 (ジメチコン処理済み)	SA-YELLOW LL-100P	三好化成 株式会社	1.3
酸化鉄：赤 (ジメチコン処理済み)	SA-RED R-516PS	三好化成 株式会社	0.5
酸化鉄：黒 (ジメチコン処理済み)	SA-BLACK BL-100P	三好化成 株式会社	0.2
実施例 2-1 の N ^ε -ラウロイルリジン結晶			5
合計			100

混合機の羽根周速m/s	40
混合時間(分)	30

【0050】

(実施例 5-1)

各種粉体を表 7 に示した割合で、単純混合による粉体の処理方法により混合した。得られた混合粉体は良好な撥水性と撥油性を有し、柔らかい感触を有し、肌への密着感に優れていた。

【表 7】

表 7

原料名	品番	製造元	配合量 (質量率%)
実施例 3-1 の粉体	-	-	60
実施例 3-3 の粉体	-	-	20
実施例 3-1 3 の粉体	-	-	10
マイカ	Y-2300X	株式会社 ヤマグチマイカ	8
酸化鉄:黄色 (ジメチコン処理済み)	SA-YELLOW LL-100P	三好化成 株式会社	1.3
酸化鉄:赤 (ジメチコン処理済み)	SA-RED R-516PS	三好化成 株式会社	0.5
酸化鉄:黒 (ジメチコン処理済み)	SA-BLACK BL-100P	三好化成 株式会社	0.2
合計			100

10

混合機の羽根周速m/s	40
混合時間(分)	30

20

【0051】

(比較例 5-1)

各種粉体を表 8 に示した割合で、単純混合による粉体の処理方法により混合した。得られた混合粉体は十分な撥水性と撥油性を有さず、柔らかい感触及び肌への密着感も十分ではなかった。

【表 8】

表 8

原料名	品番	製造元	配合量 (質量率%)
比較例 3-2 1 の粉体	-	-	60
比較例 3-2 2 の粉体	-	-	20
比較例 3-3 8 の粉体	-	-	10
マイカ	Y-2300X	株式会社 ヤマグチマイカ	8
酸化鉄:黄色 (ジメチコン処理済み)	SA-YELLOW LL-100P	三好化成 株式会社	1.3
酸化鉄:赤 (ジメチコン処理済み)	SA-RED R-516PS	三好化成 株式会社	0.5
酸化鉄:黒 (ジメチコン処理済み)	SA-BLACK BL-100P	三好化成 株式会社	0.2
合計			100

30

混合機の羽根周速m/s	40
混合時間(分)	30

40

【0052】

50

〔比較例 5－2〕

各種粉体を表 9 に示した割合で、単純混合による粉体の処理方法により混合した。得られた混合粉体はほとんど撥水性と撥油性を有さず、柔らかい感触及び肌への密着感も十分ではなかった。

【表 9】

表 9

原料名	品番	製造元	配合量 (質量率%)
比較例 3－2 3 の粉体	－	－	60
比較例 3－2 4 の粉体	－	－	20
比較例 3－2 9 の粉体	－	－	10
マイカ	Y-2300X	株式会社 ヤマグチマイカ	8
酸化鉄：黄色 (ジメチコン処理済み)	SA-YELLOW LL-100P	三好化成 株式会社	1.3
酸化鉄：赤 (ジメチコン処理済み)	SA-RED R-516PS	三好化成 株式会社	0.5
酸化鉄：黒 (ジメチコン処理済み)	SA-BLACK BL-100P	三好化成 株式会社	0.2
合計			100

混合機の羽根周速m/s	40
混合時間(分)	30

【0053】

〔実施例 6〕

各種粉体を表 10 に示した割合で、衝撃型粉砕機（株式会社ダルトン製アトマイザー）を用いて 10 分間混合した。得られた混合粉体は良好な撥水性と撥油性を有し、柔らかい感触を有していた。更に顔料の均一な発色性にも優れていた。

【表 10】

表 10

原料名	品番	製造元	配合量 (質量率%)
実施例 3－1 の粉体	－	－	60
実施例 3－3 の粉体	－	－	20
実施例 3－1 3 の粉体	－	－	10
マイカ	Y-2300X	株式会社 ヤマグチマイカ	8
酸化鉄：黄色 (ジメチコン処理済み)	SA-YELLOW LL-100P	三好化成 株式会社	1.3
酸化鉄：赤 (ジメチコン処理済み)	SA-RED R-516PS	三好化成 株式会社	0.5
酸化鉄：黒 (ジメチコン処理済み)	SA-BLACK BL-100P	三好化成 株式会社	0.2
合計			100

10

20

30

40

50

【 0 0 5 4 】

(実施例 7)

各種粉体を表 1 1 に示した割合で、単純混合による粉体の処理方法により混合した。得られた混合粉体の撥水性と撥油性をそれぞれ下記より計算した。

撥水性 = $100 \times (60 \text{ 分後に溶媒の上に浮く粉体量} / 0 \text{ 分時に溶媒の上に浮く粉体量})$

撥油性 = $100 \times (5 \text{ 分後に溶媒の上に浮く粉体量} / 0 \text{ 分時に溶媒の上に浮く粉体量})$

上記式より得られた値を基に下記の評価基準に従って評価を行い、混合粉体の撥水性と撥油性の比較を行った。結果を表 1 1 に示す。

＜撥水性の良さの評価＞

- 1) 撥水性の値が 60 % 以上：とても好ましい (A)
- 2) 撥水性の値が 30 % より高く 60 % 未満：やや好ましい (B)
- 3) 撥水性の値が 10 % より高く 30 % 未満：あまり好ましくない (C)
- 4) 撥水性の値が 10 % 未満：全く好ましくない (D)

10

＜撥油性の良さの評価＞

- 1) 撥油性の値が 50 % 以上：とても好ましい (A)
- 2) 撥油性の値が 20 % より高く 50 % 未満：やや好ましい (B)
- 3) 撥油性の値が 5 % より高く 20 % 未満：あまり好ましくない (C)
- 4) 撥油性の値が 5 % 未満：全く好ましくない (D)

また、専門パネラー 4 名により、各種混合物の感触の柔らかさ及び塗布時のツヤを下記基準により評価した。

20

＜塗布時の柔らかさの評価＞

- 1) 塗布時の感触がとても柔らかくよい・・・4 点
- 2) 塗布時の感触が少し柔らかくよい・・・3 点
- 3) 塗布時の感触が少し硬く、あまりよくない・・・2 点
- 4) 塗布時の感触が硬く、全くよくない・・・1 点

＜塗布時のツヤ＞

- 1) 塗布後はとてもよい自然なツヤが得られる・・・4 点
- 2) 塗布後は少しツヤが得られる・・・3 点
- 3) 塗布後はあまりツヤが得られない・・・2 点
- 4) 塗布後は全くツヤが得られない・・・1 点

30

専門パネラー 4 名の評価の平均点を基に以下のように判断した。結果を表 1 1 に示す。

評価平均点 3.5 以上：とても好ましい (A)

評価平均点 2.5 以上 3.5 未満：やや好ましい (B)

評価平均点 1.5 以上 2.5 未満：あまり好ましくない (C)

評価平均点 1.5 未満：全く好ましくない (D)

40

50

【表 1 1】

表 1 1 各ケイ素粉末との混合効果		製造元	粉体の結晶性	実施例 7-1	実施例 7-2	実施例 7-3	実施例 7-4	実施例 7-5	実施例 7-6	実施例 7-7	実施例 7-8	実施例 7-9	実施例 7-10	実施例 7-11	実施例 7-12	比較例 7-1	比較例 7-2
原料名	形状・性質	品番															
実施例 2-1 の N ⁺ -ラウロイルリジン結晶			-	5	8	10	8	8	8	8	8	8	8	8	8		
市販の N ⁺ -ラウロイルリジン結晶 (D90=15.7 μm)		「アミノホープ」LL 味の素株式会社	-														10
比較例 1-3 の N ⁺ -ラウロイルリジン結晶			-													8	
無水ケイ酸		Oliver DR	非結晶性				92										
葉片状シリカ		大阪ガスケミカル株式会社	非結晶性														
無水ケイ酸		サンクスフエア	非結晶性					92									
無水ケイ酸		NP-30	非結晶性														
無水ケイ酸		サンクスフエア	非結晶性														
多孔質シリカ		ACC エスアイテック株式会社	非結晶性						92								
無水ケイ酸		ACC エスアイテック株式会社	非結晶性							92							
多孔質シリカ		サンクスフエア	非結晶性														
無水ケイ酸		L-61	非結晶性														
多孔質シリカ		シリカマイクロービード P-1500	非結晶性	95	92	90										92	90
半多孔質シリカ		ベンツナイト	結晶性								92						
含水シリカ		Oliver BR	結晶性														
立方体状		Oliver CR	非結晶性									92					
アルミノケイ酸 Na		Oliver AR	結晶性										92				
ケイ酸 (Al/Ca/Na)		Oliver CR	結晶性											92			
ケイ酸 (Na/Mg)		Oliver ER	結晶性												92		
合計 (質量率%)				100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
粉水性				A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B
凝水性				B	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C
凝水性				A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C
凝水性				A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	D

【0055】

(実施例 8-1 及び比較例 8-1)

表 1 2 に示す成分を用いて洗浄料組成物を以下のようにして調製した。

室温で成分 A を成分 B に分散させた。さらに、成分 C を加えて室温で攪拌し均一溶液とした。さらに、成分 D を加え、ホモディスパーを用いて均一になるまで攪拌した。成分 E を加えて pH を 5.4 に調整した後、成分 F を加え、均一に混合して洗浄料組成物を得た。

得られた洗浄料組成物を -5℃～40℃のサイクル温度（庫内温度を、12 時間 -5℃に保ち、3 時間かけて -5℃から 40℃に上昇させ、12 時間 40℃に保った後、更に 3 時間かけて 40℃から -5℃に冷却し、12 時間 -5℃に保つ。このようなサイクルで繰

10

20

30

40

50

り返し温度を変化させる。)条件下1カ月保管した。保管前後の組成物のパール化度合を目視で確認した。実施例8-1の組成物は調製直後と同じぐらいのパール効果を維持したに対して、比較例8-1の組成物はパール効果をほとんど維持できなかった。

また、専門パネラー4名により、実施例8-1と比較例8-1の洗浄料組成物の使用後の毛髪と皮膚へのコンディショニング効果を評価した結果、すべてのパネラーが実施例8-1の組成物が比較例8-1の組成物に比較し、毛髪と皮膚へのコンディショニング効果が高いと評価した。

【表12】

表12 洗浄料組成物

	原料名	品番	製造元	実施例 8-1	比較例 8-1
A	キサンタンガム	ローディケアT	ローディア日華	1.00	1.00
B	水			49.00	49.00
C	ココイルグルタミン酸 ナトリウム (25%)	「アミソフト」CS- 22	味の素株式会社	10.00	10.00
	ココグルコシド (52%)	プランタケア818up	コグニスジャパ ン	6.00	6.00
	カプリル酸グリセリル	サンソフトNo. 700-P 2	太陽化学	2.00	2.00
	アルギニン		味の素株式会社	0.30	0.30
	水			27.15	27.15
	デシルグルコシド (50%)	プランタケア2000up	コグニスジャパ ン	0.75	0.75
	ラウリルグルコシド (50%)	プランタケア1200up	コグニスジャパ ン	0.75	0.75
D	市販のN ^ε -ラウロイ ルリジン結晶 (D90= 15.7 μm)	「アミホープ」LL	味の素株式会社		1.00
	実施例2-2のN ^ε - ラウロイルリジン結晶			1.00	
E	30%クエン酸水溶液			2.00	2.00
F	プロピルパラベン			0.05	0.05
合計(質量率%)				100.00	100.00
pH				5.4	5.40
粘度(B型粘度 計、ローターNo .3、30rpm、30s ec.、25℃)				2000 mPa・s	2000 mPa・s

【0056】

(実施例9-1及び比較例9-1)

表13に示す成分を用いて洗浄料組成物を以下のようにして調製した。

室温で成分Aを成分Bに分散させた。また、室温で成分Eを攪拌溶解した。さらに、成分C及び成分Dをそれぞれ60℃で攪拌溶解した。成分Aを分散させた成分Bに、成分C及び成分Dを加え、60℃で攪拌混合した。さらに、成分Eを加えて攪拌混合し、50℃まで冷却して成分Fを加えた。室温まで冷却して洗浄料組成物を得た。

専門パネラー4名により、実施例9-1と比較例9-1の洗浄料組成物の使用時の界面

活性剤のぬるぬる感を軽減させる効果を評価した結果、すべてのパネラーが実施例 9-1 の組成物が比較例 9-1 の組成物に比較し、使用時の界面活性剤のぬるぬる感を軽減させる効果が高いと評価した。

【表 13】

表 13 洗浄料組成物

	原料名	品番	製造元	実施例 9-1	比較例 9-1
A	アクリレーツ/アクリル酸アルキル (C10-30) クロスポリマー	ウルトレツツ 20	日光ケミカルズ株式会社	1.00	1.00
B	水			32.00	32.00
C	BG			6.00	6.00
	フェノキシエタノール			0.20	0.20
D	ココイルアラニンナトリウム (30%)	「アミライト」ACS-12	味の素株式会社	6.00	6.00
	コカミドプロピルベタイン (30%)	アンヒトール 55AB	花王株式会社	4.00	4.00
	ラウレス硫酸Na (25%)	エマール 20C	花王株式会社	14.00	14.00
	ポリクオタニウム-39	マーコートプラス 3330	株式会社 マツモト交商	1.00	1.00
	実施例 2-1 のN ^ε -ラウロイルリジン結晶			2.00	
	市販のN ^ε -ラウロイルリジン結晶 (D90=15.7 μm)	「アミホープ」L	味の素株式会社		2.00
	水			7.79	7.79
E	水酸化Na			0.26	0.26
	水			25.74	25.74
F	リナロール(香料)			0.01	0.01
合計(質量率%)				100.00	100.00
pH				5.8	5.8
粘度 (B型粘度計、ローターNo. 3、12rpm、30sec.、25℃)				7800 mPa・s	7800 mPa・s

【0057】

粉体のソフトフォーカス効果の評価：

50 mg の粉体を黒色の紙に均一に塗布し、GONIOPHOTOMETER GP-700 (Murakami Color Research Laboratory製) の装置を用いて粉体の各光散乱能を測定した。粉体表面に-45°で光を照射し、45°及び0°に散乱した光の強度の比(45°の強度/0°の強度)を求めた。この比の値が1に近い程粉体のソフトフォーカス効果が高いと評価できる。また、N^ε-ラウロイルリジン結晶で処理することによる、粉体のソフトフォーカス効果の向上率を比較した。

【表 1 4】

表 1 4 : 粉体のソフトフォーカス効果向上の評価

試料名	45° の 光の強度	0° の 光の強度	ソフトフォーカス効果 (45° の強度/0° の強度)	ソフトフォーカス 効果向上率 (%)
比較例 3-24 の粉体	96.35	48.43	1.99	-
実施例 3-3 の粉体	80.64	71.05	1.13	42.95
比較例 3-30 の粉体	90.57	37.59	2.41	-
実施例 3-15 の粉体	63.37	42.73	1.48	62.47

10

表 1 4 の結果から、N^ε-ラウロイルリジン結晶で処理することによって板状粉体のソフトフォーカス効果が向上することがわかる。

【0058】

(実施例 10-1 及び比較例 10-1)

表 1 5 に示す成分を用いて口唇用化粧料を以下のようにして調製した。

成分 A を 105 ± 5℃ で加熱溶解し、成分 B を成分 A に加え 90℃ で加熱溶解した。さらに成分 C を加え 90℃ で加熱混合した後 3 本ロールで分散した後、成分 D を加えた。成分 E を加え 90℃ で加熱混合した後、脱泡を行った。充填温度 90℃ にて流し型に充填し、冷却後容器に装填した。

実施例 10-1 の口唇用化粧料は、比較例 10-1 に比べ、発色がよく、色ムラが少なく、色の均一性がよかった。更に、発汗などなく、安定性もよかった。

20

30

40

50

【表 15】

表 15：口唇用化粧料

	原料名	実施例 10-1	比較例 10-1
A	ポリエチレン ワックス	2.8	2.8
	トリエチルヘキサノイン	15	15
B	キャンデリラ ワックス	1	1
	パラフィン ワックス	7	7
	マイクロクリスタリンワックス	6	6
	水添ポリイソブテン	12	12
	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	5	5
	イソノナン酸イソトリデシル	10	10
	トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン	5	5
	ダイマージリノール酸ダイマージリノイルビス（ベヘニル／イソステアリル／フィトステリル）	3	3
	ラウロイルグルタミン酸ジ（フィトステリル／オクチルドデシル）	2	2
	トコフェロール	0.1	0.1
	防腐剤（クロルフェネシン）	0.3	0.3
C	酸化チタン、マイカ、シリカ（複合粉体）	0.5	0.5
	マイカ、酸化チタン（複合粉体）	2	2
D	赤201	0.3	0.3
	赤202	0.6	0.6
	実施例 3-11 の粉体	0.7	—
	比較例 3-26 の粉体	—	0.7
	比較例 3-4 の粉体	—	2
	実施例 3-13 の粉体	2	—
	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	3	3
E	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	21.7	21.7
	合計（質量率％）	100	100

【0059】

（実施例 11-1 及び比較例 11-1）

表 16 に示す成分を用いてリーブオン化粧料を以下のようにして調製した。

成分 A と成分 B をそれぞれ 80℃ に加熱して溶解した後、成分 B に成分 A を攪拌しながら加えた。ホモミキサーにて乳化し、（3000rpm，3 分間，80℃）室温まで冷却してリーブオン化粧料を得た。

実施例 11-1 のリーブオン化粧料は、比較例 11-1 に比べ、安定性及び防腐性がよかった。更に、塗布後のしっとり感に優れ、塗布することでツヤがより向上した。

10

20

30

40

50

【表 16】

表 16：リーブオン化粧料

	原料名	実施例 11-1	比較例 11-1
A	UV吸収剤（メトキシケイヒ酸エチルヘキシル）	2.00	2.00
	スクワラン	6.00	6.00
	エチルヘキサン酸セチル	3.00	3.00
	セタノール	2.80	2.80
	ステアリン酸	2.40	2.40
	ステアリン酸PG	1.20	1.20
	ステアリン酸グリセリル(SE)	3.30	3.30
	ポリソルベート60	0.50	0.50
	ステアリン酸PEG-40	1.50	1.50
	トコフェロール	0.05	0.05
	実施例 2-1 で得られた結晶	5.00	-
	比較例 1-3 で得られた結晶	-	5.00
	マカデミアナッツ脂肪酸フィトステリル	1.00	1.00
B	防腐剤（ペンチレングリコール）	1.00	1.00
	BG	5.00	5.00
	キサンタンガム	0.10	0.10
	防腐剤（デヒドロ酢酸ナトリウム）	0.10	0.10
	水	65.05	65.05
	合計(質量率%)	100.0	100.0

【0060】

（実施例 12-1 及び比較例 12-1）

表 17 に示す成分を用いてアイメイク化粧料を以下のようにして調製した。

A 成分を 10 分間混合した後、B 成分を A 成分に添加し、更に 20 分間混合した。C 成分は混合機（日本コークス工業社製 FM 10C/I）を用いて 10 分間混合した後 A 成分 + B 成分の混合物に添加し、更に 5 分間混合した。得られた混合物を容器の充填し、プレス機を用いて圧縮させることで目的のアイメイク化粧料を得た。

専門パネラー 4 名により、実施例 12-1 と比較例 12-1 のアイメイク化粧料の塗布後のパール感、光沢、ツキ及び発色の良さを評価した結果、すべてのパネラーが実施例 12-1 のアイメイク化粧料が比較例 12-1 のアイメイク化粧料に比べ、塗布後のパール感、光沢、ツキ及び発色の良さが高いと評価した。実施例 12-1 のアイメイク化粧料は少ない油剤量を使って製造することができるため使用感に優れる。実施例 12-1 においてパール粉体や有色パール顔料の光沢が減少せず、むしろ光沢が向上した。

10

20

30

40

50

【表 17】

表 17：アイメイク化粧料

	原料の大分類	原料名	実施例 12-1	比較例 12-1
A	粉体	窒化ホウ素	12.2	12.2
		タルク	12	12
		ミリスチン酸Mg	5	5
		シリカ	5	5
B	油剤	トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル	8	8
A	着色顔料	酸化鉄（赤）	1	1
		酸化鉄（黄）	0.3	0.3
		実施例 3-10 の粉体	1.5	
		比較例 3-26 の粉体		1.5
C	パール粉体	ホウケイ酸（Ca／Na）	5	5
	有色パール顔料（複合粉体）	合成金雲母、酸化チタン、酸化鉄、酸化スズ	10	10
		マイカ、酸化チタン、酸化鉄	10	10
		マイカ、酸化チタン、酸化鉄、シリカ、酸化スズ	8	8
		合成金雲母、酸化チタン、カルミン	1	1
		マイカ、酸化チタン、酸化鉄、酸化クロム	8	8
		ホウケイ酸（Ca／Al）、酸化チタン、シリカ、酸化スズ、ジメチコンクロスポリマー	5	5
		マイカ、酸化チタン、酸化鉄、コンジョウ	3	3
	N ^ε -ラウロイルリジン	実施例 2-1 で得られた結晶	5	—
		比較例 2-2 で得られた結晶	—	5
		合計（質量率％）	100	100

【0061】

（実施例 13-1 及び比較例 13-1）

表 18 に示す成分を用いてメイクアップ化粧料を以下のようにして調製した。

B 成分を 10 分間混合した後、C 成分を B 成分に添加し、分散機のディスパーを用いて B 成分を C 成分に分散させた。B 成分＋C 成分に A 成分を徐々に加え、ホモミキサーを用いて均一に乳化した。乳化終了後、D 成分を加え更に混合を行い、室温まで冷却し、目的のメイクアップ化粧料を得た。

実施例 13-1 のメイクアップ化粧は、比較例 13-1 に比べ、乳化安定性に優れ、塗布後にツヤを向上でき、顔料のムラを改善できた。更に、化粧もち向上及び防腐性がよく、塗布後のしっとり感に優れていた。

【表 18】

表 18：メイクアップ化粧品

	原料名	実施例 12-1	比較例 12-1
A	水	55.6	55.6
	1, 3-ブチレングリコール	5	5
	グリセリン	2	2
	カプリルグリコール	1	1
	防腐剤 (フェノキシエタノール)	0.5	0.5
	防腐剤 (カプリル酸グリセリル)	1	1
	エチレンジアミン四酢酸Na	0.05	0.05
B	顔料級酸化チタン (ステア リルグルタミン酸Na処理 済み)	6	6
	実施例 2-1 で得られた 結晶	2	-
	比較例 2-1 で得られた 結晶	-	2
	合成金雲母、酸化チタン、 酸化鉄、酸化スズ (複合粉 体)	1	1
	酸化鉄 (赤)	0.2	0.2
	酸化鉄 (黄)	1.3	1.3
	酸化鉄 (黒)	0.1	0.1
C	テトライソステアリン酸 ペンタエリスリチル	5	5
	ステアリルアルコール	3	3
	ポリソルベート20	2	2
	セスキオレイン酸ソルビ タン	2	2
	ヤシ油脂肪酸BG	2	2
	エチルセルロース	0.2	0.2
	トコフェロール	0.05	0.05
D	キサンタンガム (10%水 溶液)	10	10
	合計 (質量率%)	100	100

【0062】

(実施例 14)

表 19 に示す成分を用いてファンデーションを以下のようにして調製した。

B 成分を均一に混合した。A 成分をミキサーで 1 分間混合した後、B 成分を A 成分に加え更に 30 秒間混合した。得られた混合物 8 g に対して分散溶媒である水・エタノール (混合比は水：エタノール = 80：20) を 12 g 添加し混合しながら分散した。得られた分散体 13 g を容器に測り取り、プレスしながら上からティッシュペーパーを使って分散溶媒である水・エタノールを十分に吸収した。容器の中で圧縮された組成物を 80℃で一晩乾燥させ、目的のファンデーションを得た。

実施例 14 のファンデーションは塗布後の密着感に優れ、自然な出来上がりに優れていた。更に、製品自体は成型性がよく、色がきれいであった。更に、化粧膜の経時変化によるむら、てかり、よれ、くすみ、消失等の化粧崩れの原因が低下した。

【表 19】

表 19：ファンデーション

	原料名	実施例 14
A	タルク	62.36
	ナイロン-12	5
	実施例 2-5 の結晶	5
	ミリスチン酸Mg	5
	(ジフェニルジメチコン/ビニルジフェニルジメチコン/シルセスキオキサン)クロスポリマー	5
	窒化ホウ素	5
	合成金雲母	5
	顔料級酸化チタン	1
	酸化鉄 (赤)	0.5
	酸化鉄 (黄)	1.2
	酸化鉄 (黒)	0.3
B	12-ステアロイルステアリン酸オクチルドデシル	1.6
	パルミチン酸エチルヘキシル	0.8
	水添ポリイソブテン	0.8
	ジメチコン	0.8
	テトラ2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリット	0.4
	ポリソルベート60	0.24
	合計(質量率%)	100

【0063】

(実施例 15)

表 20 に示す成分を用いてペンシル用組成物を以下のようにして調製した。

表 20 の組成物 A 成分を混合機（日本コークス工業社製 FM 10C/I）で 5 分間混合した後、B 成分を A 成分に加え更に 10 分間混合した。成分 C を 100℃で溶解し、A 成分+B 成分に添加し 10 分間混合した。得られた混合物に成分 D を加え、3 本ロールで混練後、加熱しながら容器に充填し、焼成固化させた。

実施例 15 で得られたペンシルは芯が折れにくく、ツヤが高かった。更に発色性に優れていた。

10

20

30

40

50

【表 20】

表 20：ペンシル用組成物

	原料名	実施例 15
A	実施例 2-1 で得られた結晶	5.4
	カーボンブラック（着色材）	0.1
	黒煙	3
	フタロシアニンブルー（着色材）	0.5
	ステアリン酸金属塩（体質材）	3
	タルク（体質材）	9.6
B	実施例 3-1 の粉体	45
	実施例 3-11 の粉体	0.4
C	アクリルスチレン共重合物（結合材）	2
	アクリルブタジエンスチレン共重合物（結合材）	5
	ニトロセルロース（結合材）	3
	ステアリン酸（粘着材）	1
	パラフィン ワックス	2
D	パルミチン酸エチルヘキシル（溶剤）	20
	合計（質量率%）	100

10

20

30

40

50

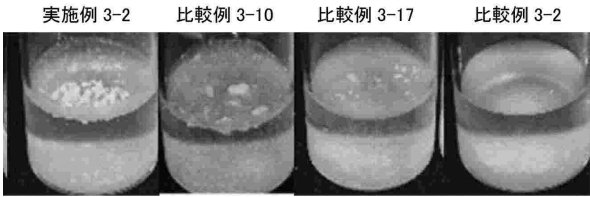
【図面】
【図 1】

FIG.1



【図 2】

FIG.2

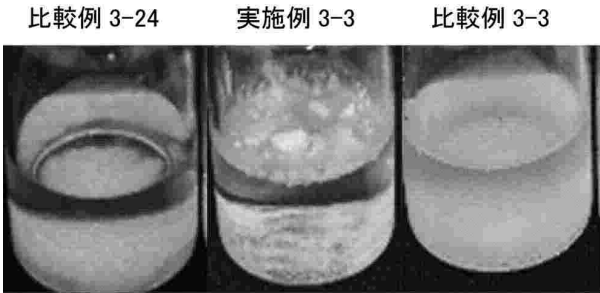


10

20

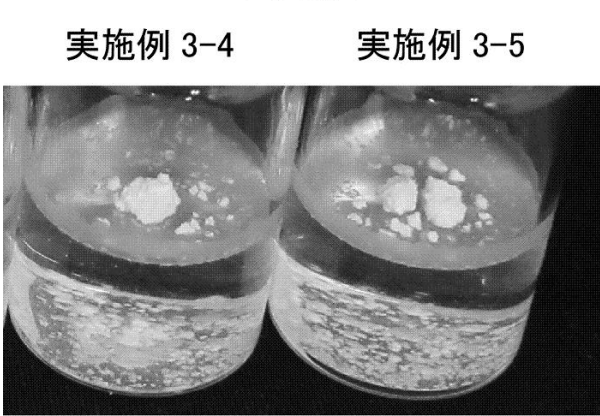
【図 3】

FIG.3



【図 4】

FIG.4



30

40

50

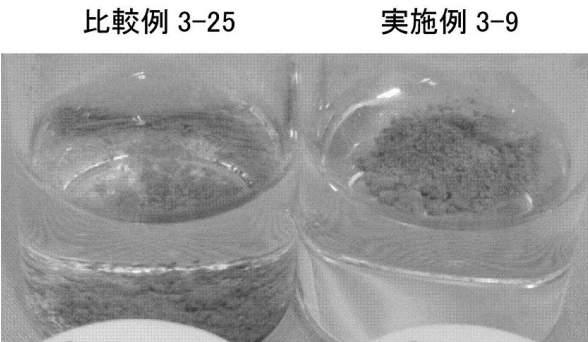
【図 5】

FIG.5



【図 6】

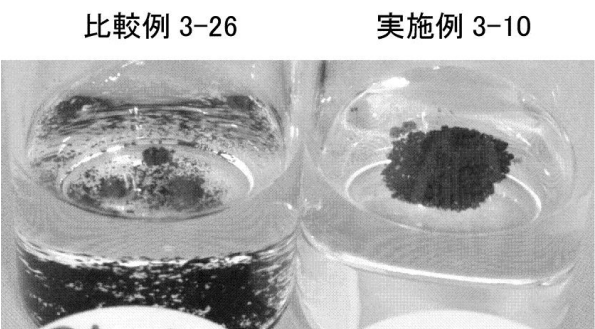
FIG.6



10

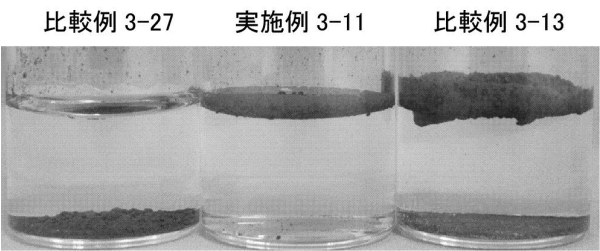
【図 7】

FIG.7



【図 8】

FIG.8



20

30

40

50

【図 9】

FIG.9



【図 10】

FIG.10



【図 11】

FIG.11

比較例 3-36

実施例 3-14



【図 12】

FIG.12

比較例 3-30

実施例 3-15

比較例 3-6



10

20

30

40

50

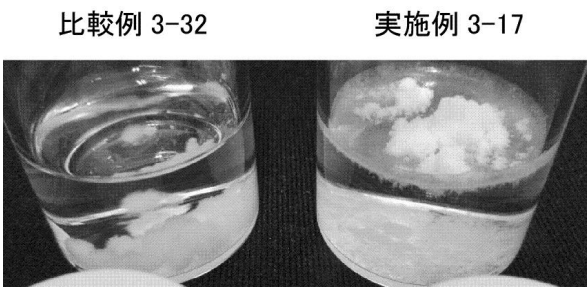
【図 1 3】

FIG.13



【図 1 4】

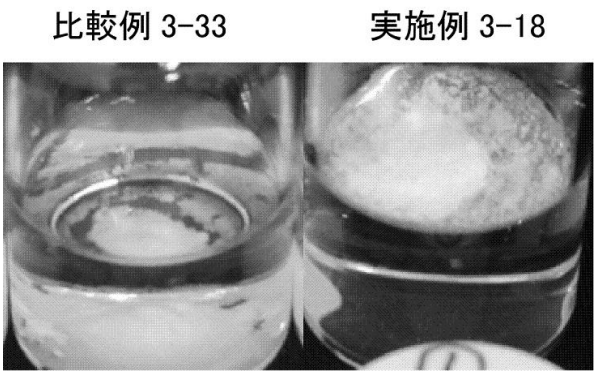
FIG.14



10

【図 1 5】

FIG.15



【図 1 6】

FIG.16



20

30

40

50

【図 1 7】

FIG.17

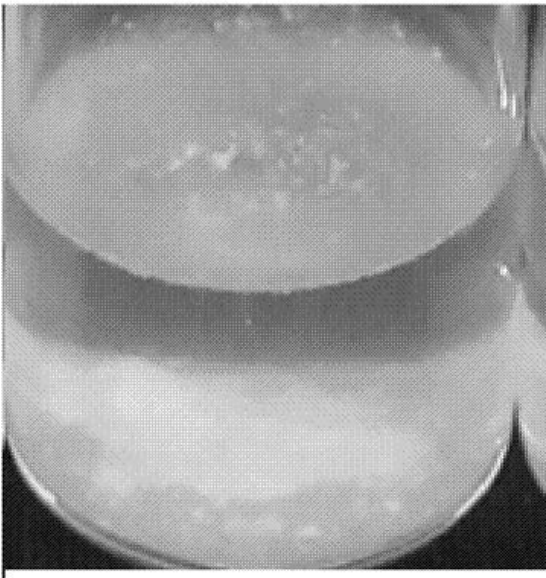
比較例 3-35 実施例 3-21 比較例 3-8



【図 1 8】

FIG.18

比較例 3-37



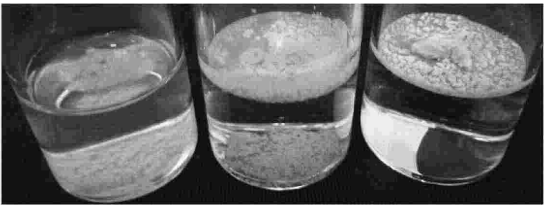
10

20

【図 1 9】

FIG.19

比較例 5-1 比較例 5-2 実施例 5



10 分後

【図 2 0】

FIG.20



40 分後

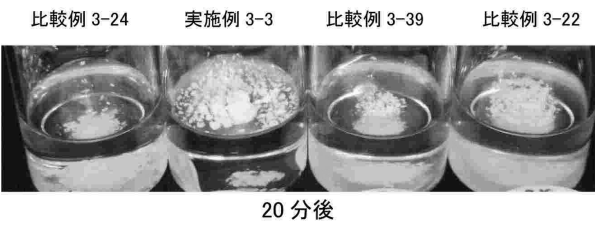
30

40

50

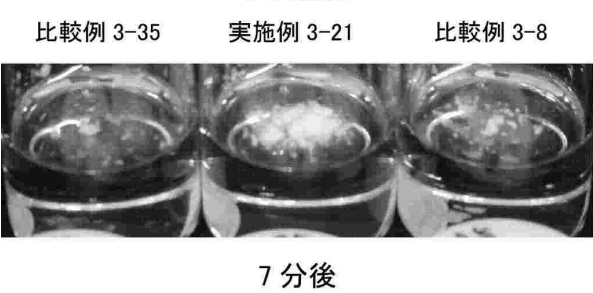
【図 2 1】

FIG.21



【図 2 2】

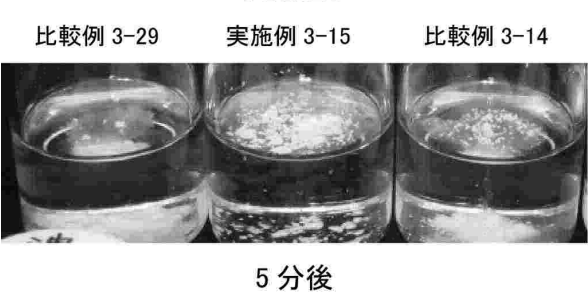
FIG.22



10

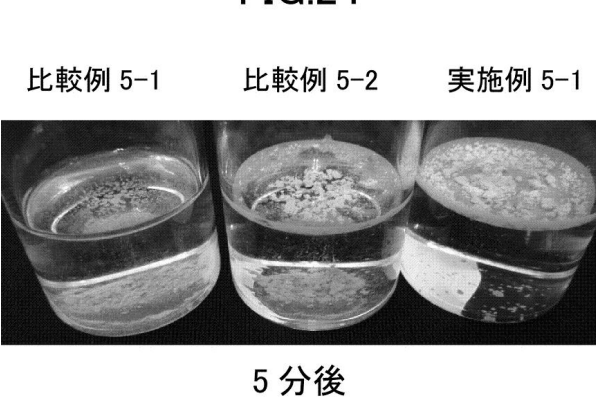
【図 2 3】

FIG.23



【図 2 4】

FIG.24



20

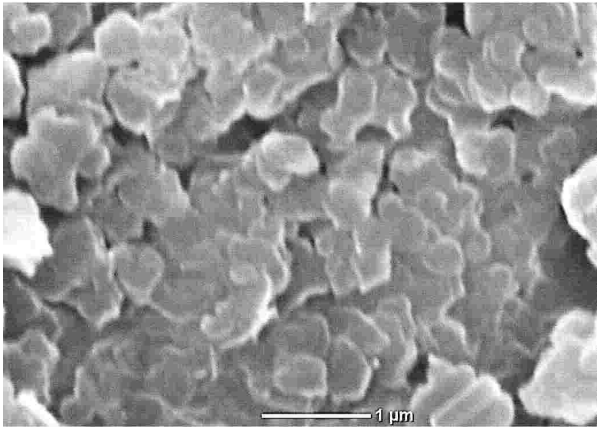
30

40

50

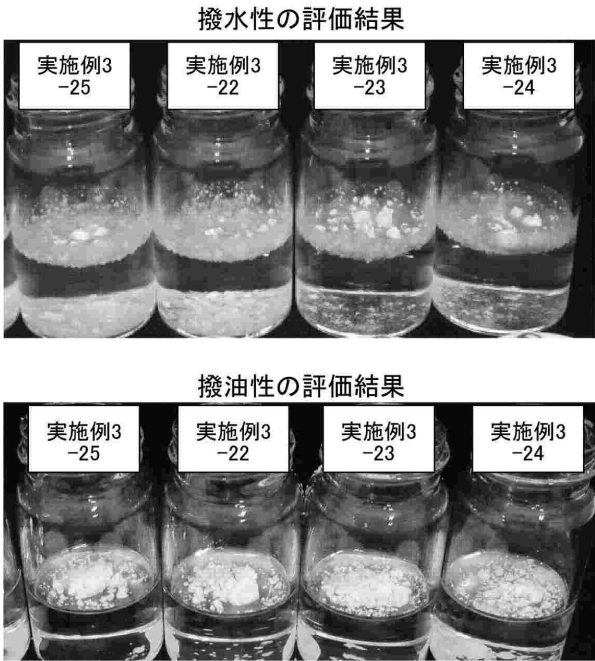
【図 2 5】

FIG.25



【図 2 6】

FIG.26



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I		
A 6 1 Q	19/10 (2006.01)	A 6 1 Q	19/10
A 6 1 Q	1/02 (2006.01)	A 6 1 Q	1/02

の素株式会社内

(72)発明者 山戸 直弥
神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社内

審査官 水島 英一郎

(56)参考文献 国際公開第2001/014317 (WO, A1)
特開平01-242563 (JP, A)
特開平09-323914 (JP, A)
特開2008-214314 (JP, A)
特開昭63-017972 (JP, A)
特開昭61-010503 (JP, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C 0 7 C
C A p l u s (STN)
R E G I S T R Y (STN)