

(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2017-190452

(P2017-190452A)

(43) 公開日 平成29年10月19日(2017.10.19)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09C 3/06 (2006.01)	C09C 3/06	4C083
C09D 17/00 (2006.01)	C09D 17/00	4J037
C09C 3/08 (2006.01)	C09C 3/08	
A61K 8/25 (2006.01)	A61K 8/25	
A61K 8/26 (2006.01)	A61K 8/26	

審査請求 未請求 請求項の数 17 O L 外国語出願 (全 38 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2017-77919 (P2017-77919)
 (22) 出願日 平成29年4月11日 (2017.4.11)
 (31) 優先権主張番号 10 2016 004 164.1
 (32) 優先日 平成28年4月11日 (2016.4.11)
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)

(71) 出願人 591032596
 メルク パテント ゲゼルシャフト ミツ
 ト ベシュレンクテル ハフツング
 Merck Patent Gesell
 schaft mit beschrae
 nkter Haftung
 ドイツ連邦共和国 デー-64293 ダ
 ルムシュタット フランクフルター シュ
 トラーセ 250
 Frankfurter Str. 25
 0, D-64293 Darmstadt
 , Federal Republic o
 f Germany

(74) 代理人 100094569
 弁理士 田中 伸一郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料混合物

(57) 【要約】

【課題】良好な皮膚感触の他に、同時に化粧品製剤中での良好な分散性、化学的および光化学的安定性ならびに皮膚に適合した純色だけでなく、高い隠蔽力を有し、上述の欠点を有さない機能的な均質顔料混合物を提供すること。

【解決手段】本発明は、少なくとも2つの成分AおよびBをベースとする顔料混合物であって、
 - 成分Aが、1つまたは複数の無機層および/または有機層で被覆されたフレーク状および球状基材の混合物であり、

- 成分Bが、金属酸化物、金属水酸化物、金属オキシハロゲン化物、ベルリンブルーまたはそれらの混合物の群から選択される結晶性または非晶質粒子

を含む顔料混合物、ならびに塗料、コーティング、印刷インク、偽造防止印刷インク、プラスチック、セラミック材料、ガラスにおける、化粧品製剤における、トレーサーとしての、充填剤としての、ならびに顔料調製物および乾燥調製物の調製のための顔料混合物の使用に関する。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも 2 つの成分 A および B を含み、

- 成分 A が、1 つまたは複数の無機層および / または有機層で被覆されたフレーク状および球状基材の混合物であり、
- 成分 B が、金属酸化物、金属水酸化物、金属オキシハロゲン化物、ベルリンブルーまたはそれらの混合物の群から選択される結晶性または非晶質粒子を含むことを特徴とする、顔料混合物。

【請求項 2】

フレーク状基材が、天然マイカ、合成マイカ、タルク、カオリン、ガラスフレーク、 SiO_2 フレーク、 Al_2O_3 フレーク、グラファイトフレーク、 Fe_2O_3 フレーク、 BiOCl 、 TiO_2 フレーク、窒化物フレーク、オキシ窒化物フレーク、 BN フレーク、パールエッセンスまたはそれらの混合物の群から選択されることを特徴とする、請求項 1 に記載の顔料混合物。

【請求項 3】

球状基材が、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸アルカリ金属アルミニウム、ケイ酸アルカリ土類金属アルミニウムおよびそれらの組合せ、 SiO_2 球、ガラス球、中空ガラス球、酸化アルミニウム、セラミック球、ならびに、エチレン - アクリル酸コポリマー、エチレン - メタクリレートコポリマー、 HDI - トリメチロールヘキサラクトンコポリマー、ナイロン、ポリアクリレート、ポリメチルメタクリレートコポリマー、ポリエチレン、ポリメチルシルセスキオキサンおよびそれらの組合せを含むポリマー球の群から選択されることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の顔料混合物。

【請求項 4】

成分 B が、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、ベルリンブルー、 Cr_2O_3 、 Fe_3O_4 、 FeOOH 、 BiOCl 、亜酸化チタンおよびそれらの混合物の結晶性または非晶質粒子からなることを特徴とする、請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の顔料混合物。

【請求項 5】

成分 A のフレーク状基材が、天然または合成マイカフレークであることを特徴とする、請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載の顔料混合物。

【請求項 6】

成分 A の球状基材が、 SiO_2 球、ガラス球または中空ガラス球を含むことを特徴とする、請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載の顔料混合物。

【請求項 7】

成分 A の基材混合物が、1 つもしくは 2 つの金属酸化物層または金属酸化物の混合物で被覆されていることを特徴とする、請求項 1 から 6 のいずれか 1 項に記載の顔料混合物。

【請求項 8】

成分 A の無機層が、 TiO_2 、 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、 FeOOH 、 Cr_2O_3 、ベルリンブルー、カーマインレッド、亜酸化チタン、 SnO_2 、 ZnO 、 Al_2O_3 、 SiO_2 またはそれらの混合物の群から選択されることを特徴とする、請求項 1 から 7 のいずれか 1 項に記載の顔料混合物。

【請求項 9】

成分 A が、基材混合物の表面上で、

- 基材混合物 + Fe_2O_3 (第 1 の層) + SnO_2 (第 2 の層)
- 基材混合物 + Fe_2O_3 (第 1 の層) + SiO_2 (第 2 の層)
- 基材混合物 + Fe_3O_4 (第 1 の層) + TiO_2 (第 2 の層)
- 基材混合物 + Fe_3O_4 (第 1 の層) + SnO_2 (第 2 の層)
- 基材混合物 + Fe_3O_4 (第 1 の層) + SiO_2 (第 2 の層)
- 基材混合物 + Cr_2O_3 (第 1 の層) + TiO_2 (第 2 の層)
- 基材混合物 + Cr_2O_3 (第 1 の層) + SnO_2 (第 2 の層)
- 基材混合物 + Cr_2O_3 (第 1 の層) + SiO_2 (第 2 の層)

10

20

30

40

50

基材混合物 + TiO_2 (第1の層) + ベルリンブルー (第2の層)

基材混合物 + TiO_2 (第1の層) + カーミンレッド (第2の層)

基材混合物 + SnO_2 (第1の層) + TiO_2 (第2の層)

基材混合物 + TiO_2 (第1の層)

基材混合物 + Fe_2O_3 (第1の層)

基材混合物 + $FeOOH$ (第1の層)

基材混合物 + TiO_2 (第1の層) + Fe_2O_3 (第2の層)

基材混合物 + ベルリンブルー (第1の層)

基材混合物 + Cr_2O_3 (第1の層)

基材混合物 + Fe_2O_3 (第1の層) + TiO_2 (第2の層) + SiO_2 (第3の層)

基材混合物 + TiO_2 (第1の層) + SiO_2 (第2の層) + TiO_2 (第3の層)

の組成を有することを特徴とする、請求項1から8のいずれか1項に記載の顔料混合物。

【請求項10】

成分AおよびBが、99:1~1:99の質量比(質量部)で混合されることを特徴とする、請求項1から9のいずれか1項に記載の顔料混合物。

【請求項11】

成分Aおよび/または成分Bが、光、温度および天候に対する安定性を増加させるために、外側保護層を追加的に有することを特徴とする、請求項1から10のいずれか1項に記載の顔料混合物。

【請求項12】

請求項1から11のいずれか1項に記載の顔料混合物の調製のための方法であって、成分Aのフレーク状および球状混合物が、いずれの場合でも、湿式化学コーティングまたはCVDもしくはPVDプロセスにより、1つまたは複数の無機層で被覆され、成分Aおよび成分Bがその後互いに混合され、その後乾燥され、一緒に焼成されてもよいことを特徴とする、方法。

【請求項13】

成分Aのフレーク状および球状基材が混合され、また湿式化学法により1つまたは複数の吸収層または非吸収層で被覆され、コーティングされた基材/球混合物(成分A)が、結晶性または非晶質粒子(成分B)と混合され、成分AおよびBの混合物と一緒に後処理され、最終混合物が150~1000の温度で焼成され、焼成は還元ガス下で行われてもよいことを特徴とする、請求項12に記載の方法。

【請求項14】

湿式化学コーティングの場合、成分Bの水性懸濁液が成分Aの水性懸濁液に添加され、成分AおよびBを含む懸濁液が後処理されること、または、成分Aの基材混合物の湿式化学被覆の後、生成物が分離および後処理され、成分Aの乾燥生成物がその後成分Bの懸濁液と混合され、次いで懸濁液が後処理されること、または、成分Aの基材混合物が成分Bの懸濁液に添加され、成分Bと成分Aの基材混合物との混合物が、湿式化学法により1つまたは複数の無機層と一緒に被覆され、次いで後処理されることを特徴とする、請求項12または13に記載の方法。

【請求項15】

塗料、コーティング、印刷インク、偽造防止印刷インク、プラスチック、セラミック材料、光滑剤、ガラスにおける、化粧品製剤における、トレーサーとしての、充填剤としての、ならびに顔料調製物および乾燥調製物の調製のための、請求項1から11のいずれか1項に記載の顔料混合物の使用。

【請求項16】

請求項1から11のいずれか1項に記載の顔料混合物を含む製剤。

【請求項17】

顔料混合物の他に、吸収剤、収斂剤、抗菌物質、酸化防止剤、制汗剤、消泡剤、ふけ防止活性化合物、帯電防止剤、結合剤、生物学的添加剤、漂白剤、キレート剤、防臭剤、皮膚軟化剤、乳化剤、乳化安定剤、染料、保湿剤、塗膜形成剤、充填剤、芳香剤、香料、防

10

20

30

40

50

虫剤、保存剤、防食剤、化粧用オイル、溶剤、酸化剤、植物成分、緩衝物質、還元剤、界面活性剤、噴射剤ガス、不透明化剤、UVフィルタおよびUV吸収剤、変性剤、アロエベラ、アボカド油、コエンザイムQ10、緑茶抽出物、粘度調整剤、香水およびビタミンの群から選択される少なくとも1つの構成成分を含むことを特徴とする、請求項16に記載の製剤。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、少なくとも3つの成分をベースとする顔料混合物に関し、また、塗料、コーティング、印刷インク、偽造防止印刷インク、プラスチック、セラミック材料、ガラスにおける、化粧品製剤における、トレーサーとしての、充填剤としての、ならびに顔料調製物および乾燥調製物の調製のための、顔料混合物の使用に関する。

10

【背景技術】

【0002】

マットな吸収性顔料は、製剤の上色を得るために、化粧品製剤中で一般的に使用される。これらは、化粧品製剤中に組み込むために、複雑な様式で事前に分散されている必要がある。マットな吸収性顔料が使用される場合、これらはしばしば、化粧品製剤中でくすんだ粉っぽい効果を有し、これは皮膚が乾燥した外観を呈することを意味する。

充填剤は、特別な形態の顔料とみなすことができる。充填剤の場合、中心となるのは「着色」機能ではない。工業用充填剤の場合、むしろ皮膚感触の改善、機械的安定性、耐摩耗性、天候安定性の増加、またはさらに製造費等の因子が、その使用にとって重要となる。

20

先行技術から知られているSiO₂球をベースとする充填剤は、比較的良好な皮膚感触を示すが、過度に高い散乱能を有するという欠点がある。この理由は、球状充填剤の金属氧化物層の構造に見出すことができる。先行技術からの機能性顔料は、一般に、均一な配置で担体球の表面を覆う非常に微細な粒子からなり、すなわち、それらは0.5~100nmの粒子サイズを有する。光は層表面で反射され、艶がもたらされる。しかしながら、同時に、個々の粒子が層上に形成し、強力な散乱中心として機能するため、かなりの散乱が生じる。これらの2つの相反する効果（艶および散乱）の結果、顔料は皮膚上で白く不自然な外観を有する。

30

【0003】

さらに、従来の充填剤は、一般に、無色または若干色付いた程度であり、非常に不透明ではない。したがって、吸収性顔料および/または効果顔料も含む系に充填剤が添加された場合、充填剤は、効果に影響すると共に、着色力および隠蔽力を低減する。

充填剤は、化粧品製剤においてもまた広く使用される。例えば、パウダーは、最終製剤を基準として50%までの充填剤を含み得る。典型的な値は、口紅では10~15%の充填剤、エマルションでは2~6%の充填剤である。化粧品用充填剤は、完全に異なる機能を果たし、ファンデーションでは、いわゆる艶消し効果により、皮膚上の望ましくない脂っぽいてかりを防止し、一方パウダーでは、例えば、流動性挙動(pouring behaviour)または皮膚への塗布特性を改善するのに役立つ。防臭製品では、いくつかの充填剤の高い液体吸収能が利用される。

40

顔料が添加される系において使用する前に、化粧品中の充填剤または顔料は、容易な分散および再現性のある色を促進する形態にする必要がある。顔料のこれらの前処理、例えば最終製品の品質に重大な影響を及ぼす粉碎は、時間および費用を要する。さらに、湿潤すると顔料の色が変化することが欠点である。化粧品製剤のためには、顔料は、従来の吸収性顔料が僅かしか示さない良好な皮膚感触をさらに有さなければならない。

【0004】

球状粒子、特にSiO₂球をベースとする充填剤は、一方で人間の皮膚に自然な外観を与え、他方でしわを見えにくくすることができるため、化粧品にますます使用されている。

50

着色層で被覆された無機球状充填剤は、例えば、公開された明細書JP62-288662、JP11-139926、JP11-335240およびDE19929109から知られている。

WO00/15720および欧州特許出願公開第2826822号は、球状SiO₂粒子および/またはフレーク状基材をベースとする顔料混合物を開示している。

WO99/66883は、酸化チタン、酸化鉄または酸化亜鉛等の金属酸化物でコーティングされ、最終SiO₂層を有する、SiO₂球を説明している。このようにしてコーティングされたSiO₂球は、干渉顔料との混合物として化粧品製剤中に使用される。

例えば酸化鉄顔料等の吸収性顔料は、多くの場合、化粧品製剤中での低い分散性、乾燥してくすんだ皮膚の外観を示し、および/または不十分な皮膚感触をもたらす。これらの欠点を克服するべく、様々な充填剤がしばしば使用され、または化粧品製剤中で分散可能とするために酸化鉄顔料が前処理に供されるが、これは、時間および費用の浪費に関連する。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】JP62-288662

【特許文献2】JP11-139926

【特許文献3】JP11-335240

【特許文献4】DE19929109

20

【特許文献5】WO00/15720

【特許文献6】欧州特許出願公開第2826822号

【特許文献7】WO99/66883

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

したがって、本発明の目的は、良好な皮膚感触の他に、同時に化粧品製剤中での良好な分散性、化学的および光化学的安定性ならびに皮膚に適合した純色だけでなく、高い隠蔽力を有し、上述の欠点を有さない機能的な均質顔料混合物を提供することである。

さらに、顔料混合物は、純パウダー、クリーム、エマルジョン、ファンデーション等として皮膚に塗布された場合、柔らかく均一で自然な皮膚の外観を示すべきである。さらに、顔料は、特に液体およびペースト状調製物の硬さの若干の増加をもたらすこと、ならびに調製物の安定性を保証することが望ましい。これにより、化粧品調製物が皮膚上に分布することが極めて容易となる。したがって、高粘度クリーム、すなわち固形ファンデーションであるが、それでも皮膚上での非常に良好な分布能力、または容器から取り出した際の非常に良好な除去挙動を有するものが調製され得る。

30

これらの製品特性の他に、本発明のさらなる目的は、顔料混合物の単純な工業的調製である。また、調製プロセスの間、単純な様式で、ある特定の特性、例えば隠蔽力および特別に調節可能な色強度等の設定を監視することが可能となるべきである。

【課題を解決するための手段】

40

【0007】

驚くべきことに、マットな質感および若干の光沢または明るさが互いに特別に組み合わせられるために上述の欠点を有さず、むしろ非常に良好な皮膚感触および高い隠蔽力により区別され、皮膚に生き生きとした自然な外観を与える、三成分系の形態の顔料混合物が発見された。

本発明は、成分AおよびBを含む顔料混合物であって、

- 成分Aが、1つまたは複数の無機層および/または有機層で被覆されたフレーク状および球状基材の混合物であり、
- 成分Bが、金属酸化物、金属水酸化物、金属オキシハロゲン化物、ベルリンブルーまたはそれらの混合物の群から選択される結晶性または非晶質粒子を含む

50

顔料混合物に関する。

【発明を実施するための形態】

【0008】

本発明による三成分混合物は、

- 決められた光沢および/または決められた色強度を有するマットな外観
 - より自然に調色された皮膚の外観
 - より容易な分散性
 - 改善された加工性
 - 広い範囲内で調節可能な隠蔽力
 - 改善された皮膚感触
 - 化粧品調製物の改善された質感
 - 化粧品製剤の改善された塗布挙動
 - マットな製剤の場合には明らかである拡張された色空間
 - 個々の成分への分離がないことによる均質なパウダー
- によって、先行技術からの顔料および顔料混合物とは区別される。

10

【0009】

先行技術からの製品に勝る本発明による顔料混合物のさらなる利点は、パウダーの均質性である。充填剤、吸収性顔料および効果顔料を別個に使用した場合には分離がしばしば生じるが、本発明による方法によって均質な製品が保証され、すなわち、本発明による顔料混合物の全ての成分は、互いに密接に結合しており、個々の成分への分離は不可能である。

20

さらに、本発明による顔料混合物は、質感および安定性に対する所望の影響を示し、すなわち、塗布特性に悪影響を及ぼすことなくエマルジョンの粘度またはファンデーションの硬さを若干増加させると同時に、調製物の安定性を維持する。

【0010】

本発明は、さらに、塗料、コーティング、好ましくは工業用コーティング、印刷インク、偽造防止印刷インク、プラスチック、セラミック材料、ガラスにおける、トレーサーとしての、充填剤としての、および特に化粧品製剤における、本発明による顔料混合物の使用に関する。さらに、本発明による顔料はまた、顔料調製物の調製に、および乾燥調製物、例えば顆粒、パールレット(pearllet)、チップ、ペレット、ソーセージ、ブリケット等の調製に好適である。乾燥調製物は、特に、印刷インクおよび化粧品分野において使用される。

30

【0011】

成分Aのフレーク状基材は、好ましくは、透明なフレーク状基材である。好ましい基材は、フィロシリケートである。特に好適なのは、天然または合成マイカ、タルク、カオリン、フレーク状 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、 Al_2O_3 、 $BiOCl$ 、ガラス、 SiO_2 、 TiO_2 、 BN 、オキシ窒化物、窒化物およびグラファイトフレーク、パールエッセンス、合成担体不含フレーク、または他の同等の材料である。

【0012】

異なるフレークの混合物を使用することも可能である。成分Aの特に好ましいフレーク混合物は、

40

- マイカフレーク + SiO_2 フレーク
- マイカフレーク + Al_2O_3 フレーク
- マイカフレーク + ガラスフレーク
- マイカフレーク + TiO_2 フレーク
- マイカフレーク + オキシ窒化物フレーク
- マイカフレーク + 窒化物フレーク
- マイカフレーク + パールエッセンス
- マイカフレーク + グラファイトフレーク
- マイカフレーク + $BiOCl$

50

SiO₂フレーク + Al₂O₃フレーク
 ガラスフレーク + SiO₂フレーク
 からなる。

フレーク状基材のサイズ自体は重要ではなく、それぞれの用途に適合させることができる。一般に、フレーク状基材は、0.05 ~ 1.5 μmの間、特に0.1 ~ 1 μmの間の厚さを有する。他の2つの寸法のサイズは、通常、1 ~ 250 μmの間、好ましくは2 ~ 200 μmの間、特に5 ~ 60 μmの間である。異なる粒子サイズの基材を使用することも可能である。特に好ましいのは、Nマイカ(10 ~ 60 μm)、Fマイカ(5 ~ 20 μm)およびMマイカ(< 15 μm)のマイカ断片の混合物である。さらに、好ましいのは、NおよびS断片(10 ~ 130 μm)ならびにFおよびS断片(5 ~ 130 μm)である。

10

【0013】

極めて特に好ましい実施形態において、成分Aのフレーク状基材は、0.1 ~ 100 μm、特に0.3 ~ 60 μm、極めて特に好ましくは0.5 ~ 15 μmの粒子サイズを有する。

成分Aの好適な球状ベース基材は、例えば、中でもSunjin Chemicals、株式会社KOBODISPATEC(Kobo)、池田物産株式会社、旭硝子株式会社、三好化成株式会社、Omega Materials、3M、ABC NanoTech、China New Technology、PQ Corporation、SibelcoまたはEvonikから市販されているような球状粒子である。好ましい球状粒子は、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸アルカリ金属アルミニウム、ケイ酸アルカリ土類金属アルミニウムおよびそれらの組合せ、SiO₂球、ガラスビーズ、中空ガラスビーズ、酸化アルミニウム、セラミックビーズ、ならびに、エチレン-アクリル酸コポリマー、エチレン-メタクリレートコポリマー、HDI-トリメチロールヘキシルラクトンコポリマー、ナイロン、ポリアクリレート、ポリメチルメタクリレートコポリマー、ポリエチレン、ポリメチルシルセスキオキサンおよびそれらの組合せを含むポリマービーズの群から選択される。

20

【0014】

特に好ましい球状基材は、例えば、SUNSIL、MSS-500、SHERON、SUNSPHERE、Silicabeads SB、OMEGA-SIL、OMEGA-Spheres、SPHERICEL、Q-Cel、Ceramic Microspheres、Glasbubbles iM-K、SILNOS、SS-T4、SS-S3、SORBOSIL、AEROSIL、Flo-Beads、BPD、Daiamid、MSP、TOSPEARLおよびRonaspheresの商品名で市販されているようなSiO₂球である。

30

好適な球状ベース粒子の窒素吸着により決定されるBET表面積は、一般に1 ~ 1000、好ましくは10 ~ 750、特に20 ~ 550 m²/gである。本特許出願におけるBET表面積は、DIN ISO 9277:2003-05に従って決定される。

【0015】

成分Aの球状ベース基材は、好ましくは、0.1 ~ 100 μm、特に0.3 ~ 60 μm、極めて特に好ましくは0.5 ~ 15 μmの範囲内の粒子直径を有する。

40

成分Aの球状およびフレーク状基材は、任意の混合比で互いに混合され得る。球：フレーク比は、好ましくは99：1 ~ 1：99、特に90：10 ~ 10：90、極めて特に好ましくは85：15 ~ 25：75である。光沢および色強度は、フレークの割合の増加により増加させることができ、一方球の割合がより大きいと、塗布した際の皮膚感触および均質性に有利な効果がある。

【0016】

成分Aの特に好ましい基材混合物を、以下に示す。

- 天然マイカフレーク + SiO₂球
- 合成マイカフレーク + SiO₂球

50

- Al_2O_3 フレーク + SiO_2 球
- SiO_2 フレーク + SiO_2 球
- ガラスフレーク + SiO_2 球
- 天然マイカフレーク + ガラス球
- 合成マイカフレーク + ガラス球
- Al_2O_3 フレーク + ガラス球
- SiO_2 フレーク + ガラス球
- ガラスフレーク + ガラス球

球状およびフレーク状粒子からなる成分 A は、その後、1つまたは複数の、好ましくは1つまたは2つの層、好ましくは無機層で被覆される。無機層は、好ましくは、吸収性および非吸収性酸化物またはベルリンブルーを含む。

10

【0017】

無機層は、好ましくは、 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、 $FeOOH$ 、 Cr_2O_3 、 ZrO_2 、 Al_2O_3 、 SnO_2 、 SiO_2 、 ZnO 、 TiO_2 および亜酸化チタンの群から選択される酸化物からなる。ここで、 TiO_2 は、ルチルまたはアナターゼ型であってもよい。

吸収層は、好ましくは、 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、 Cr_2O_3 、 $FeOOH$ 、 TiO_2/Fe_2O_3 混合層、擬板チタン石、イルメナイト、ベルリンブルーまたはカーマインレッドの層である。

好ましい実施形態において、成分 A は、フレーク/球混合物の表面上に、少なくとも1つの吸収層および少なくとも1つの非吸収層を有する。

20

【0018】

成分 A の基材混合物上の個々の層の厚さは、最終製品の光学特性に重要である。特に、球/フレーク混合物の表面上の第1の層は、色特性に対する重要な影響を有する。

第1の層の厚さは、好ましくは10~1000 nm、特に30~600 nm、特に好ましくは50~300 nmである。第1、第2およびさらなる層（存在する場合）の層厚は、同一または異なってもよい。それらは、好ましくは、同様または同一の層厚を有し、また順番が交換されてもよい。

コーティング（1つまたは複数の層）を利用して、色、光沢および隠蔽力を広範囲で変更または調節することができる。

【0019】

30

成分 A の特に好ましい混合物（球 + フレーク）は、表面上に以下の層配列を有する。

基材混合物 + Fe_2O_3 （第1の層） + TiO_2 （第2の層）

基材混合物 + Fe_2O_3 （第1の層） + SnO_2 （第2の層）

基材混合物 + Fe_2O_3 （第1の層） + SiO_2 （第2の層）

基材混合物 + Fe_3O_4 （第1の層） + TiO_2 （第2の層）

基材混合物 + Fe_3O_4 （第1の層） + SnO_2 （第2の層）

基材混合物 + Fe_3O_4 （第1の層） + SiO_2 （第2の層）

基材混合物 + Cr_2O_3 （第1の層） + TiO_2 （第2の層）

基材混合物 + Cr_2O_3 （第1の層） + SnO_2 （第2の層）

基材混合物 + Cr_2O_3 （第1の層） + SiO_2 （第2の層）

40

基材混合物 + TiO_2 （第1の層） + ベルリンブルー（第2の層）

基材混合物 + TiO_2 （第1の層） + カーマインレッド（第2の層）

基材混合物 + SnO_2 （第1の層） + TiO_2 （第2の層）

基材混合物 + TiO_2 （第1の層）

基材混合物 + Fe_2O_3 （第1の層）

基材混合物 + $FeOOH$ （第1の層）

基材混合物 + TiO_2 （第1の層） + Fe_2O_3 （第2の層）

基材混合物 + ベルリンブルー（第1の層）

基材混合物 + Cr_2O_3 （第1の層）

基材混合物 + Fe_2O_3 （第1の層） + TiO_2 （第2の層） + SiO_2 （第3の層）

50

基材混合物 + TiO_2 (第1の層) + SiO_2 (第2の層) + TiO_2 (第3の層)

【0020】

成分Bは、好ましくは、カーマインレッド、ベルリンブルー、金属酸化物、例えば TiO_2 、 Fe_2O_3 、 Cr_2O_3 、 Fe_3O_4 、亜酸化チタン、例えば TiO_x (式中、 $x = 1.5 \sim 1.95$ である)等、金属水酸化物、例えば $FeOOH$ 等、金属オキシハロゲン化合物、例えば $BiOCl$ 等、またはそれらの混合物の群からの結晶性または非晶質粒子を含む。

成分Bは、好ましくは、 $0.1 \sim 100 \mu m$ 、特に $0.3 \sim 30 \mu m$ 、極めて特に好ましくは $0.5 \sim 10 \mu m$ の範囲内の粒子サイズを有する。

特に好ましいのは、全てのベース基材、すなわち成分Aのフレーク、球、および成分Bの結晶性または非晶質粒子が同様の粒子サイズを有する顔料混合物である。特に好ましいのは、成分AおよびBの3つのベース基材が全て、 $0.1 \sim 100 \mu m$ 、特に $0.3 \sim 30 \mu m$ 、極めて特に好ましくは $0.5 \sim 15 \mu m$ の範囲内の粒子サイズまたは粒子直径を有する顔料混合物である。

【0021】

本発明による顔料混合物は、成分Aの基材混合物を、1つまたは複数の層、例えば金属酸化物層、ベルリンブルーで被覆し、成分Aを成分Bと混合することにより容易に調製され得る。成分Aの基材混合物の被覆は、好ましくは、湿式化学法により行われる。次いで、成分Bの水性懸濁液が、成分Aの水性懸濁液に添加される。しかしながら、成分Aの基材混合物の被覆後に生成物を分離および後処理し、その後成分Aの乾燥生成物を成分Bの懸濁液と混合することも可能である。さらに、成分Bの懸濁液を調製し、その後成分Aの基材混合物を添加し、次いでこの混合物をワンポット合成において被覆することも可能である。

【0022】

成分Aの基材混合物の表面上の金属酸化物層は、好ましくは湿式化学法により塗布され、真珠光沢顔料の調製のために開発された湿式化学コーティング法が使用され得る。この種の方法は、例えば、US3087828、US3087829、US3553001、DE1467468、DE1959988、DE2009566、DE2214545、DE2215191、DE2244298、DE2313331、DE2522572、DE3137808、DE3137809、DE3151343、DE3151354、DE3151355、DE3211602、DE3235017、DE19618568、EP0659843において、または、当業者に公知のさらなる特許文献および他の出版物においても説明されている。

【0023】

湿式コーティングの場合、成分Aの球状およびフレーク状ベース基材が水中に懸濁され、1種または複数種の加水分解性金属塩が、加水分解に好適なpHで添加されるが、このpHは、金属酸化物または水和金属酸化物が二次析出を生じることなくフレークおよび球上に直接析出するように選択される。pHは、通常、塩基または酸の同時計量添加により一定に維持される。その後、好ましくは水中懸濁液としての成分Bが、このようにしてコーティングされた基材混合物 (= 成分A) に添加および混合され、最終生成物が分離、洗浄および乾燥され、また焼成されてもよく、焼成温度は、いずれの場合にも、存在するコーティングに関して最適化され得る。一般に、焼成温度は、 $250 \sim 900$ の間、好ましくは $450 \sim 700$ の間である。所望により、成分Aの基材混合物は、個々のコーティングを塗布した後に分離、乾燥または焼成され、次いでさらなる層の析出のために再懸濁され得る。

【0024】

二酸化チタンおよび酸化鉄が本発明による顔料混合物中に使用される場合、焼成温度に依存して、黄色、茶色および赤色の色相が達成され得る。特に、 700 超の焼成温度では、成分Aの場合、酸化チタンおよび酸化鉄を含む混合酸化物、例えば擬板チタン石が形成するため、黄色の色合いが支配的となる。

10

20

30

40

50

EP-A-0332071、DE1951696.8およびDE1951697.7等において説明されているように、例えばアンモニア、水素またはさらに炭化水素および炭化水素/アンモニア混合物を使用した Fe_2O_3 層の還元により、 Fe_3O_4 層が生成され得る。還元は、好ましくは、フォーミングガス雰囲気(N_2/H_2)、特に92%の $N_2/8\%$ の H_2 または96%の $N_2/4\%$ の H_2 中で行われる。還元温度は、好ましくは400~700、特に500~600である。

最終 SiO_2 層の塗布のために、好ましくはDE19618569に記載のプロセスが使用される。 SiO_2 層の生成のために、好ましくはナトリウムまたはカリウム水ガラス溶液が使用される。

さらに、コーティングはまた、流動床反応器内での気相コーティングにより行われてもよく、例えば、真珠光沢顔料の調製のためのEP0045851およびEP0106235において提案されるプロセスが相応に使用され得る。

【0025】

最終顔料混合物の色相は、被覆率またはその結果生じる層厚の異なる選択により、幅広い範囲内で変動し得る。ある特定の色相のための微調整は、量の選択だけではなく、視覚的または測定技術による制御下で所望の色に近づけることにより達成され得る。

成分Aおよび成分Bを含む懸濁液の統合された後処理によって、上述の特性を確立することが可能となると同時に、顔料混合物の均質性が保証され、顔料混合物のコーティングされた基材の粒子形状および構造化表面に起因する分離が防止される。

本発明はまた、本発明による顔料混合物の調製のための方法に関する。

【0026】

本発明は、さらに、本発明による方法により調製される顔料混合物であって、この方法が、湿式化学コーティングの場合、成分Bの水性懸濁液が成分Aの水性懸濁液に添加され、成分AおよびBを含む懸濁液が後処理されること、または、成分Aの基材混合物の湿式化学被覆の後、生成物が分離および後処理され、成分Aの乾燥生成物がその後成分Bの懸濁液と混合され、次いで懸濁液が後処理されること、または、成分Aの基材混合物が成分Bの懸濁液に添加され、成分Bと成分Aの基材混合物との混合物が、湿式化学法により1つまたは複数の有機または無機層と一緒に被覆され、次いで後処理されることにより区別される、顔料混合物に関する。

本特許出願におけるコーティングは、ベース基材の各表面の完全な被覆を意味するように解釈される。

【0027】

成分Aおよび成分Bは、任意の比で互いに混合され得る。それぞれの用途における色の最適化のために、成分Bに対する成分Aの好ましい混合比(質量部)は、99:1~1:99、特に90:10~10:90、極めて特に好ましくは80:20~20:80である。ここで、混合比は、質量に関連する。

本発明による顔料混合物は、一般に、10~200g/100g、特に20~200g/100g、極めて特に好ましくは50~150g/100gの油吸収値を有する。本特許出願における油吸収値は、DIN ISO 787/5-1980(E)に従って決定される。

本発明による顔料混合物は、特に、皮膚上へのより容易な塗布およびより均一な分布を達成し、皮膚感触を改善することにより、化粧品の質感を改善する。本発明による顔料混合物は、非毒性ミネラルに基づいて構築され、主に無機成分を含むため、皮膚に対する非常に良好な耐容性を示す。

【0028】

光、水、および天候に対する安定性を増加させるために、しばしば、適用領域に依存して、顔料混合物をポストコーティングまたは後処理に供することが望ましい。好適なポストコーティングまたは後処理法は、例えば、ドイツ特許第2215191号、DE-A3151354、DE-A3235017またはDE-A3334598に記載される方法である。このポストコーティングは、さらに、化学的および光化学的安定性を増加させる

10

20

30

40

50

、または、顔料混合物の取扱い、特に様々な媒体への組み込みをより容易にする。湿潤性、分散性および/または塗布媒体との適合性を改善するために、 Al_2O_3 もしくは ZrO_2 、またはそれらの混合物を含む機能性コーティングを顔料表面に塗布することが可能である。さらに、例えば、EP0090259、EP0634459、WO99/57204、WO96/32446、WO99/57204、US5,759,255、US5,571,851、WO01/92425またはJ.J. Ponjee, Philips Technical Review, Vol.44, No.3, 81 ff.およびP.H. Harding, J.C. Berg, J. Adhesion Sci. Technol. Vol. 11, No.4, pp.471-493等において説明されているように、シランを用いた有機ポストコーティングが可能である。

本発明はまた、本発明による顔料混合物の調製のための方法であって、フレーク状基材が球状粒子と混合され、また好ましくは湿式化学法により1つまたは複数の吸収または非吸収層、例えば金属酸化物で被覆され、コーティングされた基材/球混合物(成分A)が、結晶性または非晶質粒子(成分B)と混合され、成分AおよびBの混合物と一緒に後処理され、最終混合物が乾燥され、また150~1,000の温度で焼成されてもよい、方法に関する。

【0029】

本発明による顔料混合物は、好ましくは塗料、コーティングおよび印刷インクの実業からの複数の表色系に適合する。複数の結合剤、特に、例えばBASF、Marabu、Proll、Sericol、Hartmann、Gebr. Schmidt、Sicpa、Aarberg、Siegwark、GSB-Wahl、Follmann、RucoまたはCoates Screen INKS GmbHにより販売されているような水溶性の製品が、例えばグラビア印刷、フレキソ印刷、オフセット印刷またはオフセットオーバープリントバーニッシング(offset overprint varnishing)用の印刷インクの調製に好適である。印刷インクは、水系または溶剤系であってもよい。

【0030】

様々な塗布媒体中、例えば、マニキュア液、口紅、コンパクトパウダー、ジェル、ローション、石鹸、歯磨き粉等の化粧品製剤中、塗料中、工業コーティングおよび粉体コーティング中、ならびにプラスチックおよびセラミック中の本発明による顔料混合物により、表面の平滑化および不均一性(しわ、孔、凹み、微小亀裂等)の平坦化等の特に効果的な効果が達成され得る。

良好な皮膚感触および非常に良好な皮膚接着性により、本発明による顔料混合物は、装飾的な化粧品における充填剤として特に好適であるが、パーソナルケア用途、例えばボディローション、エマルション、石鹸、シャンプー、BBクリーム、CCクリーム、DDクリーム等にも好適である。本発明による顔料混合物は、例えば、クリーム、エマルションおよびローションにおいて望まれるような安定化作用を有する。

プラスチック、例えば射出成形部品において使用される場合、その使用は、フローラインまたはヒケの防止にプラスの効果を有する。

【0031】

言うまでもなく、本発明による顔料混合物はまた、例えば以下のものとのブレンドとして、様々な用途に有利に使用することができる。

- 例えば鉄フレークまたはアルミニウムフレークをベースとする金属効果顔料、
- 金属酸化物でコーティングされた合成マイカフレーク、天然マイカフレーク、ガラスフレーク、 Al_2O_3 フレーク、 Fe_2O_3 フレークまたは SiO_2 フレークをベースとする真珠光沢顔料、
- 金属酸化物でコーティングされた合成マイカフレーク、天然マイカフレーク、ガラスフレーク、 Al_2O_3 フレーク、 Fe_2O_3 フレークまたは SiO_2 フレークをベースとする干渉顔料、
- ゴニオクロマチック(goniochromatic)顔料、
- 金属酸化物でコーティングされた合成マイカフレーク、天然マイカフレーク、ガラス

10

20

30

40

50

フレーク、 Al_2O_3 フレーク、 Fe_2O_3 フレークまたは SiO_2 フレークをベースとする複数層顔料（好ましくは2、3、4、5または7層を備える）、

- 有機染料、
- 有機顔料、
- 無機顔料、例えば透明および不透明白色、有色および黒色顔料、
- フレーク状の酸化鉄、
- カーボンブラック。

本発明による顔料混合物は、市販の顔料および/またはさらなる市販の充填剤との任意の比で混合され得る。

【0032】

挙げることができる市販の充填剤は、例えば、天然および合成マイカ、ナイロン粉末、純粋または充填剤入りメラミン樹脂、タルク、ガラス、カオリン、アルミニウム、マグネシウム、カルシウム、亜鉛の酸化物または水酸化物、 $BiOCl$ 、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、炭素、窒化ホウ素、およびこれらの物質の物理的または化学的組合せである。充填剤の粒子形状に関して制限はない。例えば、粒子形状は、要件に応じて、フレーク状、球状または針状であってもよい。

本発明による顔料混合物はまた、当然ながら、製剤において、任意の種類の化粧品用原材料および補助剤と組み合わせられてもよい。これらは、中でも、油、脂肪、ワックス、塗膜形成剤、保存剤、および一般に塗布特性を決定付ける補助剤、例えば増粘剤およびレオロジー添加剤等、例えばベントナイト、ヘクトライト、二酸化ケイ素、ケイ酸Ca、ゼラチン、高分子量炭水化物、および/または表面活性補助剤等を含む。

【0033】

本発明による顔料混合物を含む製剤は、親油性、親水性または疎水性型に属することができる。分離した水相および非水相を有する不均質配合物の場合、本発明による顔料混合物は、いずれの場合でも2つの相のうち1つのみに存在してもよく、または代替として、両方の相にわたり分布してもよい。

製剤のpH値は、1~14の間、好ましくは2~11の間、特に好ましくは4~10の間であってもよい。

製剤中の本発明による顔料混合物の濃度に制限はない。濃度は、用途に依存して、0.001（洗い流し用製品、例えばシャワージェル）~60%の間であってもよい。本発明による顔料混合物は、さらに、化粧品活性化合物と組み合わせられてもよい。好適な活性化合物は、例えば、防虫剤、無機UVフィルタ、例えば、 TiO_2 、UV A/B/C保護フィルタ（例えばOMC、B3、MBC）等、老化防止活性化合物、ビタミンおよびその誘導体（例えばビタミンA、C、E等）、セルフトニング剤（例えば中でもDHA、エリトルロース）、ならびにさらなる化粧品活性化合物、例えばビスボロール、LPO、エクトイン、エンブリカ（emblica）、アラントイン、バイオフィラボノイドおよびそれらの誘導体等である。

【0034】

有機UVフィルタは、一般に、0.5~10質量%、好ましくは1~8質量%の量で使用され、無機UVフィルタは、0.1~30質量%の量で使用される。

さらに、製剤は、従来 of 皮膚保護またはスキンケア活性成分、例えば、アロエベラ、アボカド油、コエンザイムQ10、緑茶抽出物等、および活性化合物複合体を含んでもよい。

同様に、本発明は、本発明による顔料混合物の他に、吸収剤、収斂剤、抗菌物質、酸化防止剤、制汗剤、消泡剤、ふけ防止活性化合物、帯電防止剤、結合剤、生物学的添加剤、漂白剤、キレート剤、防臭剤、皮膚軟化剤、乳化剤、乳化安定剤、染料、保湿剤、塗膜形成剤、充填剤、芳香剤、香料、防虫剤、保存剤、防食剤、化粧品用オイル、溶剤、酸化剤、植物成分、緩衝物質、還元剤、界面活性剤、噴射剤ガス、不透明化剤、UVフィルタおよびUV吸収剤、変性剤、アロエベラ、アボカド油、コエンザイムQ10、緑茶抽出物、粘度調整剤、香水およびビタミンの群から選択される少なくとも1つの構成成分を含む製剤

10

20

30

40

50

、特に化粧品製剤に関する。

【0035】

本発明はまた、塗料、コーティング、印刷インク、偽造防止印刷インク、プラスチック、セラミック材料、光滑剤、ガラスにおける、トレーサーとしての、化粧品製剤における、ならびに顔料調製物および乾燥調製物の調製のための、本発明による顔料混合物の使用に関する。

以下の実施例は、本発明をより詳細に説明することを意図するが、本発明を限定するものではない。

【実施例】

【0036】

(例1)

青い上色を有する顔料混合物

バッチ1A:

Merck KGaAからの8gの天然マイカフレーク(粒子サイズ $< 15 \mu\text{m}$)を、ABC Nanotechからの80gの二酸化ケイ素球(直径: $2 \sim 4 \mu\text{m}$)と共に、800mlの脱イオン水中で攪拌する。

この懸濁液を、攪拌しながら75の反応温度に加熱する。10%硫酸を用いてpHを2.1に調節し、次いで2200gの25%四塩化チタン溶液を量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで10%硫酸を使用してpHを4.3に調節する。その後、10%炭酸アンモニウム溶液を使用してpHを一定に維持しながら、2つの溶液1および2を同時に添加する。溶液1は、60gのヘキサシアノ鉄(III)酸カリウムおよび1300gの脱イオン水から調製する。溶液2は、76gの硫酸鉄七水和物および1250gの脱イオン水からなる。添加が完了したら、混合物をさらに15分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH6に設定する。

【0037】

バッチ1B:

900mlの脱イオン水を攪拌しながら73の反応温度に加熱し、次いで10%硫酸を使用してpHを4.3に調節する。その後、10%炭酸アンモニウム溶液を使用してpHを一定に維持しながら、2つの溶液1および2を同時に添加する。溶液1は、165gのヘキサシアノ鉄(III)酸カリウムおよび2100gの脱イオン水から調製する。溶液2は、209gの硫酸鉄七水和物および1950gの脱イオン水からなる。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH6に設定する。

両方のバッチが完成したら、バッチ1Aおよび1Bの懸濁液を混合し、濾過し、洗浄し、150で乾燥させ、次いで24 μm のメッシュ幅を有する篩を通して篩い分けすると、青い上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、1A/1B混合比により、所望通りに調節され得る。

【0038】

例1a:

1A:1B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例1b:

1A:1B比が1:1である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例1c:

1A:1B比が2:8である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

【0039】

10

20

30

40

50

(例2)

赤い上色を有する顔料混合物

バッチ2A:

Merck KGaAからの8gの合成マイカフレーク(粒子サイズ $< 15 \mu\text{m}$)を、Sinoenergyからの80gの二酸化ケイ素球(直径 $2 \sim 4 \mu\text{m}$)と共に、800mlの脱イオン水中で攪拌する。

この懸濁液を攪拌しながら73の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを3.3に調節する。その後、923gの10%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、10%HClを使用してpHをpH2.1に設定し、その後310gの25%四塩化チタン溶液を量り入れる。この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に設定し、混合物をさらに15分間攪拌する。

10

【0040】

バッチ2B:

1.7lの脱イオン水を攪拌しながら73の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを3.3に調節する。その後、1000gの10%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に設定する。

20

両方のバッチが完成したら、バッチ2Aおよび2Bの懸濁液を混合し、濾過し、洗浄し、150で乾燥させる。その後、顔料混合物を780で焼成し、次いで $24 \mu\text{m}$ のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

赤紫の上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、2A/2B混合比により、所望通りに調節され得る。

【0041】

例2a:

2A:2B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

30

例2b:

2A:2B比が1:1である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例2c:

2A:2B比が2:8である場合、非常に良好な隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

【0042】

(例3)

白い上色を有する顔料混合物

1.2lの脱イオン水を攪拌しながら75の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHをpH1.8に調節する。その後、20mlの四塩化チタン溶液(400g/l)を25分間にわたって量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに20分間攪拌し、Merck KGaAからの20gの天然マイカフレーク(粒子サイズ $< 15 \mu\text{m}$)およびABC Nanotechからの60gの二酸化ケイ素球(直径 $2 \sim 4 \mu\text{m}$)の水中懸濁液600mlを30分間にわたって量り入れ、この間、塩酸を使用してpHを一定に維持する。その後、200mlの四塩化チタン溶液(400g/l)を2.5時間にわたって量り入れ、この間、水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを1.8に維持する。その後の攪拌時間

40

50

後、水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを5に設定し、混合物をさらに15分間搅拌する。

【0043】

バッチを濾過し、生成物を含有する濾過残渣を水で洗浄し、150 で乾燥させる。その後、粉末を800 で45分間焼成し、次いで24 μ mのメッシュ幅を有する篩を通して篩い分けする。

白い上色、柔らかい皮膚感触、マットな質感および優雅なきらめきを有する顔料混合物が得られ、これは、例えば粉碎または強制分散等のさらなる労力なしで、化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。

【0044】

(例4)

赤い上色を有する顔料混合物

バッチ4A:

Merck KGaAからの15gの天然マイカフレーク(粒子サイズ<15 μ m)を、ABC Nanotechからの85gの二酸化ケイ素球(直径2~4 μ m)と共に、1500mlの脱イオン水中で搅拌する。この懸濁液を、搅拌しながら75 の反応温度に加熱する。次いで、10%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH10に設定し、その状態で5分間維持し、最後に10%塩酸を使用して3.1の被覆pHに調節する。その後、838gの14%塩化鉄溶液(170gのFe₂O₃/l)を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに15分間搅拌する。次いで、10%HClを使用してpHをpH1.8に設定し、その後956gの四塩化チタン溶液(400g/l、これは133gのTiO₂に相当する)を量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間搅拌する。次いで、10%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH=5に設定し、混合物をさらに15分間搅拌する。

【0045】

このバッチが完成したら、懸濁液を濾過し、脱イオン水で洗浄し、110 で10時間乾燥させ、800 で30分間焼成する。

この前駆体は、42%のFe₂O₃、33%のTiO₂、21%のSiO₂および4%のマイカの組成を有する。

バッチ4B:

2lの脱イオン水を搅拌しながら85 の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを2.8に調節する。その後、295gの塩化鉄溶液(w(Fe)=14%)を量り入れ(60gのFe₂O₃に相当する)、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間搅拌する。バッチは、吸引により直接濾過しない。

【0046】

その後、バッチ4Aからの60gの焼成材料を添加し、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH=5に設定し、混合物をさらに15分間搅拌する。最後に、懸濁液を濾過し、10lの脱イオン水で洗浄し、110 で10時間乾燥させる。最後に、得られた粉末を800 で30分間焼成し、24 μ mの篩を使用して篩い分けする。

最終生成物は、71%のFe₂O₃、16%のTiO₂、11%のSiO₂および2%のマイカの組成を有する。

赤紫の上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、4A/4B混合比により、所望通りに調節され得る。

【0047】

例4a:

4A:4B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する

10

20

30

40

50

特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 4 b :

4 A : 4 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 4 c :

4 A : 4 B 比が 2 : 8 である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

【 0 0 4 8 】

(例 5)

シャンパン色の上色を有する顔料混合物

10

バッチ 5 A :

Merck KGaA からの 8 g の酸化アルミニウムフレーク (5 ~ 4 0 μ m) を、Sinoenergy からの 8 0 g の二酸化ケイ素球 (直径 2 ~ 4 μ m) と共に、8 0 0 m l の脱イオン水中で攪拌する。この懸濁液を攪拌しながら 7 3 の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 塩酸を使用して pH を 2 . 1 に調節する。その後、2 2 0 0 g の 2 5 % 四塩化チタン溶液を量り入れる。2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 3 . 3 に設定し、混合物をさらに 5 分間攪拌する。その後、3 5 6 g の 7 % 塩化鉄溶液を量り入れ、この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。溶液の添加が完了したら、混合物をさらに数分間攪拌し、次いで 2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 6 に設定する。

20

【 0 0 4 9 】

バッチ 5 B :

1 . 7 1 の脱イオン水を攪拌しながら 7 0 の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 塩酸を使用して pH を 2 . 1 に調節する。次いで、1 3 5 0 g の 2 5 % 四塩化チタン溶液を量り入れる。2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。次いで、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 3 . 3 に調節し、混合物をさらに 5 分間攪拌する。その後、pH を 1 . 9 に設定し、3 5 6 g の 7 % 塩化鉄溶液を量り入れ、この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して、pH を p

30

両方のバッチが完成したら、バッチ 5 A および 5 B の懸濁液を混合し、濾過し、洗浄し、1 5 0 で乾燥させる。その後、顔料混合物を 7 8 0 で焼成し、次いで 2 4 μ m のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

【 0 0 5 0 】

柔らかい皮膚感触およびマットな質感を有するシャンパン色から皮膚色の顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、5 A / 5 B 混合比により、所望通りに調節され得る。

40

例 5 a :

5 A : 5 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 5 b :

5 A : 5 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

【 0 0 5 1 】

例 5 c :

5 A : 5 B 比が 2 : 8 である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

(例 6)

50

シャンパン色の上色を有する顔料混合物

バッチ 6 A :

Merck KGaAからの12gの天然マイカフレーク($< 15 \mu\text{m}$)を、ABC Nanotechからの100gの二酸化ケイ素球(直径 $2 \sim 4 \mu\text{m}$)と共に、800mlの脱イオン水中で攪拌する。この懸濁液を攪拌しながら85の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを2.1に調節する。その後、1856gの25%四塩化チタン溶液を量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH3.3に設定し、混合物をさらに5分間攪拌する。その後、289gの7%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。溶液の添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH6に設定する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、乾燥させる。乾燥した顔料混合物をマッフル炉内で空気中700において焼成する。

10

【0052】

バッチ 6 B :

1.7lの脱イオン水を攪拌しながら65の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを2.1に調節する。次いで、1265gの25%四塩化チタン溶液を量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH3.1に調節し、混合物をさらに5分間攪拌する。その後、pHを2.1に設定し、564gの7%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用して、pHをpH6に調節する。

20

【0053】

両方のバッチが完成したら、バッチ6Aからの焼成粉末を、バッチ6Bの懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、150で乾燥させる。その後、粉末を780で焼成し、次いで $24 \mu\text{m}$ のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

柔らかい皮膚感触およびマットな質感を有するシャンパン色から皮膚色の顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、6A/6B混合比により、所望通りに調節され得る。

30

例 6 a :

6A:6B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 6 b :

6A:6B比が1:1である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

【0054】

例 6 c :

6A:6B比が2:8である場合、非常に良好な隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

40

(例7)

シャンパン色の上色を有する顔料混合物

バッチ 7 A :

Merck KGaAからの15gの酸化アルミニウムフレーク($< 20 \mu\text{m}$)を、ABC Nanotechからの85gの二酸化ケイ素球(直径 $2 \sim 4 \mu\text{m}$)と共に、800mlの脱イオン水中で攪拌する。

【0055】

この懸濁液を攪拌しながら73の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してp

50

Hを3.1に調節する。その後、356gの7%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、20%塩酸を使用してpHをpH2.1に調節し、混合物をさらに5分間攪拌する。その後、1689gの25%四塩化チタン溶液を量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。溶液の添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH6に設定する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、140で乾燥させる。

バッチ7B:

1.71の脱イオン水を攪拌しながら85の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを3.1に調節する。その後、685gの7%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。10%塩酸を使用してpHをpH2.1に調節し、941gの25%四塩化チタン溶液を量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。次いで、混合物をさらに5分間攪拌し、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH5に調節する。

10

【0056】

両方のバッチが完成したら、バッチAからの焼成粉末を、バッチBの懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、150で乾燥させる。その後、粉末を550で焼成し、次いで24 μ mのメッシュ幅を有する篩に通過させる。

柔らかい皮膚感触およびマットな質感を有するシャンパン色から皮膚色の顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、7A/7B混合比により、所望通りに調節され得る。

20

例7a:

7A:7B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

【0057】

例7b:

7A:7B比が1:1である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

30

例7c:

7A:7B比が2:8である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料が得られる。

(例8)

黒い上色を有する顔料混合物

バッチ8A:

Merck KGaAからの8gの合成二酸化ケイ素フレーク(5~50 μ m)を、ABC Nanotechからの80gの二酸化ケイ素球(直径2~4 μ m)と共に、800mlの脱イオン水中で攪拌する。

【0058】

この懸濁液を攪拌しながら73の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを3.3に調節する。その後、923gの10%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、10%HClを使用してpHをpH2.1に設定し、その後310gの四塩化チタン溶液(400g/l)を量り入れる。この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に調節し、混合物をさらに15分間攪拌する。

40

【0059】

バッチ8B:

50

1.71の脱イオン水を攪拌しながら73の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを3.3に調節する。その後、1000gの10%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に設定する。

両方のバッチが完成したら、バッチ8Aおよび8Bの懸濁液を混合し、濾過し、洗浄し、150で乾燥させる。その後、粉末をフォーミングガス($N_2:H_2$ 比95:5)中650で焼成し、次いで24 μ mのメッシュ幅を有する篩に通過させる。

黒い上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する効果顔料が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、8A/8B混合比により、所望通りに調節され得る。

【0060】

例8a:

8A:8B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例8b:

8A:8B比が1:1である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例8c:

8A:8B比が2:8である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

(例9)

黒い上色を有する顔料混合物

バッチ9A:

Merck KGaAからの15gの天然マイカフレーク($<15\mu$ m)を、ABC Nanotechからの85gの二酸化ケイ素球(直径2~4 μ m)と共に、1200mlの脱イオン水中で攪拌する。

【0061】

この懸濁液を攪拌しながら80の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを3.1に調節する。その後、886gの14%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、32%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、10%HClを使用してpHをpH2.1に調節し、その後1240gの四塩化チタン溶液(400g/l)を量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に設定し、混合物をさらに15分間攪拌する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、乾燥させる。乾燥した粉末をマッフル炉内で空気中800において焼成する。

【0062】

バッチ9B:

1.71の脱イオン水を攪拌しながら82の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを3.2に調節する。その後、495gの14%塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH5に設定する。

両方のバッチが完成したら、バッチAからの焼成粉末を、バッチBの懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、150で乾燥させる。その後、組み合わせた粉末をフォーミングガス($N_2:H_2$ 比92:8)中500で焼成し、次いで24 μ mのメッシュ幅を有する篩に通過させる。

【0063】

10

20

30

40

50

黒い上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する効果顔料が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、9 A / 9 B 混合比により、所望通りに調節され得る。

例 9 a :

9 A : 9 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 9 b :

9 A : 9 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

10

【 0 0 6 4 】

例 9 c :

9 A : 9 B 比が 2 : 8 である場合、非常に良好な隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

(例 1 0)

黒い上色を有する顔料混合物

バッチ 1 0 A :

Merck KGaA からの 1 0 g の天然マイカフレーク (1 0 ~ 6 0 μ m) を、Si no energy からの 8 5 g の二酸化ケイ素球 (直径 2 ~ 4 μ m) と共に、1 2 0 0 m l の脱イオン水中で攪拌する。

20

【 0 0 6 5 】

この懸濁液を攪拌しながら 8 5 の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 塩酸を使用して p H を 2 . 9 に調節する。その後、9 2 5 g の 1 4 % 塩化鉄溶液を量り入れ、この間、3 2 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して p H を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。1 0 % H C l を使用して p H を p H 2 . 1 に設定し、その後 1 0 1 5 g の四塩化チタン溶液 (4 0 0 g / l) を量り入れる。この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して p H を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して p H を p H 7 に調節し、混合物をさらに 1 5 分間攪拌する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、乾燥させる。

【 0 0 6 6 】

30

バッチ 1 0 B :

1 . 7 l の脱イオン水を攪拌しながら 7 0 の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 塩酸を使用して p H を 3 . 2 に調節する。その後、7 5 0 g の 1 4 % 塩化鉄溶液を量り入れ、この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して p H を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌し、次いで 2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して p H を p H 5 に設定する。

両方のバッチが完成したら、バッチ A からの乾燥した粉末を、バッチ B の懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、1 5 0 で乾燥させる。その後、組み合わせた粉末をフォーミングガス (N₂ : H₂ 比 = 9 2 : 8) 中 7 6 0 で焼成し、2 4 μ m のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

40

黒い上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する効果顔料が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、1 0 A / 1 0 B 混合比により、所望通りに調節され得る。

【 0 0 6 7 】

例 1 0 a :

1 0 A : 1 0 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 1 0 b :

1 0 A : 1 0 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を

50

有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 1 0 c :

1 0 A : 1 0 B 比が 2 : 8 である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

(例 1 1)

赤い上色を有する顔料混合物

バッチ 1 1 A :

Merck KGaA からの 15 g の天然マイカフレーク (5 ~ 35 μm) を、ABC Nanotech からの 85 g の二酸化ケイ素球 (直径 2 ~ 4 μm) と共に、1200 ml の脱イオン水中で攪拌する。

10

【 0 0 6 8 】

この懸濁液を攪拌しながら 80 の反応温度に加熱し、次いで 10 % 塩酸を使用して pH を 3 . 1 に調節する。その後、886 g の 14 % 塩化鉄溶液を量り入れ、この間、32 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、10 % HCl を使用して pH を pH 2 . 1 に設定し、その後 1240 g の四塩化チタン溶液 (400 g / l) を量り入れる。この間、20 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、20 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 7 に調節し、混合物をさらに 15 分間攪拌する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、乾燥させる。乾燥した粉末をマッフル炉内で 800 において 30 分間焼成する。

20

【 0 0 6 9 】

バッチ 1 1 B :

1 . 7 l の脱イオン水を攪拌しながら 82 の反応温度に加熱し、次いで 10 % 塩酸を使用して pH を 3 . 2 に調節する。その後、495 g の 14 % 塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌し、次いで 20 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 5 に調節する。

両方のバッチが完成したら、バッチ 1 1 A からの焼成粉末を、バッチ 1 1 B の懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、150 で乾燥させる。その後、組み合わせた粉末を 780 で焼成し、次いで 24 μm のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

30

赤紫の上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する効果顔料が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、11A : 11B 混合比により、所望通りに調節され得る。

【 0 0 7 0 】

例 1 1 a :

1 1 A : 1 1 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 1 1 b :

1 1 A : 1 1 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

40

例 1 1 c :

1 1 A : 1 1 B 比が 2 : 8 である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

【 0 0 7 1 】

(例 1 2)

赤い上色を有する顔料混合物

バッチ 1 2 A :

Merck KGaA からの 10 g の合成マイカフレーク (< 15 μm) を、Sinoenergy からの 85 g の二酸化ケイ素球 (直径 2 ~ 4 μm) と共に、1200 ml の

50

脱イオン水中で攪拌する。

この懸濁液を攪拌しながら 85 の反応温度に加熱し、次いで 10% 塩酸を使用して pH を 2.9 に調節する。その後、925 g の 14% 塩化鉄溶液を量り入れ、この間、32% 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、10% HCl を使用して pH を pH 2.1 に設定し、その後 1015 g の四塩化チタン溶液 (400 g/l) を量り入れる。この間、20% 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、20% 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 7 に調節し、混合物をさらに 15 分間攪拌する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、乾燥させる。

【0072】

バッチ 12 B :

1.7 l の脱イオン水を攪拌しながら 70 の反応温度に加熱し、次いで 10% 塩酸を使用して pH を 3.2 に調節する。その後、750 g の 14% 塩化鉄溶液を量り入れ、この間、20% 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌し、次いで 20% 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 5 に設定する。

両方のバッチが完成したら、バッチ 12 A からの乾燥した粉末を、バッチ 12 B の懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、150 で乾燥させる。その後、組み合わせた粉末を 780 で焼成し、24 μm のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

赤紫の上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、12 A / 12 B 混合比により、所望通りに調節され得る。

【0073】

例 12 a :

12 A : 12 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 12 b :

12 A : 12 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 12 c :

12 A : 12 B 比が 2 : 8 である場合、非常に良好な隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

【0074】

(例 13)

黄色い上色を有する顔料混合物

バッチ 13 A :

Merck KGaA からの 8 g の合成マイカフレーク (10 ~ 40 μm) を、ABC Nanotech からの 80 g の二酸化ケイ素球 (直径 2 ~ 4 μm) と共に、800 ml の脱イオン水中で攪拌する。

この懸濁液を攪拌しながら 85 の反応温度に加熱し、次いで 10% 硫酸を使用して pH を 3.5 に調節する。その後、101 g の硫酸鉄 (III)、130 g の硫酸鉄 (II) 七水和物および 480 g の脱イオン水からなる溶液を量り入れ、この間、20% 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、20% 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 8 に設定し、その後、150 g のナトリウム水ガラス溶液 ($wSiO_2 = 14\%$) を量り入れる。この間、20% 硫酸を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、10% 硫酸を使用して pH を pH 5 に設定し、混合物をさらに 15 分間攪拌する。

10

20

30

40

50

【 0 0 7 5 】

バッチ 1 3 B :

1 . 7 l の脱イオン水を攪拌しながら 8 7 の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 塩酸を使用して pH を 3 . 7 に調節する。その後、1 9 0 g の硫酸鉄 (I I I)、2 1 0 g の硫酸鉄 (I I) 七水和物および 6 0 0 g の脱イオン水からなる溶液を量り入れ、この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌し、次いで 2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 7 に調節し、その後、9 0 g のナトリウム水ガラス溶液 (w S i O ₂ = 1 4 %) を量り入れる。この間、2 0 % 硫酸を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、1 0 % 硫酸を使用して pH を pH 5 に設定し、混合物をさら

10

【 0 0 7 6 】

両方のバッチが完成したら、バッチ 1 3 A および 1 3 B の懸濁液を混合し、濾過し、洗浄し、1 5 0 で乾燥させ、2 4 μ m のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

黄色い上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、1 3 A / 1 3 B 混合比により、所望通りに調節され得る。

例 1 3 a :

1 3 A : 1 3 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

20

【 0 0 7 7 】

例 1 3 b :

1 3 A : 1 3 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 1 3 c :

1 3 A : 1 3 B 比が 2 : 8 である場合、非常に良好な隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

(例 1 4)

黄色い上色を有する顔料混合物

30

バッチ 1 4 A :

M e r c k K G a A からの 1 5 g の合成マイカフレーク (5 ~ 4 0 μ m) を、S i n o e n e r g y からの 8 5 g の二酸化ケイ素球 (直径 2 ~ 4 μ m) と共に、1 2 0 0 m l の脱イオン水中で攪拌する。

【 0 0 7 8 】

この懸濁液を攪拌しながら 9 0 の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 硫酸を使用して pH を 3 . 5 に調節する。その後、2 0 0 g の硫酸鉄 (I I I)、2 1 0 g の硫酸鉄 (I I) 七水和物および 7 0 0 g の脱イオン水からなる溶液を量り入れ、この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 8 に設定し、その後、2 9 0 g のナトリウム水ガラス溶液 (w S i O ₂ = 1 4 %) を量り入れる。この間、2 0 % 硫酸を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、1 0 % 硫酸を使用して pH を pH 5 に設定し、混合物をさらに 1 5 分間攪拌する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、乾燥させる。

40

【 0 0 7 9 】

バッチ 1 4 B :

1 . 2 l の脱イオン水を攪拌しながら 7 5 の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 塩酸を使用して pH を 3 . 9 に調節する。その後、1 2 0 g の硫酸鉄 (I I I)、1 6 3 g の硫酸鉄 (I I) 七水和物および 5 0 0 g の脱イオン水からなる溶液を量り入れ、この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物

50

をさらに5分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に調節し、その後、65gのナトリウム水ガラス溶液($wSiO_2 = 14\%$)を量り入れる。この間、20%硫酸を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、10%硫酸を使用してpHをpH6に設定し、混合物をさらに15分間攪拌する。

両方のバッチが完成したら、バッチ14Aからの乾燥した粉末を、バッチ14Bの懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、170で乾燥させ、24 μm のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

黄色い上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、14A/14B混合比により、所望通りに調節され得る。

【0080】

例14a:

14A:14B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例14b:

14A:14B比が1:1である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例14c:

14A:14B比が2:8である場合、非常に良好な隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

(例15)

緑の上色を有する顔料混合物

バッチ15A:

Merck KGaAからの8gの天然マイカフレーク(粒子サイズ10~100 μm)を、ABC Nanotechからの80gの二酸化ケイ素球(直径:2~4 μm)と共に、1200mlの脱イオン水中で攪拌する。

【0081】

この懸濁液を攪拌しながら70の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを5.5に調節する。その後、309gの塩化クロム(III)六水和物および800mlの脱イオン水の溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に設定し、混合物をさらに15分間攪拌する。

バッチ15B:

2.1lの脱イオン水を攪拌しながら73の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを6.0に調節する。その後、556gの塩化クロム(III)六水和物および1250mlの脱イオン水の溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に設定する。

【0082】

両方のバッチが完成したら、バッチ15Aおよび15Bの懸濁液を混合し、濾過し、洗浄し、150で乾燥させる。その後、粉末を空気中800で焼成し、次いで24 μm のメッシュ幅を有する篩を通して篩い分けする。

緑の上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、15A/15B混合比により、所望通りに調節され得る。

【0083】

10

20

30

40

50

例 1 5 a :

1 5 A : 1 5 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 1 5 b :

1 5 A : 1 5 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 1 5 c :

1 5 A : 1 5 B 比が 2 : 8 である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

【 0 0 8 4 】

(例 1 6)

緑の上色を有する顔料混合物

バッチ 1 6 A :

Merck KGaA からの 1 5 g の天然マイカフレーク (粒子サイズ 5 ~ 2 5 μ m) を、Sinoenergy からの 8 5 g の二酸化ケイ素球 (直径 2 ~ 4 μ m) と共に、1 8 0 0 m l の脱イオン水中で攪拌する。

この懸濁液を攪拌しながら 8 0 °C の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 塩酸を使用して pH を 1 . 8 に調節する。その後、3 5 0 g の四塩化チタン溶液 (4 0 0 g / l) を量り入れる。2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。次いで、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 7 に設定し、混合物をさらに 1 5 分間攪拌する。その後、5 1 6 g の塩化クロム (III) 六水和物および 1 0 1 0 m l の脱イオン水の溶液を量り入れ、この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、乾燥させる。乾燥した粉末をマッフル炉内で空気中 8 0 0 °C において焼成する。

【 0 0 8 5 】

バッチ 1 6 B :

1 . 9 l の脱イオン水を攪拌しながら 8 0 °C の反応温度に加熱し、次いで 1 0 % 塩酸を使用して pH を 6 . 0 に調節する。その後、7 0 6 g の塩化クロム (III) 六水和物および 1 2 0 0 m l の脱イオン水の溶液を量り入れ、この間、2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに 5 分間攪拌し、次いで 2 0 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 7 に設定する。

両方のバッチが完成したら、バッチ A からの焼成粉末を、バッチ B の懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、1 5 0 °C で乾燥させる。その後、組み合わせた粉末を空気中 7 5 0 °C で焼成し、2 4 μ m のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

【 0 0 8 6 】

緑の上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、1 6 A / 1 6 B 混合比により、所望通りに調節され得る。

例 1 6 a :

1 6 A : 1 6 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 1 6 b :

1 6 A : 1 6 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

【 0 0 8 7 】

例 1 6 c :

1 6 A : 1 6 B 比が 2 : 8 である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

10

20

30

40

50

(例 17)

緑の上色を有する顔料混合物

バッチ 17 A :

Merck KGaAからの10gの天然マイカフレーク(粒子サイズ $< 15 \mu\text{m}$)を、ABC Nanotechからの100gの二酸化ケイ素球(直径 $2 \sim 4 \mu\text{m}$)と共に、1800mlの脱イオン水中で撹拌する。

この懸濁液を撹拌しながら80の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを2.1に調節する。その後、200gの四塩化チタン溶液(400g/l)を量り入れ、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間撹拌する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7.5に設定し、混合物をさらに15分間撹拌する。その後、480gの塩化クロム(III)六水和物および900mlの脱イオン水の溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間撹拌する。懸濁液を濾過し、塩がなくなるまで洗浄し、乾燥させる。

10

【0088】

バッチ 17 B :

1.9lの脱イオン水を撹拌しながら85の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを6.5に調節する。その後、706gの塩化クロム(III)六水和物および950mlの脱イオン水の溶液を量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間撹拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に調節する。

20

両方のバッチが完成したら、バッチ17Aからの乾燥した粉末を、バッチ17Bの懸濁液に添加する。懸濁液を濾過し、洗浄し、150で乾燥させる。その後、組み合わせた粉末を空气中850で焼成し、 $24 \mu\text{m}$ のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

【0089】

緑の上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、17A/17B混合比により、所望通りに調節され得る。

30

例 17 a :

17A:17B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 17 b :

17A:17B比が1:1である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

【0090】

例 17 c :

17A:17B比が2:8である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

40

(例 18)

白い上色を有する顔料混合物

バッチ 18 A :

Merck KGaAからの20gの天然マイカフレーク(粒子サイズ $10 \sim 60 \mu\text{m}$)を、Sinoenergyからの65gの二酸化ケイ素球(直径 $2 \sim 4 \mu\text{m}$)と共に、1200mlの脱イオン水中で撹拌する。

【0091】

この懸濁液を撹拌しながら75の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHを2.0に調節する。その後、150gの10%塩化スズ(IV)溶液を45分間にわたって量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間撹拌する。次いで、1300gの12%四塩

50

化チタン溶液を6時間にわたって量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌する。次いで、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH6に設定し、混合物をさらに15分間攪拌する。

バッチ18B:

1.5lの脱イオン水を攪拌しながら75の反応温度に加熱し、次いで10%塩酸を使用してpHをpH3.0に調節する。その後、1900gの14%四塩化チタン溶液を4時間にわたって量り入れ、この間、20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH7に設定する。

10

【0092】

両方のバッチが完成したら、バッチ18Aおよび18Bの懸濁液を混合し、濾過し、水で洗浄し、150で乾燥させる。その後、粉末を800で45分間焼成し、次いで100μmのメッシュ幅を有する篩に通過させる。

白い上色、柔らかい皮膚感触、マットな質感および優雅なきらめきを有する顔料混合物が得られ、これは、例えば粉碎または強制分散等のさらなる労力なしで、化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および輝度(きらめき)は、18A/18B混合比により、所望通りに調節され得る。

例18a:

18A:18B比が8:2である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

20

【0093】

例18b:

18A:18B比が1:1である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例18c:

18A:18B比が2:8である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

(例19)

青い上色を有する顔料混合物

30

バッチ19A:

Merck KGaAからの8gのガラスフレーク(粒子サイズ10~100μm)を、ABC Nanotechからの80gの二酸化ケイ素球(直径:2~4μm)と共に、800mlの脱イオン水中で攪拌する。

【0094】

この懸濁液を、攪拌しながら75の反応温度に加熱する。10%硫酸を用いてpHを2.1に調節し、次いで2200gの25%四塩化チタン溶液を量り入れる。20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHを一定に維持する。添加が完了したら、混合物をさらに5分間攪拌し、次いで10%硫酸を使用してpHを4.3に調節する。その後、10%炭酸アンモニウム溶液を使用してpHを一定に維持しながら、2つの溶液1および2を同時に添加する。溶液1は、60gのヘキサシアノ鉄(III)酸カリウムおよび1300gの脱イオン水から調製する。溶液2は、76gの硫酸鉄七水和物および1250gの脱イオン水からなる。添加が完了したら、混合物をさらに15分間攪拌し、次いで20%水酸化ナトリウム溶液を使用してpHをpH6に設定する。

40

【0095】

バッチ19B:

900mlの脱イオン水を攪拌しながら73の反応温度に加熱し、次いで10%硫酸を使用してpHを4.3に調節する。その後、10%炭酸アンモニウム溶液を使用してpHを一定に維持しながら、2つの溶液1および2を同時に添加する。溶液1は、165gのヘキサシアノ鉄(III)酸カリウムおよび2100gの脱イオン水から調製する。溶

50

液 2 は、209 g の硫酸鉄七水和物および 1950 g の脱イオン水からなる。次いで、20 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して、pH を pH 6 に設定する。

両方のバッチが完成したら、バッチ 1 A および 1 B の懸濁液を混合し、濾過し、洗浄し、150 で乾燥させ、次いで 24 μm のメッシュ幅を有する篩に通過させる。

青い上色および柔らかい皮膚感触、ならびにマットな質感を有する顔料混合物が得られ、これは、高い彩度を有し、さらなる労力なしで化粧品製剤中に極めて良好に組み込むことができる。隠蔽力、皮膚感触および彩度は、19 A / 19 B 混合比により、所望通りに調節され得る。

【0096】

例 19 a :

19 A : 19 B 比が 8 : 2 である場合、著しく良好な皮膚感触および適度な隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 19 b :

19 A : 19 B 比が 1 : 1 である場合、非常に良好な皮膚感触および中程度の隠蔽力を有する特に高彩度の顔料混合物が得られる。

例 19 c :

19 A : 19 B 比が 2 : 8 である場合、非常に高い隠蔽力および良好な皮膚感触を有する高彩度の顔料混合物が得られる。

(例 20)

白い上色を有する顔料混合物

【0097】

最初に、1500 ml の脱イオン水を加熱可能な反応槽に導入して 75 に加熱し、この温度で 376 g の $TiOCl_2$ 溶液 (400 g の $TiCl_4$ / リットル) を激しく攪拌しながら 5 ml / 分の投入速度で量り入れる。プロセス中、pH は低下するが、32 % 水酸化ナトリウム溶液の制御された添加により、2.0 で一定に維持する。 $TiOCl_2$ の添加が完了したら、混合物を pH 2.0 で 15 分間攪拌する。その後、250 ml の脱イオン水中の 75 g のマイカフレーク (粒子サイズ 1 ~ 15 μm) および 25 g の SiO_2 球 ($D_{50} = 2 \sim 4 \mu m$; ABC Nanotech Co., Ltd. からの SILNOS 130) の均質懸濁液を添加し、再び 75 に達したら、塩酸 (18 % HCl) を使用して pH を 2.2 に低下させる。温度を一定に維持し、また 32 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を一定に維持しながら、8.64 g の $SnOCl_2$ 溶液 (50 % $SnCl_4$)、22.8 g の塩酸 (37 % HCl) および 167 g の脱イオン水の均質溶液を、30 分間にわたって均一な速度で量り入れる。その後の 15 分の攪拌時間後、740 g の $TiOCl_2$ 溶液 (400 g の $TiCl_4$ / リットル) を 5 ml / 分の投入速度で添加する。この間、32 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を 2.2 で一定に維持する。 $TiOCl_2$ 溶液の添加が完了したら、混合物をさらに 15 分間攪拌し、次いで 32 % 水酸化ナトリウム溶液を使用して pH を pH 5.0 に調節し、混合物をさらに 15 分間攪拌する。

【0098】

得られた固体を濾過し、15 l の脱イオン水で洗浄し、110 で 16 時間乾燥させる。その後、生成物を 850 で 30 分間焼成し、100 μm のメッシュ幅を有する篩を通して篩い分けする。

非常に柔らかい皮膚感触を有する白色粉末が得られるが、これは皮膚に塗ると若干青みを帯びた光沢を示す。

【0099】

使用例

例 A 1 : アイシャドウジェル

10

20

30

40

【表1】

原材料	INCI	[%]	
A相			
Timiron(登録商標)Super Gold	(1) MERCK KGAAからのマイカフレーク、CI 77891(二酸化チタン)	15.00	
例1からの顔料混合物		7.00	
Carbopol Ultrez 21	(2) (アクリレート/アクリル酸アルキル(C10-30))クロスポリマー	0.30	
アロエベラ粉末、標準200倍	(3) アロエベラ	0.05	10
クエン酸一水和物	(1) クエン酸	0.00	
水、脱塩	AQUA(水)	55.87	
B相			
トリエタノールアミン90%ケア	(4) トリエタノールアミン、AQUA(水)	0.78	
Germaben II	(5) プロピレングリコール、ジアゾリジニル尿素、メチルパラベン、プロピルパラベン	1.00	
グリセリン、無水	(1) グリセリン	2.00	20
水、脱塩	AQUA(水)	13.00	
C相			
Lubrajel DV	(6) プロピレングリコール、ポリメタクリル酸グリセリル	5.00	

【0100】

調製：

アロエベラ粉末をA相の水に溶解し、次いで全ての顔料および顔料混合物、ならびにCarbopol以外の残りの成分を添加し、分散させる。粘度を低減するために数滴のクエン酸を使用して酸性化し、次いで攪拌しながらCarbopolを散乱させる。完全に溶解したら、事前に溶解したB相中で緩やかに攪拌し(均質化しない)、その後C相を添加する。必要に応じて、クエン酸溶液を使用してpHを7.0~7.5の間に調節する。

アロエベラを含有する水性アイシャドウジェル製剤が得られる(極めて速乾性であり、指を用いて塗布しやすい)。

【0101】

供給源：

- (1) Merck KGAA/Rona(登録商標)
- (2) Noveon
- (3) Terry Laboratoires, Inc.
- (4) BASF AG
- (5) ISP Global Technologies
- (6) Guardian

【0102】

例A2：クリーム状アイシャドウ

【表2】

原材料	INCI	[%]
A相		
Colorona(登録商標)Light Blue	(1) MERCK KGAAからのマイカフレーク、CI 77891(二酸化チタン) CI 77510(フェロシアン化第二鉄)	10.00
例1からの顔料混合物		15.00
タルク	(1) タルク	12.00
B相		
Crodamol PMP	(2) プロピオン酸PPG-2ミリスチル	32.80
Miglyol 812 N	(3) トリ(カプリル/カプリン酸)グリセリル	12.00
Syncrowax HGLC	(2) トリ脂肪酸(C18-36)グリセリル	10.00
Syncrowax HRC	(2) トリベヘニン	3.00
Parteck(登録商標)LUB STA	(1) ステアリン酸	3.00
Antaron V-216	(4) (PVP/ヘキサデセン)コポリマー	2.00
Oxydex(登録商標)K液	(1) PEG-8、トコフェロール、パルミチン酸アスコルビル、アスコルビン酸、クエン酸	0.10
4-ヒドロキシ安息香酸プロピル	(1) プロピルパラベン	0.10

10

20

【0103】

調製：

全てが溶融するまでB相を約80℃に加熱し、攪拌しながら65℃に冷却する。次いで、攪拌しながらA相の成分を添加し、65℃で提供されたパッケージに組成物を注ぎ込む。室温に冷却する。

30

【0104】

供給源：

- (1) Merck KGAA / Rona (登録商標)
- (2) Croda GmbH
- (3) Sasol Germany GmbH
- (4) ISP Global Technologies

【0105】

例A3：フェイスパウダー

【表3】

原材料		INCI	[%]	
A相				
例5からの顔料混合物			20.00	
Unipure Yellow LC 182	(1)	CI 77492(酸化鉄)	1.20	
Unipure Red LC 381	(1)	CI 77491(酸化鉄)	0.20	
Unipure Brown LC 889	(1)	CI 77491(酸化鉄) CI 77499(酸化鉄)	0.30	10
ステアリン酸マグネシウム	(2)	ステアリン酸マグネシウム	2.00	
タルク	(2)	タルク	71.90	
B相				
RonaCare(登録商標) 酢酸all-rac- α -トコフェリル	(2)	酢酸トコフェロール	0.30	
香油200 529	(3)	香水	0.30	
Eutanol G	(4)	オクチルドデカノール	3.70	20
4-ヒドロキシ安息香酸プロピル	(2)	プロピルパラベン	0.10	

【0106】

調製：

A相の構成成分をミキサー（例えばMoulinexからのLa Moulinette）に加え、2×10秒間混合する。混合物をピーカーに移し、B相を添加し、スパチュラを使用して事前に攪拌する。再びA相およびB相の混合物をミキサーに加え、3×10秒間処理すると、均質相が得られる。

36mmの直径を有するパウダートレイの圧縮圧力は、約25バールである。

【0107】

供給源：

- (1) Les Colorants Wackherr
- (2) Merck KGaA/Rona(登録商標)
- (3) Fragrance Resources
- (4) Cognis GmbH

【0108】

例A4：マット化ファンデーション

【表4】

原材料		INCI	[%]	
A相				
水、脱塩		AQUA(水)	57.89	
例13からの顔料混合物			6.00	
グリセリン(87%超高純度)	(1)	グリセリン、AQUA(水)	5.00	
RonaCare(登録商標)エクトイン	(1)	エクトイン	0.30	
Keltrol CG-SFT	(2)	キサンタンガム	0.15	10
トリエタノールアミン90%ケア	(3)	トリエタノールアミン、AQUA(水)	0.13	
B相				
Kronos 1001	(4)	CI 77891(二酸化チタン)	4.92	
Unipure Yellow LC 182	(5)	CI 77492(酸化鉄)	1.60	
Unipure Red LC 381	(5)	CI 77491(酸化鉄)	0.20	
Unipure Brown LC 889	(5)	CI 77491(酸化鉄) CI 77499(酸化鉄)	0.20	
Unipure Blue LC 686	(5)	CI 77007(ウルトラマリンブルー)	0.08	20
C相				
Miglyol 812N	(6)	トリ(カプリル/カプリン酸)グリセリル	7.00	
Eutanol G	(7)	オクチルドデカノール	4.00	
Montanov 202	(8)	アラキジルアルコール、ベヘニルアルコール、アラキジルグルコシド	4.00	
アボカド油	(9)	PERSEA GRATISSIMA(アボカド油)	2.00	
Eusolex(登録商標)9020	(1)	ブチルメトキシジベンゾイルメタン	1.50	30
Hydrolite-5	(10)	ペンチレングリコール	1.20	
ベントンゲルGTCC V	(11)	ステアラルコニウムヘクトライト、炭酸プロピレン、トリ(カプリル/カプリン酸)グリセリル	1.00	
RonaCare(登録商標)酢酸all-rac- α -トコフェリル	(2)	酢酸トコフェリル	0.50	
Phenonip	(12)	フェノキシエタノール、ブチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、メチルパラベン	0.40	40
Oxynex(登録商標)K液	(1)	PEG-8、トコフェロール、パルミチン酸アスコルビル、アスコルビン酸、クエン酸	0.03	

D相		
Simulgel EG	(8)	(アクリル酸ナトリウム/アクリロ イルジメチルタウリンナトリウム)コポリマー、イソヘキサデカン、 ポリソルベート80
		0.60
E相		
水、脱塩	AQUA(水)	1.00

10

【0109】

調製：

A相の水に K e l t r o l を徐々に添加し、分散させる。攪拌しながらA相の残りの構成成分を散乱させる。B相の構成成分をA相に添加し、U l t r a - T u r r a x T 2 5 (赤～青設定、13500～20500rpm)を使用して3分間均質化し、凝集体をチェックする。A/B相およびC相を別個に75℃に加熱する。攪拌しながらC相をA/B相に添加し、U l t r a - T u r r a x T 2 5 (黄～緑設定、8000～9500rpm)を使用して2分間均質化する。55～60℃の間でD相を添加し、40℃でE相を添加し、さらに攪拌しながら室温に冷却し、30%クエン酸を使用してpHを7.0に調節する。次いで、好適な容器内に移す。

20

【0110】

明るく、若干不透明なファンデーションが得られるが、これは全ての肌質に好適である。アボカド油、ビタミンEアセテートおよび細胞保護 R o n a C a r e (登録商標)エクトインは、スキンケア作用を支援する。

【0111】

供給源：

- (1) M e r c k K G a A / R o n a (登録商標)
- (2) C . P . K e l c o
- (3) B A S F A G
- (4) K r o n o s I n t e r n a t i o n a l I n c .
- (5) L e s C o l o r a n t s W a c k h e r r
- (6) S a s o l G e r m a n y G m b H
- (7) C o g n i s G m b H
- (8) S e p p i c
- (9) G u s t a v H e e s s G m b H
- (10) S y m r i s e
- (11) E l e m e n t i s S p e c i a l i t i e s
- (12) C l a r i a n t G m b H

30

【0112】

例A5：ボディローション

40

【表5】

原材料		INCI		[%]	
A相					
アロエベラゲル 10倍、脱色	(1)	アロエベラ		2.00	
D-パンテノール	(2)	パンテノール		0.40	
例3からの顔料混合物				6.00	
RonaCare(登録商標)アラントイン	(3)	アラントイン		0.20	
グリセリン、無水	(3)	グリセリン		4.00	10
水、脱塩		AQUA(水)		67.57	
B相					
Protelan AGL 95/C	(4)	ココイルグルタミン酸ナトリウム		6.00	
Cosmacol EMI	(5)	リンゴ酸ジアルキル(C12,13)		3.00	
Eutanol G	(6)	オクチルドデカノール		3.00	
ホホバ油	(7)	SIMMONDSIA CHINENSIS(ホホバ油)		1.50	
Tegosoft TN	(8)	安息香酸アルキル(C12-15)		1.50	
Carbopol ETD 2020	(9)	(アクリレーツ/アクリル酸アルキル(C10-30))クロスポリマー		0.60	20
Phenonip	(10)	フェノキシエタノール、ブチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、メチルパラベン		0.60	
RonaCare(登録商標)ピサポロール	(3)	ピサポロール		0.50	
RonaCare(登録商標)酢酸all-rac- α -トコフェリル	(3)	酢酸トコフェロール		0.50	
Oxynex(登録商標)ST液	(3)	マロン酸ジエチルヘキシルシリリングリデン、トリ(カプリル/カプリン酸)グリセリル		0.50	30
Cremophor RH 410	(11)	PEG-40水添ヒマシ油		0.30	
Oxynex(登録商標)K液		PEG-8、トコフェロール、パルミチン酸アスコルビル、アスコルビン酸、クエン酸		0.03	
C相					
Lifetime DH10255/1香油	(12)	香水		0.50	
D相					
水、脱塩		AQUA(水)		1.00	
Germal 115	(13)	イミダゾリジニルウレア		0.30	

【0113】

調製：

攪拌しながらアロエベラおよびRonaCare(登録商標)アラントインをA相の水に事前に溶解し、次いでA相の他の構成成分を添加して、60 に加熱する。ホホバ油、Oxynex K液、Cosmacol EMI、Eutanol GおよびTegosoft TNを攪拌槽に導入し、次いで分散ディスク(約700rpm、20分)を使用してCarbopolを均質に組み込む。次いで、B相の残りの構成成分を添加し、全てを攪拌して均質混合物を得、空気の過剰の組み込みを防止するために、ちょうどB相の終わりに単にProtelan AGL 95/Cを添加する。分散ディスクを利用して、60 でA相をB相(RT)中に徐々に乳化する。CおよびD相を添加し、次いで、U1

tra-Turrax T50、速度4を使用して、4分間均質化する。室温に冷却する。

【0114】

pH(23) = 5.5 ~ 6.0

粘度: Brookfield DV II+Helipath、スピンドルC、5rpm、24 = 11200 mPa·s

【0115】

供給源:

(1) Terry Laboratoires

(2) Alfa Aesar GmbH & Co. KG 10

(3) Merck KGaA/Rona (登録商標)

(4) Zschimmer & Schwarz GmbH & Co.

(5) Nordmann, Rassmann GmbH & Co.

(6) Cognis GmbH

(7) Gustav Heess GmbH

(8) Evonik Goldschmidt GmbH

(9) Noveon

(10) Clariant GmbH

(11) BASF AG

(12) Parfex 20

(13) ISP Global Technologies

【0116】

例A6: マニキュア液

【表6】

原材料	INCI	[%]	
例8からの顔料混合物	(1)	2.00	
チクソトロピックマニキュア液ベース12897	(2)	98.00	30
			40

【0117】

調製:

例1からの顔料混合物をマニキュア液ベースと共に秤量し、十分混合し、その後1000rpmで10分間攪拌する。

供給源:

(1) Merck KGaA

(2) International Lacquers S.A.

【0118】

例A7: 口紅

【表 7】

原材料	INCI	[%]	
A相			
例4からの顔料混合物	(1)	15.00	
B相			
Oxynex(登録商標)K液	(1)	PEG-8、トコフェロール、パルミチン酸アスコルビル、アスコルビン酸、クエン酸	0.05
Sensiva(登録商標)PA 20	(2)	フェネチルアルコール、エチルヘキシルグリセリン	1.00
粘性パラフィン	(1)	流動パラフィン	2.10
羊毛脂	(3)	ラノリン	3.50
Paracera C 44	(4)	カルナウバ、セレシン	5.25
ミリスチン酸イソプロピル	(5)	ミリスチン酸イソプロピル	5.60
白ろう	(1)	蜜ろう	8.75
ヒマシ油	(3)	ヒマシ油	58.75

【0119】

20

調製：

全てが溶融するまでB相の構成成分を約75 に加熱する。A相を添加して十分攪拌する。口紅組成物を65 に冷却し、相が気泡を含まなくなるまで攪拌する。均質溶融物を55 に予熱された鋳型に流し込む。その後、型を冷却して、冷えた鋳造物を取り出す。口紅を室温に温め、次いで口紅を短時間火炎処理する。

【0120】

供給源：

- (1) Merck KGaA
- (2) Schulke & Mayr GmbH
- (3) Henry Lamotte Oils GmbH Sasol Germany GmbH 30
- (4) Azelis Germany GmbH
- (5) BASF AG

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
A 6 1 K	8/19 (2006.01)	A 6 1 K	8/19	
A 6 1 K	8/29 (2006.01)	A 6 1 K	8/29	
A 6 1 K	8/81 (2006.01)	A 6 1 K	8/81	
A 6 1 K	8/87 (2006.01)	A 6 1 K	8/87	
A 6 1 K	8/88 (2006.01)	A 6 1 K	8/88	
A 6 1 K	8/891 (2006.01)	A 6 1 K	8/891	
A 6 1 Q	1/00 (2006.01)	A 6 1 Q	1/00	

(74)代理人 100088694

弁理士 弟子丸 健

(74)代理人 100103610

弁理士 吉 田 和彦

(74)代理人 100084663

弁理士 箱田 篤

(74)代理人 100093300

弁理士 浅井 賢治

(74)代理人 100119013

弁理士 山崎 一夫

(74)代理人 100123777

弁理士 市川 さつき

(74)代理人 100111796

弁理士 服部 博信

(72)発明者 ルーカス ハム

ドイツ連邦共和国 6 4 8 5 3 オッツベルク シュタインゲルテン 5

(72)発明者 ニコル ハイファーコルン

ドイツ連邦共和国 6 4 3 1 9 ブフングシュタット ゲーテシュトラッセ 6

(72)発明者 マリタ ジェケル

ドイツ連邦共和国 6 4 2 8 7 ダルムシュタット タイヒハウスシュトラッセ 5 1

F ターム(参考) 4C083 AA082 AA112 AA122 AB151 AB152 AB171 AB172 AB221 AB222 AB231
 AB232 AB241 AB242 AB431 AB432 AB441 AB442 AC022 AC072 AC112
 AC122 AC152 AC172 AC212 AC242 AC302 AC342 AC372 AC422 AC432
 AC482 AC542 AC642 AC662 AC682 AC692 AC842 AC852 AD021 AD022
 AD042 AD071 AD072 AD091 AD092 AD151 AD152 AD262 AD352 AD512
 AD532 AD642 AD662 BB25 CC04 CC11 CC12 CC13 CC14 CC28
 DD21 DD23 EE06 EE07 FF01
 4J037 AA15 AA18 AA22 AA25 CA09 EE03 EE43 EE47 FF21

【外国語明細書】

2017190452000001.pdf