

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5812374号
(P5812374)

(45) 発行日 平成27年11月11日(2015.11.11)

(24) 登録日 平成27年10月2日(2015.10.2)

(51) Int. Cl.		F I	
CO8F 2/18	(2006.01)	CO8F	2/18
CO8F 20/12	(2006.01)	CO8F	20/12
CO8L 33/04	(2006.01)	CO8L	33/04
CO8L 101/00	(2006.01)	CO8L	101/00
CO8K 7/22	(2006.01)	CO8K	7/22

請求項の数 12 (全 35 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2014-538212 (P2014-538212)
 (86) (22) 出願日 平成25年3月29日 (2013. 3. 29)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2013/059749
 (87) 国際公開番号 W02014/050177
 (87) 国際公開日 平成26年4月3日 (2014. 4. 3)
 審査請求日 平成26年9月2日 (2014. 9. 2)
 (31) 優先権主張番号 特願2012-212419 (P2012-212419)
 (32) 優先日 平成24年9月26日 (2012. 9. 26)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000002440
 積水化成成品工業株式会社
 大阪府大阪市北区西天満二丁目4番4号
 (74) 代理人 110000947
 特許業務法人あーく特許事務所
 (72) 発明者 濱 幸男
 滋賀県甲賀市水口町泉1259番地 積水
 化成成品工業株式会社内
 (72) 発明者 岡本 光一朗
 滋賀県甲賀市水口町泉1259番地 積水
 化成成品工業株式会社内
 (72) 発明者 弘井 純子
 滋賀県甲賀市水口町泉1259番地 積水
 化成成品工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多孔質樹脂粒子、多孔質樹脂粒子の製造方法、およびその用途

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

単量体混合物の重合体からなる多孔質樹脂粒子であって、
 前記単量体混合物は、単量体として、少なくとも、単官能(メタ)アクリル酸エステル
 と架橋性単量体とを含み、

前記単官能(メタ)アクリル酸エステルが、メタクリル酸メチル及びメタクリル酸エチル
 の少なくとも一方であり、

前記架橋性単量体が、(メタ)アクリル系架橋性単量体であり、

前記単量体混合物における前記単官能(メタ)アクリル酸エステルの含有率が、40 ~
 50 重量%であり、

前記単量体混合物における前記架橋性単量体の含有率が、50 ~ 60 重量%であり、
 当該多孔質樹脂粒子の比表面積が $190 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ で、嵩比重が $0.25 \sim 0.45 \text{ g/ml}$ であることを特徴とする多孔質樹脂粒子。

【請求項2】

単量体混合物の重合体からなる多孔質樹脂粒子であって、
 前記単量体混合物は、単量体として、少なくとも、単官能(メタ)アクリル酸エステル
 と架橋性単量体とを含み、

前記単官能(メタ)アクリル酸エステルが、メタクリル酸メチル及びメタクリル酸エチル
 の少なくとも一方であり、

前記架橋性単量体が、(メタ)アクリル系架橋性単量体であり、

前記単量体混合物における前記単官能（メタ）アクリル酸エステルの含有率が、40～50重量%であり、

前記単量体混合物における前記架橋性単量体の含有率が、50～60重量%であり、比表面積が190～300m²/gであり、

当該多孔質樹脂粒子に対して-45°の入射角で入射し、+45°の方向へ正反射した光の反射光強度100とした場合に、当該多孔質樹脂粒子に対して-45°の入射角で入射し、0°の方向へ反射した光の反射光強度が45以上である光学特性を有することを特徴とする多孔質樹脂粒子。

【請求項3】

請求項1又は2に記載の多孔質樹脂粒子であって、
吸油量が200～700ml/100gであることを特徴とする多孔質樹脂粒子。

10

【請求項4】

請求項1～3のいずれか1つに記載の多孔質樹脂粒子であって、
細孔容積が0.4～0.9ml/gであることを特徴とする多孔質樹脂粒子。

【請求項5】

請求項1～4のいずれか1つに記載の多孔質樹脂粒子であって、
10%圧縮変位時の圧縮強度が3.0～7.0MPaであることを特徴とする多孔質樹脂粒子。

【請求項6】

多孔質樹脂粒子の製造方法であって、
単官能（メタ）アクリル酸エステル40～50重量%と架橋性単量体50～60重量%とを含み、前記単官能（メタ）アクリル酸エステルがメタクリル酸メチル及びメタクリル酸エチルの少なくとも一方であり、前記架橋性単量体が（メタ）アクリル系架橋性単量体である単量体混合物を、有機溶剤の存在下、水性媒体中で懸濁重合させて、多孔質樹脂粒子を含有する懸濁液を得る重合工程と、

20

前記重合工程の後、前記懸濁液を蒸留して、前記懸濁液から前記有機溶剤を除去する蒸留工程とを有しており、

前記重合工程において、前記有機溶剤を、前記単量体混合物100重量部に対して180超～450重量部使用することを特徴とする多孔質樹脂粒子の製造方法。

【請求項7】

請求項6に記載の多孔質樹脂粒子の製造方法であって、
前記有機溶剤として、沸点が69～90の有機溶剤を用いることを特徴とする多孔質樹脂粒子の製造方法。

30

【請求項8】

請求項1～5のいずれか1つに記載の多孔質樹脂粒子を含むことを特徴とする外用剤。

【請求項9】

請求項1～5のいずれか1つに記載の多孔質樹脂粒子を含むことを特徴とするコーティング剤。

【請求項10】

請求項9に記載のコーティング剤を塗膜としたことを特徴とする光学フィルム。

40

【請求項11】

請求項1～5のいずれか1つに記載の多孔質樹脂粒子と、基材樹脂とを含むことを特徴とする樹脂組成物。

【請求項12】

請求項11に記載の樹脂組成物の成形体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、多孔質樹脂粒子、この多孔質樹脂粒子の製造方法、および、その用途（外用剤、コーティング剤、光学フィルム、樹脂組成物、および成形体）に関する。

50

【背景技術】

【0002】

従来、ファンデーション、おしろい類、頬紅、アイシャドー等のメイクアップ化粧品、ボディパウダー、ベビーパウダー等のボディ用外用剤、プレシェーブローション、ボディローション等のローション剤には、肌上での伸びや、感触を向上させるとともに、毛穴、シミ、シワ等を目立たなくさせるソフトフォーカス性を付与することを目的として、球状粒子が配合される。

【0003】

例えば、特許文献1には、シリカ粉末と、カルボキシビニルポリマーと、油剤とが配合された化粧品が開示されている。この特許文献1に開示の化粧品に含まれるシリカ粉末は、球状で、光を乱反射（拡散）させ易いものであり、このシリカ粉末の配合により、化粧品にソフトフォーカス性が付与される。加えて、特許文献1に開示の化粧品のシリカ粉末は、吸油性を有するものであることから、化粧品において、皮膚から分泌される皮脂を吸収し、皮脂と化粧品に含まれる油分、活性剤等とが混じることにより生じる化粧崩れを抑制する役割を果たす。

10

【0004】

また、特許文献2には、粒子径が1～40 μm でかつ平均粒子径が2～20 μm である球状多孔性粉体を配合した化粧品が開示されている。この特許文献2に開示の化粧品に配合された球状多孔性粉体も吸油性を有しており、化粧品、特に、メイクアップ化粧品において、化粧崩れを抑制する役割を果たす。

20

【0005】

また、特許文献3には、内部及び表面に空孔を有し、平均粒子径が3～20 μm 、比表面積が80～180 m^2/g 、再多空孔径が180 \AA である球状ポリ（メタ）アクリレート粒子を含有する粉末固形化粧品が開示されている。この特許文献2に開示の球状ポリ（メタ）アクリレート粒子も、吸油性を有しており、特許文献3に開示の球状多孔性粉体と同様に、化粧品において、化粧崩れを抑制する役割を果たす。また、球状ポリ（メタ）アクリレート粒子は、光を乱反射させ易いものであり、球状ポリ（メタ）アクリレート粒子の配合により、化粧品にソフトフォーカス性が付与される。

【先行技術文献】

【特許文献】

30

【0006】

【特許文献1】特開平8-59436号公報

【特許文献2】特開昭57-98205号公報

【特許文献3】国際公開第2010/114125号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、特許文献1に開示の化粧品に含まれるシリカ粉末は、化粧崩れを長時間抑制することができる十分な吸油性を有していなかった。すなわち、シリカ粉末は、皮脂を吸収できるものではあるが、その吸油量は20～50 $\text{ml}/100\text{g}$ と少なく、長時間継続して皮脂を吸収することができるものではなかった。このため、シリカ粉末を化粧品に配合しても、長時間化粧崩れを抑制することはできず、化粧もちを向上させることはできなかった。

40

【0008】

特許文献2に開示の化粧品に含まれる球状多孔性粉体は、前記シリカ粉末と比べて高い吸油性を有するが、この球状多孔性粉体の吸油量（74.6～78.3 $\text{ml}/100\text{g}$ ）も、長時間の化粧崩れの抑制には十分ではなかった。また、特許文献2に開示の球状多孔性粉体は、粒子表面の光散乱（光拡散）が小さいものであり、化粧品に優れたソフトフォーカス性を付与できるものではなかった。

【0009】

50

また、特許文献3に開示の化粧料に含まれる球状ポリ(メタ)アクリレート粒子は、化粧料に優れたソフトフォーカス性を付与できるものであり、且つ、上記シリカ粉末及び上記球状多孔性粉体と比べて、吸油性に優れ、長時間継続して皮脂を吸収することができるものである。このため、特許文献3に開示の化粧料は、特許文献1及び2に開示の化粧料と比べて、化粧もちがよい。しかしながら、近年では、化粧料において、さらに、化粧もちを向上させることが求められており、化粧料にソフトフォーカス性を付与する目的で配合される球状粒子において、さらに吸油性を向上させることが望まれている。

【0010】

さらに、上記した球状粒子には、化粧料等の外用剤のみならず、塗料等のコーティング剤；防眩フィルム、光拡散フィルム等の光学フィルム；照明カバー、光拡散シート、光拡散板等の光拡散部材に光拡散性を付与する添加剤としての用途展開も期待されている。

10

【0011】

本発明は、このような状況に鑑みてなされたものであり、光拡散性と吸油性に優れる多孔質樹脂粒子、この多孔質樹脂粒子の製造方法、及び、その用途を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明の多孔質樹脂粒子は、単量体混合物の重合体からなる多孔質樹脂粒子であって、前記単量体混合物は、単量体として、少なくとも、単官能(メタ)アクリル酸エステルと架橋性単量体とを含み、前記単量体混合物における前記単官能(メタ)アクリル酸エステルの含有率が、1~50重量%であり、前記単量体混合物における前記架橋性単量体の含有率が、50~99重量%であり、当該多孔質樹脂粒子の比表面積が $190 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ で、嵩比重が $0.25 \sim 0.45 \text{ g} / \text{ml}$ であることを特徴とする。

20

【0013】

この本発明の多孔質樹脂粒子は、比表面積が $190 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ と高く、多数の孔を有しているため、光拡散性と吸油性の両方に優れる。つまり、本発明の多孔質樹脂粒子は、光拡散性に優れるため、化粧料等の外用剤に配合されることで、その外用剤に、毛穴、シワ、及びシミ等を目立ち難くするソフトフォーカス性を付与することができる。また、本発明の多孔質樹脂粒子は、吸油性を有するため、外用剤に配合されることで、その外用剤が塗布された肌から分泌される皮脂を吸収して、肌の状態をさらさらに整えることができる上、吸油量が多く、長時間継続して皮脂を吸収することができるため、化粧料に配合されることで、テカリを抑制し、化粧もちを向上させることができる。加えて、この多孔質樹脂粒子は、嵩比重が $0.25 \sim 0.45 \text{ g} / \text{ml}$ と小さいものであることから、化粧料等の外用剤に配合されることで、その外用剤の肌上での伸び(すなわち、伸展性)を向上させることができる。また、本発明の多孔質樹脂粒子は、上記した通り、光拡散性に優れるため、コーティング剤、光学フィルム、又は光拡散部材に配合されることで、そのコーティング剤、光学フィルム、又は光拡散部材に、光拡散性を付与することができる。なお、本明細書に記載の光拡散性との用語には、反射光の拡散性、及び、透過光の拡散性の両方が含まれるものとする。

30

【0014】

あるいは、本発明の多孔質樹脂粒子は、比表面積が $190 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ であり、当該多孔質樹脂粒子に対して -45° の入射角で入射し、 $+45^\circ$ の方向へ正反射した光の反射光強度100とした場合に、当該多孔質樹脂粒子に対して -45° の入射角で入射し、 0° の方向へ反射した光の反射光強度が45以上である光学特性を有することを特徴とする。

40

【0015】

この本発明の多孔質樹脂粒子も、比表面積が $190 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ と高く、多数の孔を有しているため、光拡散性と吸油性の両方に優れる。つまり、本発明の多孔質樹脂粒子は、光拡散性に優れるため、化粧料等の外用剤に配合されることで、その外用剤に、毛穴、シワ、及びシミ等を目立ち難くするソフトフォーカス性を付与することができる。また

50

、本発明の多孔質樹脂粒子は、吸油性を有するため、外用剤に配合されることで、その外用剤が塗布された肌から分泌される皮脂を吸収して、肌の状態をさらさらに整えることができる上、吸油量が多く、長時間継続して皮脂を吸収することができるため、化粧品に配合されることで、テカリを抑制し、化粧もちを向上させることができる。また、本発明の多孔質樹脂粒子は、上記した通り、光拡散性に優れるため、コーティング剤、光学フィルム、又は光拡散部材に配合されることで、そのコーティング剤、光学フィルム、又は光拡散部材に、光拡散性を付与することができる。

【 0 0 1 6 】

本発明の多孔質樹脂粒子の製造方法は、単官能（メタ）アクリル酸エステル 1 ~ 5 0 重量%と架橋性単量体 5 0 ~ 9 9 重量%とを含む単量体混合物を、有機溶剤の存在下、水性媒体中で懸濁重合させて、多孔質樹脂粒子を含有する懸濁液を得る重合工程と、前記重合工程の後、前記懸濁液を蒸留して、前記懸濁液から前記有機溶剤を除去する蒸留工程とを有しており、前記重合工程において、前記有機溶剤を、前記単量体混合物 1 0 0 重量部に対して 1 8 0 超 ~ 4 5 0 重量部使用することを特徴とする。

【 0 0 1 7 】

この本発明の多孔質樹脂粒子の製造方法では、単官能（メタ）アクリル酸エステル 1 ~ 5 0 重量%と架橋性単量体 5 0 ~ 9 9 重量%とを含む単量体混合物の重合を、前記単量体混合物 1 0 0 重量部に対して 1 8 0 超 ~ 4 5 0 重量部の有機溶剤の存在下で行っている。このため、多数の孔を有し、光拡散性と吸油性とに優れた嵩比重の小さい多孔質樹脂粒子を製造することができる。つまり、本発明の製造方法により製造した多孔質樹脂粒子は、光拡散性に優れるため、化粧品等の外用剤に配合されることで、その外用剤に、毛穴、シワ、及びシミ等を目立ち難くするソフトフォーカス性を付与することができる。また、本発明の製造方法により製造した多孔質樹脂粒子は、吸油性を有するため、外用剤に配合されることで、その外用剤が塗布された肌から分泌される皮脂を吸収して、肌の状態をさらさらに整えることができる上、吸油量が多く、長時間継続して皮脂を吸収することができるため、化粧品に配合されることで、テカリを抑制し、化粧もちを向上させることができる。加えて、本発明の製造方法により製造した多孔質樹脂粒子は、孔が多く嵩比重の小さいものであることから、化粧品等の外用剤に配合されることで、その外用剤の肌上での伸び（すなわち、伸展性）を向上させることができる。また、本発明の製造方法により製造した多孔質樹脂粒子は、上記した通り、光拡散性に優れるため、コーティング剤、光学フィルム、又は光拡散部材に配合されることで、そのコーティング剤、光学フィルム、又は光拡散部材に、光拡散性を付与することができる。

【 0 0 1 8 】

また、本発明の外用剤は、上記した本発明の多孔質樹脂粒子を含むことを特徴とする。

【 0 0 1 9 】

この本発明の外用剤は、本発明の多孔質樹脂粒子を含んでいることから、光の多重散乱（光拡散）により毛穴、シワ、及びシミ等を目立ち難くするソフトフォーカス性、皮脂を吸収して肌をさらさらに整える効果、及び伸展性に優れる。加えて、本発明の外用剤は、長時間継続して皮脂を吸収できるため、本発明の外用剤が化粧品である場合の化粧もちに優れる。

【 0 0 2 0 】

また、本発明のコーティング剤は、本発明の多孔質樹脂粒子を含むことを特徴とする。

【 0 0 2 1 】

本発明のコーティング剤は、光拡散性に優れた本発明の多孔質樹脂粒子を含んでいることから、光拡散性に優れており、上塗り塗料として使用されたときには優れた艶消し性を付与できる。

【 0 0 2 2 】

また、本発明の光学フィルムは、本発明のコーティング剤を基材に塗工してなることを特徴とする。

【 0 0 2 3 】

本発明の光学フィルムは、光拡散性に優れた本発明のコーティング剤が塗工されたものであることから、光拡散性に優れる。

【0024】

本発明の樹脂組成物は、本発明の多孔質樹脂粒子と、基材樹脂とを含むことを特徴とする。

【0025】

本発明の樹脂組成物は、光拡散性に優れた本発明の多孔質樹脂粒子を含んでいることから、光拡散性に優れる。

【0026】

本発明の成形体は、本発明の樹脂組成物を成形してなることを特徴とする。

10

【0027】

本発明の成形体は、光拡散性に優れた本発明の樹脂組成物を成形してなるものであることから、光拡散性に優れる。

【発明の効果】

【0028】

本発明によれば、光拡散性及び吸油性に優れた多孔質樹脂粒子、この多孔質樹脂粒子の製造方法、および、その用途（外用剤、コーティング剤、光学フィルム、樹脂組成物、および成形体）を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0029】

20

【図1】図1は、光拡散性の評価における試験片に対する入射光と反射光の概念図である。

【発明を実施するための形態】

【0030】

〔多孔質樹脂粒子〕

本発明の多孔質樹脂粒子は、比表面積が $190 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ であり、多数の孔を有している。このような本発明の多孔質樹脂粒子は、光拡散性及び吸油性の両方に優れている。

【0031】

例えば、本発明の多孔質樹脂粒子は、単量体混合物の重合体からなる多孔質樹脂粒子であって、前記単量体混合物は、単量体として、少なくとも、単官能（メタ）アクリル酸エステルと架橋性単量体とを含んでいる。ここで、前記単量体混合物における前記単官能（メタ）アクリル酸エステルの含有率は、 $1 \sim 50$ 重量%であり、前記単量体混合物における前記架橋性単量体の含有率は、 $50 \sim 99$ 重量%である。また、この本発明の多孔質樹脂粒子の比表面積は $190 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ であり、本発明の多孔質樹脂粒子の嵩比重は $0.25 \sim 0.45 \text{ g/ml}$ である。本明細書中において、（メタ）アクリルとは、メタクリル又はアクリルを意味する。

30

【0032】

或いは、本発明の多孔質樹脂粒子は、比表面積が $190 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ の多孔質樹脂粒子であり、当該多孔質樹脂粒子に対して -45° の入射角で入射し、 $+45^\circ$ の方向へ正反射した光の反射光強度 100 とした場合に、当該多孔質樹脂粒子に対して -45° の入射角で入射し、 0° の方向へ反射した光の反射光強度が 45 以上である光学特性を有している。

40

【0033】

なお、本発明の多孔質樹脂粒子中における各単量体に由来する構造単位の定量及び定性等は、ガスクロマトグラフィ、液体クロマトグラフィ、赤外分光法（IR）、核磁気共鳴分光法（NMR）等のような公知の分析方法を用いることにより、確認することができる。なお、単量体混合物中における各単量体の重量比と、本発明の多孔質樹脂粒子中における各単量体に由来する構造単位の重量比とは略同一である。

【0034】

50

前記単官能(メタ)アクリル酸エステルとしては、本発明の多孔質樹脂粒子の比表面積に影響を与えない限り、エチレン性不飽和基を1つ有する、即ち、(メタ)アクリル基にのみエチレン性不飽和基を有する公知の(メタ)アクリル酸エステルを使用することができる。

【0035】

前記単官能(メタ)アクリル酸エステルとしては、例えば、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸ペンチル、(メタ)アクリル酸ヘキシル、(メタ)アクリル酸ヘプチル、(メタ)アクリル酸オクチル、(メタ)アクリル酸ノニル、(メタ)アクリル酸デシル、(メタ)アクリル酸ウンデシル、(メタ)アクリル酸ドデシル、(メタ)アクリル酸グリシジル、(メタ)アクリル酸メトキシエチル、(メタ)アクリル酸プロポキシエチル、(メタ)アクリル酸ブトキシエチル、(メタ)アクリル酸メトキシジエチレングリコール、(メタ)アクリル酸エトキシジエチレングリコール、(メタ)アクリル酸メトキシエチレングリコール、(メタ)アクリル酸ブトキシトリエチレングリコール、(メタ)アクリル酸メトキシジプロピレングリコール、(メタ)アクリル酸フェノキシエチル、(メタ)アクリル酸フェノキシジエチレングリコール、(メタ)アクリル酸フェノキシテトラエチレングリコール、(メタ)アクリル酸ベンジル、(メタ)アクリル酸シクロヘキシル、(メタ)アクリル酸テトラヒドロフルフリル、(メタ)アクリル酸ジシクロペンテニル、(メタ)アクリル酸ジシクロペンテニルオキシエチル、(メタ)アクリル酸N-ビニル-2-ピロリドン、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリル酸ヒドロキシブチル、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシ-3-フェニルオキシプロピルなどが挙げることができる。これらの単官能(メタ)アクリル酸エステルは、それぞれ単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。本発明で使用する単官能(メタ)アクリル酸エステルとしては、(メタ)アクリル酸のC1~C4(炭素数1~4)のアルキルエステルが好ましく、特にメタクリル酸メチルが好ましい。

【0036】

また、前記架橋性単量体としては、エチレン性不飽和基を2個以上有する公知の架橋性単量体を使用することができる。

【0037】

前記架橋性単量体としては、例えば、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、1,6-ヘキサンジオールジ(メタ)アクリレート、アリル(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリル系架橋性単量体；ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン、ジアリルフタレートおよびこれらの誘導体であるビニル系架橋性単量体等が挙げられる。これらの中でも、(メタ)アクリル系架橋性単量体が好ましく、エチレングリコールジ(メタ)アクリレートがより好ましい。これら架橋性単量体は、それぞれ単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。なお、本明細書中において、(メタ)アクリレートとは、メタクリレート又はアクリレートを意味する。

【0038】

前記単量体混合物における前記単官能(メタ)アクリル酸エステルの含有率は、1~50重量%の範囲内であり、10~50重量%の範囲内であることが好ましい。前記単量体混合物における前記単官能(メタ)アクリル酸エステルの含有率が、1~50重量%の範囲内にあると、前記単量体混合物中に前記架橋性単量体を十分に含有させることができるため、多孔質樹脂粒子に十分な多孔性を与えて、比表面積を大きくすることができ、且つ、多孔質樹脂粒子の嵩比重を小さくすることができる。

【0039】

また、前記架橋性単量体の前記単量体混合物における含有率は、50~99重量%の範囲内であり、50~90重量%の範囲内であることがより好ましい。前記架橋性単量体の前記単量体混合物における含有率が、50~99重量%の範囲内にあると、多孔質樹脂粒

10

20

30

40

50

子に十分な多孔性を与えて、比表面積を大きくすることができ、且つ、多孔質樹脂粒子の嵩比重を小さくすることができる。

【0040】

また、前記単量体混合物は、本発明の多孔質樹脂粒子の比表面積に影響を与えない限り、上記した前記単官能(メタ)アクリル酸エステル及び前記架橋性単量体以外の他の単量体を含んでいてもよい。

【0041】

また、本発明の多孔質樹脂粒子の比表面積は、 $190 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ である。比表面積を $190 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ の範囲内とすることで、多量の油分を吸油することができる。上に、優れた光拡散性を多孔質樹脂粒子に備えさせることができる。なお、本明細書中において、比表面積とは、単位重量あたりの表面積のことをいい、本発明では、BET法(N_2)により得られる比表面積を意味する。BET法(N_2)による比表面積の測定方法については、実施例の項で説明する。

10

【0042】

また、本発明の多孔質樹脂粒子の嵩比重は、 $0.25 \sim 0.45 \text{ g/ml}$ であることが好ましい。嵩比重が $0.25 \sim 0.45 \text{ g/ml}$ であると、十分な粒子強度を確保することができるとともに、多孔質樹脂粒子を外用剤に配合した場合において、その外用剤に十分な伸展性を付与することができる。なお、本明細書中において、嵩比重とは、ホソカワミクロン株式会社製のパウダーテスターPT-E型を用いて測定される固め見掛け比重を意味する。嵩比重の測定方法については、実施例の項で説明する。

20

【0043】

また、本発明の多孔質樹脂粒子の吸油量は、 $200 \sim 700 \text{ ml}/100 \text{ g}$ であることが好ましい。吸油量が $200 \sim 700 \text{ ml}/100 \text{ g}$ であると、多孔質樹脂粒子を外用剤に配合した場合において、その外用剤に、長時間持続して皮脂を吸収できる効果を確実に付与することができる。なお、吸油量の測定方法については、実施例の項で説明する。

【0044】

また、本発明の多孔質樹脂粒子の細孔容積は、 $0.4 \sim 0.9 \text{ ml}/\text{g}$ であることが好ましい。細孔容積が $0.4 \sim 0.9 \text{ ml}/\text{g}$ であると、十分な吸油性と光拡散性を確実に得ることができる。なお、本明細書中において、細孔容積とは、単位重量あたりの細孔容積のことをいい、本発明においては、窒素脱着等温線からBJH法を用いて得られる細孔容積を意味する。細孔容積の測定方法については、実施例の項で説明する。

30

【0045】

また、本発明の多孔質樹脂粒子の平均細孔径は、 $10 \sim 18 \text{ nm}$ であることが好ましく、 $12 \sim 16 \text{ nm}$ であることがより好ましく、 $13 \sim 16 \text{ nm}$ であることがさらに好ましく、 $14 \sim 15 \text{ nm}$ であることがさらに特に好ましい。平均細孔径が 10 nm 未満であると、中実粒子に近づくため多孔質樹脂粒子としての特性(例えば、水や油の吸着特性、低嵩比重、光の多重散乱特性(光拡散特性)等)が得られないおそれがある。また、平均細孔径が 18 nm を超えると、粒子内部の空隙が多く、十分な粒子強度を確保することができないおそれがある。なお、平均細孔径とは、窒素脱着等温線からBJH法に基づいて得られる平均細孔径を意味する。平均細孔径の測定方法については、実施例の項で説明する。

40

【0046】

また、本発明の多孔質樹脂粒子の10%圧縮変位時の圧縮強度は、 $3.0 \sim 7.0 \text{ MPa}$ であることが好ましく、 $3.5 \sim 6.0 \text{ MPa}$ であることがより好ましい。10%圧縮変位時の圧縮強度が 3.0 MPa 未満であると、中実粒子に近づくため、化粧品として配合した際に質感が硬くなるおそれがある。また、圧縮強度が 7.0 MPa を超えると、多孔質樹脂粒子を外用剤に配合した場合において、その外用剤に十分な伸展性を付与することができないおそれがあり、また、その外用剤の感触が硬くなるおそれがある。なお、本明細書中において、単に「圧縮強度」という場合には、10%圧縮変位時の圧縮強度を意味し、樹脂粒子に荷重を加え、粒子径の10%の変位を生じた時点での強度(S10強度

50

)を意味する。圧縮強度(S10強度)の測定方法については、実施例の項で説明する。

【0047】

また、本発明の多孔質樹脂粒子は、当該多孔質樹脂粒子に対して-45°の入射角で入射し、+45°の方向へ正反射した光の反射光強度100とした場合に、当該多孔質樹脂粒子に対して-45°の入射角で入射し、0°の方向へ反射した光の反射光強度が45以上、より好ましくは55以上である光学特性を有することが好ましい。多孔質樹脂粒子に対して-45°の入射角で入射し、0°の方向へ反射した光の反射光強度が45未満であると、当該多孔質樹脂粒子に入射した光の多重散乱(光拡散)が十分でなく、その多孔質樹脂粒子を外用剤に配合した場合において、その外用剤に十分なソフトフォーカス性を付与することができないおそれがある。なお、反射光強度に基づく光拡散性の評価方法については、実施例の項で説明する。

10

【0048】

また、本発明の多孔質樹脂粒子の体積平均粒子径は、1~100μmの範囲内であることが好ましく、4~20μmの範囲内であることがより好ましい。前記の範囲内である場合、本発明の多孔質樹脂粒子は、多孔質樹脂粒子としての特性(例えば、光の多重散乱性(光拡散性)等)を効果的に発現させることができる。

【0049】

また、本発明の多孔質樹脂粒子は、当該多孔質樹脂粒子中に残存する未反応の単官能(メタ)アクリル酸エステル量が少ない(例えば、30ppm未満)ものであることが好ましい。多孔質樹脂粒子中に残存する未反応の単官能(メタ)アクリル酸エステル量が少ないと、前記樹脂粒子を基材樹脂に練り込んで得た樹脂組成物を、押出成形や射出成形などにより成形して成形体を製造する場合において、黄変の発生や、メヤニの発生等の成形不良を抑制することができる。なお、本明細書中において、メヤニとは、プラスチック(樹脂組成物)の押し出しにおいて、時間の経過とともに、ダイの周囲にたまる焼けた樹脂を意味する。

20

【0050】

本発明の多孔質樹脂粒子は、複数の孔を有することから、例えば、塗料、紙用コーティング剤、情報記録紙用コーティング剤、又は光学フィルム等の光学部材用コーティング剤等として用いられるコーティング剤(塗布用組成物)の添加剤(艶消し剤、塗膜軟質化剤、意匠性付与剤等);光拡散体(照明カバー、光拡散板、光拡散フィルム等)等の成形体を製造するための樹脂組成物を構成する光拡散剤;食品包装用フィルム等のフィルムのブロッキング防止剤;化粧品等の外用剤用の添加剤(伸展性向上、皮脂の吸収、又は、シミやシワ等の肌の欠点補正のための添加剤)等として、好適に使用できる。

30

【0051】

〔多孔質樹脂粒子の製造方法〕

本発明の多孔質樹脂粒子は、単官能(メタ)アクリル酸エステル1~50重量%と架橋性単量体50~99重量%とを含む単量体混合物を、有機溶剤の存在下、水性媒体中で懸濁重合させて、多孔質樹脂粒子を含有する懸濁液を得る重合工程と、前記重合工程の後、前記懸濁液を蒸留して、前記懸濁液から前記有機溶剤を除去する蒸留工程とを有しており、前記重合工程において、前記有機溶剤を、前記単量体混合物100重量部に対して180超~450重量部使用する製造方法により、製造することができる。

40

【0052】

以下、前記重合工程、及び前記蒸留工程について、詳述する。

【0053】

- 重合工程 -

重合工程では、単官能(メタ)アクリル酸エステル1~50重量%と架橋性単量体50~99重量%とを含む単量体混合物を、水性媒体中、有機溶剤の存在下で懸濁重合させて、多孔質樹脂粒子を含有する懸濁液を得る。この重合工程において、前記懸濁重合は、例えば、前記水性媒体を含む水相中に、前記単量体混合物と前記有機溶剤とを含む混合物(油相)の液滴を分散させて、前記単量体混合物を重合することにより行うことができる。

50

【 0 0 5 4 】

前記水性媒体としては、特に限定されず、例えば、水、水と水溶性有機媒体（メタノール、エタノールなどの低級アルコール（炭素数5以下のアルコール））との混合媒体が挙げられる。水性媒体の使用量は、多孔質樹脂粒子の安定化を図るために、通常、前記単量体混合物100重量部に対して、100～1000重量部の範囲内である。

【 0 0 5 5 】

前記単量体混合物は、上記した通り、単量体として、少なくとも、上記した単官能（メタ）アクリル酸エステルと架橋性単量体とを混合したものである。上記した通り、前記単量体混合物における前記単官能（メタ）アクリル酸エステルの含有率は1～50重量%であり、前記架橋性単量体の含有率は、50～99重量%である。また、前記単量体混合物は、上記した通り、前記単官能（メタ）アクリル酸エステル及び前記架橋性単量体以外の単量体を含んでいてもよい。

10

【 0 0 5 6 】

また、前記有機溶剤は、多孔化剤として機能するものであれば特に限定されないが、前記単量体混合物との混和性が高く、水溶性の低いものが好ましい。このような有機溶剤としては、例えば、トルエン、ベンゼン等の芳香族化合物；酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系化合物；n-ヘプタン、n-ヘキサン、n-オクタン等の飽和脂肪族炭化水素等を挙げることができる。これらの中でも、沸点が69～90であるもの、例えば、ベンゼン（沸点80）、n-ヘキサン（69）、酢酸エチル（77）等の沸点が69～90の有機溶剤を使用すると、当該重合工程での懸濁を安定して行うことができ、また、前記蒸留工程での有機溶剤の蒸留除去を簡単に行うことが可能となる。また、上記の通り例示した有機溶剤は、単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

20

【 0 0 5 7 】

また、前記有機溶剤の使用量は、前記単量体混合物100重量部に対して180超～450重量部の範囲内であり、200～400重量部の範囲内であることがより好ましい。前記有機溶剤の使用量が、前記単量体混合物100重量部に対して180超～450重量部の範囲内にはない場合には、得られる多孔質樹脂粒子において、上記した本発明の多孔質樹脂粒子に特有の比表面積が備えられないおそれがある。

【 0 0 5 8 】

前記懸濁重合は、通常、重合開始剤の存在下で行う。例えば、前記単量体混合物と前記有機溶剤とを含む前記混合物（油相）中に、重合開始剤を添加することが好ましい。前記重合開始剤としては、前記単量体混合物の重合を開始できるものであれば、特に限定されないが、前記有機溶剤との関係から10時間半減期温度が40～80のもの、例えば、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、t-ブチルパーオキシ2-エチルヘキサノエート等の有機過酸化化合物、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス(2-メチルブチロニトリル)、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)等のアゾ系ニトリル化合物等を使用することが好ましい。これらの重合開始剤は、単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

30

【 0 0 5 9 】

前記重合開始剤の使用量は、前記単量体混合物100重量部に対して、0.01～10重量部の範囲内であることが好ましく、0.01～5重量部の範囲内であることがより好ましい。重合開始剤の使用量が、前記単量体混合物100重量部に対して0.01重量部未満である場合、重合開始剤が重合開始の機能を果たし難い。また、重合開始剤の使用量が、前記単量体混合物100重量部に対して10重量部を超える場合には、コスト的に不経済である。

40

【 0 0 6 0 】

また、前記懸濁重合は、より安定に所望の多孔質樹脂粒子を製造することができるため、分散安定剤の存在下で行うことが好ましい。例えば、前記水性媒体を含む水相中に、分散安定剤が添加される。前記分散安定剤としては、シリカ、酸化ジルコニウム等の無機酸

50

化物；炭酸バリウム、炭酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、硫酸カルシウム、水酸化マグネシウム、ピロリン酸マグネシウム、コロイダルシリカ等のような難水溶性無機塩；タルク、ベントナイト、珪酸、珪藻土、粘土等の無機高分子物質等を用いることができる。これらの中でも、酸により分解して水に溶解するもの（例えば、炭酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、水酸化マグネシウム、ピロリン酸マグネシウム、ピロリン酸カルシウム）を使用すると、前記重合工程後に、容易に分散安定剤を除去することが可能となる。それらの中でも、粒子径が揃った多孔質樹脂粒子（特に粒子径の変動係数が40%以下である多孔質樹脂粒子）を得るためには、分散安定剤として、複分解生成法により生成させたピロリン酸マグネシウムを使用することが好ましい。

【0061】

前記分散安定剤の使用量は、単量体混合物100重量部に対して、0.1～20重量部の範囲内であることが好ましく、0.5～10重量部の範囲内であることがより好ましい。前記分散安定剤の使用量が20重量部を超えると、懸濁液の粘度が上がり過ぎて懸濁液が流動しなくなることがある。他方、前記分散安定剤の使用量が0.1重量部未満になると、多孔質樹脂粒子を良好に分散させることができなくなり、多孔質樹脂粒子同士が合着を起こすことがある。

【0062】

また、前記懸濁重合は、懸濁液（反応液）をより安定化させるために、界面活性剤の存在下で行ってもよい。例えば、前記水性媒体を含む水相中、又は、前記単量体混合物と前記有機溶剤とを含む前記混合物（油相）中に、さらに、界面活性剤を添加してもよい。前記界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、及び両性イオン界面活性剤のいずれをも用いることができる。

【0063】

前記アニオン性界面活性剤としては、例えば、オレイン酸ナトリウム；ヒマシ油カリ石鹼等の脂肪酸石鹼；ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸アンモニウム等のアルキル硫酸エステル塩；ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等のアルキルベンゼンスルホン酸塩；アルキルナフタレンスルホン酸塩；アルカンスルホン酸塩；ジオクチルスルホコハク酸ナトリウム等のジアルキルスルホコハク酸塩；アルケニルコハク酸塩（ジカリウム塩）；アルキルリン酸エステル塩；ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物；ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム等のポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩；ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩等が挙げられる。

【0064】

ノニオン性界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グリセリン脂肪酸エステル、オキシエチレン-オキシプロピレンブロックポリマー等が挙げられる。

【0065】

カチオン性界面活性剤としては、例えば、ラウリルアミンアセテート、ステアリルアミンアセテート等のアルキルアミン塩；ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド等の第四級アンモニウム塩等が挙げられる。

【0066】

両性イオン界面活性剤としては、ラウリルジメチルアミノオキサイド、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、リン酸エステル系界面活性剤、亜リン酸エステル系界面活性剤等が挙げられる。

【0067】

上記界面活性剤は、単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。界面活性剤は、懸濁重合時における単量体混合物の分散安定性等を考慮して、種類の選択及び使用量の調整を適宜行えばよい。

10

20

30

40

50

【0068】

前記単量体混合物の重合温度は、40 ~ (前記有機溶剤の沸点T - 5) の範囲内であることが好ましい。この重合温度を保持する時間は、0.1 ~ 20時間の範囲内が好ましい。重合完了後、前記有機溶剤を粒子内に含んだ多孔質樹脂粒子を含む懸濁液(スラリー)が得られる。なお、この懸濁液中に含まれる前記有機溶剤は、後述する蒸留工程で除去される。

【0069】

なお、重合工程において、マイクロフルイダイザー、ナノマイザー等のような、液滴同士の間隔や機壁への衝突力を利用した高圧型分散機等を用いて、水相中に前記単量体混合物を含む油相の液滴を分散させて懸濁重合を行うと、粒子径の揃った多孔質樹脂粒子を製造することができる。

10

【0070】

- 蒸留工程 -

蒸留工程では、前記重合工程で得られた多孔質樹脂粒子を含む懸濁液を蒸留することにより、前記懸濁液から前記有機溶剤を除去する。

【0071】

前記蒸留工程において、蒸留は、例えば、前記重合工程で得られた多孔質樹脂粒子を含む懸濁液を蒸留器に投入し、少なくとも前記有機溶剤が蒸留し得る温度と圧力において、攪拌下に行う。

【0072】

前記蒸留を行うときの条件は、前記重合工程で使用した有機溶剤の種類によって異なるが、通常、前記有機溶剤の沸点以上の温度で、0.030MPa以下の減圧下にて蒸留を行うことが好ましい。

20

【0073】

このような蒸留工程により、前記懸濁液から前記有機溶剤が除去される。同時に、前記懸濁液に含まれる前記重合開始剤及びこの重合開始剤の残渣、並びに、前記懸濁液に残存する未反応の単量体(具体的には、単官能(メタ)アクリル酸エステル及び架橋性単量体)が除去され得る。

【0074】

- 分解除去工程 -

前記重合工程において分散安定剤を用いた場合には、前記蒸留工程の後、前記懸濁液に含まれる前記分散安定剤を分解除去することが好ましい。例えば、前記重合工程において、酸により分解して水に溶解する分散安定剤を用いた場合、前記分散安定剤の分解除去は、前記蒸留工程により前記有機溶剤が除去された懸濁液に酸を加えて前記分散安定剤を分解し、前記懸濁液中に溶解させた後、前記懸濁液を濾過して多孔質樹脂粒子を濾別し、濾別した多孔質樹脂粒子を水洗することにより行うことができる。

30

【0075】

このような分解除去工程により、本発明の多孔質樹脂粒子の製造方法により製造した多孔質樹脂粒子中に含まれる前記分散安定剤に由来する残存金属量を低減させることができる。

40

【0076】

- 乾燥工程 -

また、前記蒸留工程の後(分解除去工程を有する場合には、分解除去工程の後)、前記懸濁液から濾別した多孔質樹脂粒子は、次に示す通り、乾燥させることが好ましい。

【0077】

前記懸濁液から濾別した前記多孔質樹脂粒子の乾燥は、0.015MPa以下の減圧下、より好ましくは0.010MPa以下の減圧下、70以上、90以下の温度下で、12時間以上、より好ましくは15時間以上乾燥させることにより行うことが好ましい。

【0078】

このような乾燥工程により、多孔質樹脂粒子中に含まれる重合開始剤及びこの重合開始

50

剤の残渣、並びに、前記多孔質樹脂粒子中に残存する単量体（具体的には、単官能（メタ）アクリル酸エステル及び架橋性単量体）を低減させることができる。

【0079】

〔外用剤〕

本発明の外用剤は、本発明の多孔質樹脂粒子を含んでいる。本発明の外用剤は、光拡散性と吸油性に優れる本発明の多孔質樹脂粒子を含んでいるため、肌に塗布されることで、皮脂を吸収して肌をさらさらに整え、テカリを抑制することができ、且つ、光の多重散乱（光拡散効果）により、毛穴、シミ、シワ等を目立たなくすることができる。また、本発明の外用剤が、高比重の低い本発明の多孔質樹脂粒子を含む場合には、皮膚に塗布する際の伸展性に優れる。

10

【0080】

本発明の外用剤における多孔質樹脂粒子の含有量は、外用剤の種類に応じて適宜設定できるが、1～80重量%の範囲内であることが好ましく、3～70重量%の範囲内であることがより好ましい。外用剤全量に対する多孔質樹脂粒子の含有量が1重量%を下回ると、多孔質樹脂粒子の含有による明確な効果が認められないことがある。また、多孔質樹脂粒子の含有量が80重量%を上回ると、含有量の増加に見合った顕著な効果が認められないことがあるため、生産コスト上好ましくない。

【0081】

本発明の外用剤は、例えば、外用医薬品や化粧品等として使用できる。外用医薬品としては、皮膚に適用するものであれば特に限定されないが、具体的には、クリーム、軟膏、乳剤等が挙げられる。化粧品としては、例えば、石鹸、ボディシャンプー、洗顔クリーム、スクラブ洗顔料、歯磨き等の洗浄用化粧品；おしろい類、フェイスパウダー（ルースパウダー、プレストパウダー等）、ファンデーション（パウダーファンデーション、リキッドファンデーション、乳化型ファンデーション等）、口紅、リップクリーム、頬紅、眉目化粧品（アイシャドー、アイライナー、マスカラ等）、マニキュア等のメイクアップ化粧品；プレシェーブローション、ボディローション等のローション剤；ボディパウダー、ベビーパウダー等のボディー用外用剤；化粧水、クリーム、乳液（化粧乳液）等のスキンケア剤、制汗剤（液状制汗剤、固形状制汗剤、クリーム状制汗剤等）、パック類、洗髪用化粧品、染毛料、整髪料、芳香性化粧品、浴用剤、日焼け止め製品、サンタン製品、ひげ剃り用クリーム等が挙げられる。

20

30

【0082】

これらの中でも、本発明の多孔質樹脂粒子をおしろい類、フェイスパウダー、パウダーファンデーション、ボディパウダー、ベビーパウダー等の粉状の化粧品（即ち、粉体化粧品）に使用すると、吸油性に優れた外用剤とすることができ、好適である。

【0083】

また、本発明の外用剤中に配合される多孔質樹脂粒子は、油剤、シリコーン化合物およびフッ素化合物等の表面処理剤や有機粉体、無機粉体等で処理したものであってもよい。

【0084】

前記油剤としては、通常外用剤に使用されているものであればいずれでもよく、例えば流動パラフィン、スクワラン、ワセリン、パラフィンワックス等の炭化水素油；ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ウンデシレン酸、オキシステアリン酸、リノール酸、ラノリン脂肪酸、合成脂肪酸等の高級脂肪酸；トリオクタン酸グリセリル、ジカプリン酸プロピレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、ステアリン酸イソセチル等のエステル油；ミツロウ、鯨ロウ、ラノリン、カルナウバロウ、キャンデリラロウ等のロウ類；アマニ油、綿実油、ヒマシ油、卵黄油、ヤシ油等の油脂類；ステアリン酸亜鉛、ラウリン酸亜鉛等の金属石鹸；セチルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等の高級アルコール等が挙げられる。また、多孔質樹脂粒子を前記油剤で処理する方法は特に限定されないが、例えば、多孔質樹脂粒子に油剤を添加し、ミキサー等で攪拌することにより油剤をコーティングする乾式法や、油剤をエタノール、プロパノール、酢酸エチル、ヘキサン等の適当な溶媒に加熱溶解し、それ

40

50

に多孔質樹脂粒子を加えて混合攪拌した後、溶媒を減圧除去または加熱除去することにより、油剤をコーティングする湿式法等を利用することができる。

【0085】

前記シリコン化合物としては、通常外用剤に使用されるものであればいずれでもよく、例えばジメチルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、アクリル-シリコン系グラフト重合体、有機シリコン樹脂部分架橋型オルガノポリシロキサン重合体等が挙げられる。多孔質樹脂粒子をシリコン化合物で処理する方法は特に限定されないが、例えば、上記の乾式法や湿式法を利用できる。また、必要に応じて焼き付け処理を行ったり、反応性を有するシリコン化合物の場合は反応触媒等を適宜添加してもよい。

10

【0086】

前記フッ素化合物は、通常外用剤に配合されるものであればいずれでもよく、例えばパーフルオロアルキル基含有エステル、パーフルオロアルキルシラン、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロ基を有する重合体等が挙げられる。多孔質樹脂粒子をフッ素化合物で処理する方法も特に限定されないが、例えば、前記の乾式法や湿式法を利用できる。また、必要に応じて焼き付け処理を行ったり、反応性を有するフッ素化合物の場合は反応触媒等を適宜添加してもよい。

【0087】

有機粉体としては、例えばアラビアゴム、トラガントガム、グアーガム、ローカストビーンガム、カラヤガム、アイリスモス、クインシード、ゼラチン、セラック、ロジン、カゼイン等の天然高分子化合物；カルボキシメチルセルロースナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、アルギン酸ナトリウム、エステルガム、ニトロセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、結晶セルロース等の半合成高分子化合物；ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルメチルエーテル、ポリアミド樹脂、シリコン油、ナイロン粒子、ポリメタクリル酸メチル粒子、架橋ポリスチレン粒子、シリコン粒子、ウレタン粒子、ポリエチレン粒子、フッ素樹脂粒子等の樹脂粒子が挙げられる。また、前記無機粉体としては、例えば酸化鉄、群青、コンジョウ、酸化クロム、水酸化クロム、カーボンブラック、マンガンバイオレット、酸化チタン、酸化亜鉛、タルク、カオリン、マイカ、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、雲母、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、焼成硫酸カルシウム（焼セッコウ）、リン酸カルシウム、ヒドロキシアパタイト、セラミックパウダー等が挙げられる。また、これら有機粉体や無機粉体は、予め表面処理を行ったものでもよい。表面処理方法としては、前記のような、公知の表面処理技術が利用できる。

20

30

【0088】

また、本発明の外用剤には、本発明の効果を損なわない範囲で、一般に用いられている主剤または添加物を目的に応じて配合できる。そのような主剤または添加物としては、例えば、水、低級アルコール（炭素数5以下のアルコール）、油脂及びロウ類、炭化水素、高級脂肪酸、高級アルコール、ステロール、脂肪酸エステル、金属石鹸、保湿剤、界面活性剤、高分子化合物、色材原料、香料、粘土鉱物類、防腐・殺菌剤、抗炎症剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、有機無機複合粒子、pH調整剤（トリエタノールアミン等）、特殊配合添加物、医薬品活性成分等が挙げられる。

40

【0089】

前記油脂及びロウ類の具体例としては、アボガド油、アーモンド油、オリーブ油、カカオ脂、牛脂、ゴマ脂、小麦胚芽油、サフラワー油、シアバター、タートル油、椿油、パーシク油、ひまし油、ブドウ油、マカダミアナッツ油、ミンク油、卵黄油、モクロウ、ヤシ油、ローズヒップ油、硬化油、シリコン油、オレンジラフィー油、カルナバロウ、キャンデリラロウ、鯨ロウ、ホホバ油、モンタンロウ、ミツロウ、ラノリン等が挙げられる。

50

【 0 0 9 0 】

前記炭化水素の具体例としては、流動パラフィン、ワセリン、パラフィン、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、スクワラン等が挙げられる。

【 0 0 9 1 】

前記高級脂肪酸の具体例としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ウンデシレン酸、オキシステアリン酸、リノール酸、ラノリン脂肪酸、合成脂肪酸等の炭素数 11 以上の脂肪酸が挙げられる。

【 0 0 9 2 】

前記高級アルコールの具体例としては、ラウリルアルコール、セチルアルコール、セトステアリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、ベヘニルアルコール、ラノリンアルコール、水素添加ラノリンアルコール、ヘキシルデカノール、オクチルデカノール、イソステアリルアルコール、ホホバアルコール、デシルテトラデカノール等の炭素数 6 以上のアルコールが挙げられる。

10

【 0 0 9 3 】

前記ステロールの具体例としては、コレステロール、ジヒドロコレステロール、フィトコレステロール等が挙げられる。

【 0 0 9 4 】

前記脂肪酸エステル具体例としては、リノール酸エチル等のリノール酸エステル；ラノリン脂肪酸イソプロピル等のラノリン脂肪酸エステル；ラウリン酸ヘキシル等のラウリン酸エステル；ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸ミリスチル、ミリスチン酸セチル、ミリスチン酸オクチルデシル、ミリスチン酸オクチルドデシル等のミリスチン酸エステル；オレイン酸デシル、オレイン酸オクチルドデシル等のオレイン酸エステル；ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル等のジメチルオクタン酸エステル；イソオクタン酸セチル（2 - エチルヘキサノ酸セチル）等のイソオクタン酸エステル；パルミチン酸デシル等のパルミチン酸エステル；トリミリスチン酸グリセリン、トリ（カプリル・カプリン酸）グリセリン、ジオレイン酸プロピレングリコール、トリイソステアリン酸グリセリン、トリイソオクタン酸グリセリン、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、リンゴ酸ジイソステアリル、イソステアリン酸コレステリル、12 - ヒドロキシステアリン酸コレステリル等の環状アルコール脂肪酸エステル等が挙げられる。

20

【 0 0 9 5 】

前記金属石鹸の具体例としては、ラウリン酸亜鉛、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、パルミチン酸亜鉛、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ウンデシレン酸亜鉛等が挙げられる。

30

【 0 0 9 6 】

前記保湿剤の具体例としては、グリセリン、プロピレングリコール、1,3 - ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、d1 - ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸ナトリウム、ソルビトール、ヒアルロン酸ナトリウム、ポリグリセリン、キシリット、マルチトール等が挙げられる。

【 0 0 9 7 】

前記界面活性剤の具体例としては、高級脂肪酸石鹸、高級アルコール硫酸エステル、N - アシルグルタミン酸塩、リン酸エステル塩等のアニオン性界面活性剤；アミン塩、第 4 級アンモニウム塩等のカチオン性界面活性剤；ベタイン型、アミノ酸型、イミダゾリン型、レシチン等の両性界面活性剤；脂肪酸モノグリセリド、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル（例えば、イソステアリン酸ソルビタン等）、蔗糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、酸化エチレン縮合物等の非イオン性界面活性剤が挙げられる。

40

【 0 0 9 8 】

前記高分子化合物の具体例としては、アラビアゴム、トラガントガム、グアーガム、ローカストビーンガム、カラヤガム、アイリスモス、クインシード、ゼラチン、セラック、ロジン、カゼイン等の天然高分子化合物；カルボキシメチルセルロースナトリウム、ヒ

50

ドロキシエチルセルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、アルギン酸ナトリウム、エステルガム、ニトロセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、結晶セルロース等の半合成高分子化合物；ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルメチルエーテル、ポリアミド樹脂、シリコーン油、ナイロン粒子、ポリ（メタ）アクリル酸エステル粒子（例えば、ポリメタクリル酸メチル粒子等）、ポリスチレン粒子、シリコーン系粒子、ウレタン粒子、ポリエチレン粒子、シリカ粒子等の樹脂粒子等の合成高分子化合物が挙げられる。

【0099】

前記色材原料の具体例としては、酸化鉄（赤色酸化鉄、黄色酸化鉄、黒色酸化鉄等）、群青、コンジョウ、酸化クロム、水酸化クロム、カーボンブラック、マンガンバイオレット、酸化チタン、酸化亜鉛、タルク、カオリン、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、雲母、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、焼成硫酸カルシウム（焼セッコウ）、リン酸カルシウム、ヒドロキシアパタイト、セラミックパウダー等の無機顔料、アゾ系、ニトロ系、ニトロソ系、キサンテン系、キノリン系、アントラキノリン系、インジゴ系、トリフェニルメタン系、フタロシアニン系、ピレン系等のタール色素が挙げられる。

【0100】

なお、上記した高分子化合物の粉体原料や色材原料などの粉体原料は、予め表面処理を行ったものも使用することができる。表面処理の方法としては、公知の表面処理技術が利用でき、例えば、炭化水素油、エステル油、ラノリン等による油剤処理、ジメチルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等によるシリコーン処理、パーフルオロアルキル基含有エステル、パーフルオロアルキルシラン、パーフルオロポリエーテルおよびパーフルオロアルキル基を有する重合体等によるフッ素化合物処理、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン等によるシランカップリング剤処理、イソプロピルトリオステアロイルチタネート、イソプロピルトリス（ジオクチルパイロホスフェート）チタネート等によるチタンカップリング剤処理、金属石鹸処理、アシルグルタミン酸等によるアミノ酸処理、水添卵黄レシチン等によるレシチン処理、コラーゲン処理、ポリエチレン処理、保湿性処理、無機化合物処理、メカノケミカル処理等の処理方法が挙げられる。

【0101】

前記粘土鉱物類の具体例としては、体質顔料および吸着剤などの数種の機能を兼ね備えた成分、例えば、タルク、マイカ、セリサイト、チタンセリサイト（酸化チタンで被覆されたセリサイト）、白雲母、バンダービルト社製のVEEGUM（登録商標）等が挙げられる。

【0102】

前記香料の具体例としては、アニスアルデヒド、ベンジルアセテート、ゲラニオール等が挙げられる。前記防腐・殺菌剤の具体例としては、メチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、ベンザルコニウム、ベンゼトニウム等が挙げられる。前記酸化防止剤の具体例としては、ジブチルヒドロキシトルエン、ブチルヒドロキシアニソール、没食子酸プロピル、トコフェロール等が挙げられる。前記紫外線吸収剤の具体例としては、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム、微粒子酸化鉄、微粒子酸化ジルコニウム等の無機系吸収剤、安息香酸系、パラアミノ安息香酸系、アントラニリック酸系、サルチル酸系、桂皮酸系、ベンゾフェノン系、ジベンゾイルメタン系等の有機系吸収剤が挙げられる。

【0103】

前記特殊配合添加物の具体例としては、エストラジオール、エストロン、エチニルエストラジオール、コルチゾン、ヒドロコルチゾン、プレドニゾン等のホルモン類、ビタミンA、ビタミンB、ビタミンC、ビタミンE等のビタミン類、クエン酸、酒石酸、乳酸、塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム・カリウム、アラントインクロルヒドロキシアルムニウム、パラフェノールスルホン酸亜鉛、硫酸亜鉛等の皮膚収斂材剤、カンタリスチンキ、

10

20

30

40

50

トウガラシチンキ、ショウキョウチンキ、センブリエキス、ニンニクエキス、ヒノキチオール、塩化カルプロニウム、ペンタデカン酸グリセリド、ビタミンE、エストロゲン、感光素等の発毛促進剤、リン酸-L-アスコルビン酸マグネシウム、コウジ酸等の美白剤等が挙げられる。

【0104】

〔コーティング剤〕

本発明の多孔質樹脂粒子は、塗膜軟質化剤、塗料用艶消し剤、光拡散剤等としてコーティング剤に含有させることが可能である。本発明のコーティング剤は、本発明の多孔質樹脂粒子を含んでいる。

【0105】

前記コーティング剤は、必要に応じてバインダー樹脂を含んでいる。バインダー樹脂としては、有機溶剤もしくは水に可溶性樹脂、または水中に分散できるエマルジョン型の水性樹脂を使用でき、公知のバインダー樹脂をいずれも利用できる。バインダー樹脂としては、例えば、三菱レイヨン株式会社製の商品名「ダイヤナール（登録商標）LR-102」や「ダイヤナール（登録商標）BR-106」、或いは、大日精化工業株式会社製の商品名「メジウム VM(K)」等のアクリル系樹脂；アルキド樹脂；ポリエステル樹脂；ポリウレタン樹脂；塩素化ポリオレフィン樹脂；アモルファスポリオレフィン樹脂等が挙げられる。これらバインダー樹脂は、塗工される基材への塗料の密着性や使用される環境等によって適宜選択され得る。

【0106】

多孔質樹脂粒子の配合量は、バインダー樹脂を含むコーティング剤により形成される塗膜の膜厚、多孔質樹脂粒子の平均粒子径、塗工方法、使用する用途等によって適宜調整されるが、バインダー100重量部に対して1～300重量部の範囲内であることが好ましい。また、多孔質樹脂粒子の配合量は、バインダー樹脂（エマルジョン型の水性樹脂を使用する場合には固形分）と多孔質樹脂粒子との合計に対して、5～50重量%の範囲内であることがより好ましく、8～40重量%の範囲内であることがさらに好ましい。多孔質樹脂粒子の含有量が5重量%未満である場合、艶消し効果が十分得られないことがある。また、多孔質樹脂粒子の含有量が50重量%を超える場合には、コーティング剤の粘度が大きくなりすぎるために多孔質樹脂粒子の分散不良が起こることがある。そのため、コーティング剤の塗工によって得られる塗膜表面にマイクロクラックが発生する、得られる塗膜表面にザラツキが生じる等のような、塗膜表面の外観不良が起こることがある。

【0107】

前記コーティング剤は、必要に応じて、媒体を含んでいる。前記媒体として、バインダー樹脂を溶解できる溶剤（溶媒）、またはバインダー樹脂を分散できる分散媒を使用することが好ましい。分散媒または溶媒としては、水性の媒体および油性の媒体がいずれも使用できる。油性の媒体としては、トルエン、キシレン等の炭化水素系溶剤；メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶剤；酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系溶剤；ジオキサン、エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル等のエーテル系溶剤等が挙げられる。水性の媒体としては、水、アルコール類（例えばイソプロパノール）等が挙げられる。これら溶剤は、1種のみを使用してもよく、2種以上を混合して使用してもよい。コーティング剤中における媒体の含有量は、コーティング剤全量に対し、通常、20～60重量%の範囲内である。

【0108】

さらに、コーティング剤には、硬化剤、着色剤、（体質顔料、着色顔料、金属顔料、マイカ粉顔料、染料等）、帯電防止剤、レベリング剤、流動性調整剤、紫外線吸収剤、光安定剤等の他の添加剤が含まれていてもよい。

【0109】

コーティング剤の被塗布基材としては、特に限定されず、用途に応じた基材が使用できる。

【0110】

例えば、光学用途では、ガラス基材、透明基材樹脂からなる透明基材等が被塗布基材として使用される。被塗布基材として透明基材を使用し、着色剤を含まないコーティング剤（光拡散用コーティング剤）を透明基材上に塗工して透明の塗膜を形成することで、光拡散フィルムや防眩フィルム等の光学フィルムを製造することができる。この場合、多孔質樹脂粒子は光拡散剤として機能する。

【0111】

また、被塗布基材として紙を使用し、着色剤を含まないコーティング剤（紙用コーティング剤）を塗工して透明の塗膜を形成することで、艶消し紙を製造することができる。

【0112】

コーティング剤の塗工方法は、特に限定されず、公知の方法をいずれも使用できる。塗工方法としては、例えば、スプレー塗工法、ロール塗工法、ハケ塗り法等の方法が挙げられる。コーティング剤は、必要に応じて粘度を調整するために、希釈剤を加えて希釈してもよい。希釈剤としては、トルエン、キシレン等の炭化水素系溶剤；メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶剤；酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系溶剤；ジオキサン、エチレングリコールジエチルエーテル等のエーテル系溶剤；水；アルコール系溶剤等が挙げられる。これら希釈剤は、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。光学フィルムを製造する場合には、塗工方法として、多孔質樹脂粒子に由来する凹凸が塗膜表面に形成されるような方法を使用することが好ましい。

10

【0113】

〔光学フィルム〕

本発明の光学フィルムは、本発明のコーティング剤を基材に塗工したものである。光学フィルムの具体例としては、拡散フィルムや防眩フィルム等を挙げることができる。

20

【0114】

光学フィルムの基材の具体例としては、ガラス基材や、透明基材樹脂からなる透明基材等を挙げることができる。

【0115】

前記透明基材樹脂としては、例えば、アクリル樹脂、（メタ）アクリル酸アルキル-スチレン共重合体、ポリカーボネート、ポリエチレンテレフタレート（以下「PET」と略記する）等のポリエステル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン等が挙げられる。これら透明基材樹脂の中でも、優れた透明性が透明基材樹脂に求められる場合には、アクリル樹脂、（メタ）アクリル酸アルキル-スチレン共重合体、ポリカーボネート、ポリエステル、およびポリスチレンが好ましい。これらの透明基材樹脂は、それぞれ単独で、又は2種以上を組み合わせ使用できる。

30

【0116】

〔樹脂組成物〕

本発明の樹脂組成物は、本発明の多孔質樹脂粒子と基材樹脂とを含むものである。この本発明の樹脂粒子組成物は、本発明の多孔質樹脂粒子を含み、光拡散性に優れることから、照明カバー（発光ダイオード（LED）照明用照明カバー、蛍光灯照明用照明カバー等）、光拡散シート、光拡散板等の光拡散部材（光拡散体）の原料として使用できる。

【0117】

前記基材樹脂としては、通常、多孔質樹脂粒子を構成する重合体の成分と異なる熱可塑性樹脂が使用される。前記基材樹脂として使用する熱可塑性樹脂としては、例えば、アクリル樹脂、（メタ）アクリル酸アルキル-スチレン共重合体、ポリカーボネート、ポリエステル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン等が挙げられる。これら熱可塑性樹脂の中でも、優れた透明性が基材樹脂に求められる場合には、アクリル樹脂、（メタ）アクリル酸アルキル-スチレン共重合体、ポリカーボネート、ポリエステル、およびポリスチレンが好ましい。これらの熱可塑性樹脂は、それぞれ単独で、又は2種以上を組み合わせ使用できる。

40

【0118】

前記基材樹脂への多孔質樹脂粒子の添加割合は、基材樹脂100重量部に対して、1～

50

300重量部の範囲内であることが好ましく、10~100重量部の範囲内であることがより好ましい。多孔質樹脂粒子が1重量部未満の場合、光拡散部材に光拡散性を与えにくくなることがある。多孔質樹脂粒子が300重量部より多い場合、上記した光拡散部材に光拡散性を与えられるが上記光拡散部材の光透過性が低くなることがある。

【0119】

樹脂組成物の製造方法は、特に限定されず、多孔質樹脂粒子と基材樹脂とを機械式粉碎混合方法等のような従来公知の方法で混合することにより製造できる。機械式粉碎混合方法では、例えば、ヘンシェルミキサー、V型混合機、ターブラミキサー、ハイブリダイザー、ロックンミキサー等の装置を用いて多孔質樹脂粒子と基材樹脂とを混合し攪拌することにより、樹脂組成物を製造できる。

10

【0120】

〔成形体〕

本発明の成形体は、本発明の樹脂組成物を成形してなるものである。本発明の成形体の具体例としては、照明カバー（発光ダイオード（LED）照明用照明カバー、蛍光灯照明用照明カバー等）、光拡散シート、光拡散板等の光拡散部材を挙げることができる。

【0121】

例えば、多孔質樹脂粒子と基材樹脂とを混合機で混合し、押出機等の熔融混練機で混練することで樹脂組成物からなるペレットを得た後、このペレットを押出成形するか、あるいはこのペレットを熔融後に射出成形することにより、任意の形状の成形体を得ることができる。

20

【実施例】

【0122】

以下、実施例及び比較例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。

【0123】

最初に、実施例及び比較例における、樹脂粒子の体積平均粒子径の測定方法、樹脂粒子の比表面積の測定方法、樹脂粒子の細孔径及び細孔容積の測定方法、樹脂粒子の嵩比重の測定方法、樹脂粒子の吸油量の測定方法、樹脂粒子の圧縮強度の測定方法、樹脂粒子の光拡散性の評価、メタクリル酸アルキル残量の測定方法、及び、樹脂粒子の官能試験について説明する。

30

【0124】

〔樹脂粒子の体積平均粒子径の測定方法〕

樹脂粒子の体積平均粒子径は、コールターマルチサイザーIII（ベックマン・コールター株式会社製測定装置）により測定する。測定は、ベックマン・コールター株式会社の発行のMultiSizer™ 3ユーザーズマニュアルに従って校正されたアパチャーを用いて実施するものとする。

【0125】

なお、測定に用いるアパチャーの選択は、測定する樹脂粒子の想定体積平均粒子径が1 μ m以上10 μ m以下の場合は50 μ mのサイズを有するアパチャーを選択し、測定する樹脂粒子の想定体積平均粒子径が10 μ mより大きく30 μ m以下の場合は100 μ mのサイズを有するアパチャーを選択し、樹脂粒子の想定体積平均粒子径が30 μ mより大きく90 μ m以下の場合は280 μ mのサイズを有するアパチャーを選択し、樹脂粒子の想定体積平均粒子径が90 μ mより大きく150 μ m以下の場合は400 μ mのサイズを有するアパチャーを選択するなど、適宜行う。測定後の体積平均粒子径が想定体積平均粒子径と異なった場合は、適正なサイズを有するアパチャーに変更して、再度測定を行う。

40

【0126】

また、50 μ mのサイズを有するアパチャーを選択した場合、Current（アパチャー電流）は-800、Gain（ゲイン）は4と設定し、100 μ mのサイズを有するアパチャーを選択した場合、Current（アパチャー電流）は-1600、Gain

50

(ゲイン)は2と設定し、 $280\mu\text{m}$ および $400\mu\text{m}$ のサイズを有するアパチャーを選択した場合、Current (アパチャー電流)は-3200、Gain (ゲイン)は1と設定する。

【0127】

測定用試料としては、樹脂粒子 0.1g を 0.1 重量%ノニオン性界面活性剤水溶液 10mL 中にタッチミキサー(ヤマト科学株式会社製、「TOUCHMIXER MT-31」)および超音波洗浄器(株式会社ヴェルヴォクリア社製、「ULTRASONIC CLEANER VS-150」)を用いて分散させ、分散液としたものを使用する。コールターマルチサイザーIIIの測定部に、ISOTON(登録商標)II(ベックマン・コールター株式会社製:測定用電解液)を満たしたビーカーをセットし、ビーカー内を10

【0128】

体積平均粒子径は、 10 万個の粒子の体積基準の粒度分布における算術平均である。

【0129】

〔樹脂粒子の比表面積の測定方法〕

樹脂粒子の比表面積は、ISO 9277第1版 JIS Z 8830:2001記載のBET法(窒素吸着法)により測定した。対象となる樹脂粒子について、株式会社島津製作所社製の自動比表面積/細孔分布測定装置Tristar 3000を用いてBET 20

【0130】

〔樹脂粒子の細孔径及び細孔容積の測定方法〕

樹脂粒子の孔の細孔径(平均細孔径)及び細孔容積は、BJH法により求める。測定対象となる樹脂粒子について、株式会社島津製作所製の自動比表面積/細孔分布測定装置Tristar 3000を用いて、窒素脱着等温線を測定し、BJH法に基づいて、細孔径 30

【0131】

〔樹脂粒子の高比重の測定方法〕

樹脂粒子の高比重(固め見掛け比重)は、ホソカワミクロン株式会社製のパウダーテスターPT-E型を用いて測定した。具体的には、上記パウダーテスターPT-E型本体に付属の部品(固定シュート、パイロシュート、スペースリング、目開き $710\mu\text{m}$ の篩、篩押さえ)を取り付け、その下に矩形パットを置き、テーブル・カップベースの凹みに 40

その後、上記パウダーテスターPT-E型本体に付属のカップ(内容量 100mL)を置く。その後、上記パウダーテスターPT-E型に付属のスコップを用いて、測定する樹脂粒子を適量、篩の上に静かに置き、振動させて上記カップ(内容量 100mL)を充満(充填時間 $20\sim 30$ 秒)させる。次いで、上記カップの上部に、上記パウダーテスターPT-E型に付属のキャップをつぎ足して、樹脂粒子を前記キャップの上部まで静かに補充し、上記カップをタッピングホルダーにセットする。タッピング時に上記カップ内の樹脂粒子が飛び跳ねることを防止する為に上記キャップの上にキャップカバーを取り付けて、 180 秒タッピング(60 回/min)してから、上記カップの上部にある余分な樹脂粒子を、パウダーテスターPT-E型に付属のブレードを垂直に立ててすり切って除き、樹脂粒子の重量を上皿天秤にて秤量した。そして、秤量した樹脂粒子の重量(g)から、高比重 50

(固め見掛け比重)を下式により、算出した。

【0132】

嵩比重 (g/ml) = 樹脂粒子の重量 (g) / 100 ml

【0133】

〔樹脂粒子の吸油量の測定方法〕

樹脂粒子の吸油量は、JIS K 5101-13-2の測定方法をベースとして、煮アマニ油に代えて精製アマニ油を使用し、終点の判断基準を変更した方法によって、測定した。吸油量の測定の詳細は、以下の通りである。

【0134】

(A) 装置及び器具

測定板：300×400×5mmより大きい平滑なガラス板

パレットナイフ(ヘラ)：鋼製又はステンレス製の刃を持った柄つきのもの

化学はかり(計量器)：10mgオーダーまで計れるもの

ビュレット：JIS R 3505に規定する容量10mlのもの

(B) 試薬

精製アマニ油：ISO 150に規定するもの(今回は一級アマニ油(和光純薬工業株式会社製)を用いる)

(C) 測定方法

(1) 樹脂粒子1gを測定板上の中央部に取り、精製アマニ油をビュレットから一回に4、5滴ずつ、徐々に樹脂粒子の中央に滴下し、その都度、樹脂粒子および精製アマニ油の全体をパレットナイフで充分練り合わせる。

【0135】

(2) 上記の滴下及び練り合わせを繰り返し、樹脂粒子および精製アマニ油の全体が固いパテ状の塊になったら1滴ごとに練り合わせて、精製アマニ油の最後の1滴の滴下によりペースト(樹脂粒子および精製アマニ油の混練物)が急激に軟らかくなり、流動を始める点を終点とする。

【0136】

(3) 流動の判定

精製アマニ油の最後の1滴の滴下により、ペーストが急激に軟らかくなり、測定板を垂直に立てた時にペーストが動いた場合に、ペーストが流動していると判定する。測定板を垂直に立てた時もペーストが動かない場合には、更に精製アマニ油を1滴加える。

【0137】

(4) 終点に達したときの精製アマニ油の消費量をビュレット内の液量の減少分として読み取る。

【0138】

(5) 1回の測定時間は7~15分以内に終了するように実施し、測定時間が15分を超えた場合は再測定し、規定の時間内で測定を終了した時の数値を採用する。

【0139】

(D) 吸油量の計算

下記式により試料100g当たりの吸油量を計算する。

【0140】

$O = (V / m) \times 100$

ここで、O：吸油量(ml/100g)、m：樹脂粒子の重量(g)、V：消費した精製アマニ油の容積(ml)

【0141】

〔樹脂粒子の圧縮強度の測定方法〕

樹脂粒子の圧縮強度(S10強度)は、株式会社島津製作所製の微小圧縮試験機「MCTM-200」を用いて、下記測定条件にて測定した。

【0142】

具体的には、エタノール中に樹脂粒子を分散させた分散液を、鏡面仕上げした鋼製試料

10

20

30

40

50

台に塗布し、乾燥させて、測定用試料を調製した。次いで、室温 20、相対湿度 65% の環境下、MCTM-200 の光学顕微鏡で一個の独立した微細な樹脂粒子（少なくとも直径 100 μm の範囲内に他の樹脂粒子が存在しない状態）を選び出し、選び出した樹脂粒子の直径を、MCTM-200 の粒子径測定カーソルで測定した。選び出す樹脂粒子は、直径が 6 ~ 12 μm の範囲内の微粒子であり、この範囲外の樹脂粒子は圧縮強度の測定に用いない。次に、選び出した樹脂粒子の頂点に試験用圧子を下記の負荷速度で降下させることにより、最大荷重 9.81 mN まで、徐々に樹脂粒子に荷重をかけ、先に測定した樹脂粒子の直径が 10% 変位した時点の荷重から、次式により、圧縮強度を求めた。各樹脂粒子に対して 6 回の測定を行い、最大値、最小値のデータを除く 4 データの平均値を 10% 変位した時点での圧縮強度（S10 強度）とした。

10

【0143】

< 圧縮強度の算出式 >

$$\text{圧縮強度 (Mpa)} = 2.8 \times \text{荷重 (N)} / \{ \pi \times (\text{粒子径 (mm)})^2 \}$$

< 圧縮強度の測定条件 >

試験温度：常温（20）相対湿度 65%

上部加圧圧子：直径 50 μm の平面圧子（材質：ダイヤモンド）

下部加圧板：SKS 平板

試験種類：圧縮試験（MODE1）

試験荷重：9.81 mN

負荷速度：0.732 mN / sec

変位フルスケール；20（μm）

〔樹脂粒子の光拡散性の評価方法〕

以下に示す方法により、樹脂粒子の表面で反射した光の拡散性を評価した。

20

【0144】

（反射光度分布の測定）

樹脂粒子の反射光度分布を、三次元光度計（株式会社村上色彩研究所製のゴニオフォトメーター GP-200）を用い、室温 20、相対湿度 65% の環境下で測定した。

【0145】

具体的には、

（1） 図 1 に示すように、白黒色隠蔽紙（BYK-Gardner 製 Test chart 2803）4 の黒色部分を中心に、5 cm 角の正方形にカットした両面テープ（日東電工製 ORT-1）3 を貼った。

30

（2） 次いで、前記白黒色隠蔽紙 4 の黒色部分上の両面テープ 3 の粘着面に、樹脂粒子 2 を見かけ密度測定器の漏斗および漏斗台（JIS K5101-12-1）を用いて落としてから、その粘着面上の余分な樹脂粒子 2 を 0.05 ~ 0.1 Mpa の圧縮空気で吹き飛ばした。

（3） 前記白黒隠蔽紙 4 を平坦なガラス板の上に載せ、別の平坦な 5 cm 角の正方形の 250 g のガラス板を樹脂粒子 2 の点着面に載せ、樹脂粒子 2 に荷重を加えて 1 分間静置した。その後、再び、前記粘着面上の余分な樹脂粒子を圧縮空気で吹き飛ばした。

（4） （2）及び（3）の操作を 3 回繰り返した試験片を反射光度分布測定用の試験片 1 とした。そして、得られた試験片 1 の反射光を次のようにして測定した。図 1 に示すように、試験片 1（樹脂粒子 2）の法線（0°）に対して -45° の角度で、ハロゲンランプを光源とした光 5 を試験片 1（樹脂粒子 2）に入射させ、反射した反射光 6 の反射角 -90° ~ +90° における光度分布を三次元光度計により測定した。測定に際しては全ての入射光が試験片 1 の黒色部分に入射するように試験片 1 の位置を調整した。なお、反射光検出は分光感度 185 ~ 850 nm、最高感度波長 530 nm の光電子増倍管により検出した。

40

【0146】

（+45° の反射光強度 100 に対する 0°、+25°、及び +75° の反射光強度）

前記反射光度分布の測定により得られた反射角 0°、+25°、+45°、+75° に

50

おける反射光強度データ（ピーク光度データ）から、反射角 + 45° の反射光強度（ピーク光度）を 100 としたときの、反射角 0°、+ 25°、及び + 75° における反射光強度（ピーク光度）を求めた。反射角 + 45°（正反射方向）の反射光強度を 100 としたとき、反射角 0°、+ 25°、及び + 75° の各々の反射光強度が 100 に近づくほど、化粧品に配合したときのソフトフォーカス効果が大きくなる。

【0147】

〔メタクリル酸アルキル残量の測定方法〕

樹脂粒子中に残存する未反応の単官能（メタ）アクリル酸エステルの量は、測定対象となる樹脂粒子の製造に使用した単官能（メタ）アクリル酸エステルに応じて、公知の方法により測定することができる。後述する実施例及び比較例では、単官能（メタ）アクリル酸エステルとして、メタクリル酸メチル又はメタクリル酸エチル等のメタクリル酸アルキルを使用しているため、以下に、樹脂粒子中に残存する未反応のメタクリル酸アルキルの量（メタクリル酸アルキル残量）の測定方法を示す。

10

【0148】

（1）試料液の調製

試験管に、測定対象となる樹脂粒子 1 g と、二硫化炭素 25 ml と、内部標準液 1 ml とを投入し、室温にて 12 時間抽出した。得られた抽出液を 1.8 µl 採取し、注入した。なお、内部標準液は、二硫化炭素 75 ml にトルエン 0.1 ml を加えたものとした。

【0149】

（2）メタクリル酸アルキル残量の測定

上記試料液について、ガスクロマトグラフ装置（株式会社島津製作所製、商品名「GC-14A」）にて下記測定条件で測定を行い、メタクリル酸アルキル量（メタクリル酸メチル量、メタクリル酸エチル量）を内部標準法で定量した。

20

【0150】

<測定条件>

カラム充填剤：液相 PEG-20M

担体 Chromosorb W

カラムサイズ：3 mm I.D. x 3000 mm L

検出器：FID（水素炎イオン化検出器）

キャリアーガス：窒素、空気、ヘリウム

キャリアーガス流量：30 ml/min（窒素）、300 ml/min（空気）、35

30

ml/min（ヘリウム）

カラム温度：105

注入口温度：110

【0151】

〔樹脂粒子の官能試験〕

後述する実施例 1～6 及び比較例 1～2 の樹脂粒子を含むパウダーファンデーション、乳化型ファンデーション、ボディパウダーに対して、パネラー 10 名による官能試験を行った。この試験におけるパウダーファンデーションの評価項目は、「ソフトフォーカス性」、「化粧もち」、「伸展性」及び「やさらかさ」であり、乳化型ファンデーションの評価項目は「ソフトフォーカス性」、「化粧もち」、及び「なめらかさ」についてであり、ボディパウダーの評価項目は「伸展性」及び「さらさら感」である。これらの評価項目について、次のような基準で 4 段階評価を行った。

40

【0152】

×・・・パネラー 10 名中、2 名以下が効果ありと回答

・・・パネラー 10 名中、3～5 名が効果ありと回答

○・・・パネラー 10 名中、6～8 名が効果ありと回答

・・・パネラー 10 名中、9 名以上が効果ありと回答

【0153】

50

〔実施例 1〕

(樹脂粒子の製造)

脱イオン水 1200 g に、分散安定剤としてのピロリン酸マグネシウム 80 g と、アニオン性界面活性剤としてのラウリル硫酸ナトリウム 0.25 g と、両性イオン界面活性剤としてのラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン(日油株式会社製、商品名: ニッサンアノン BL (有効固形分 36 重量%)) 0.7 g を加えて水相とした。一方、単官能(メタ)アクリル酸エステルとしてのメタクリル酸メチル 100 g (単量体混合物全体に対して、50 重量%) と、架橋性単量体としてのエチレングリコールジメタクリレート(EGDMA) 100 g (単量体混合物全体に対して、50 重量%) と、有機溶剤としての酢酸エチル(沸点 77) 400 g (単量体混合物 100 重量部に対して、200 重量部) と、重合開始剤としての 2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル) 1.8 g との混合液を調製して油相とした。水相と油相とを混合し、分散機(プライミクス株式会社製、商品名「T.K. ホモミクサー MARK II 2.5 型」)にて回転数 8000 rpm で、前記水相中に前記油相の液滴を分散させて、分散液を得た。この分散液を、攪拌機及び温度計を備えた重合器に入れ、攪拌下に窒素置換しながら 50 まで加温し、懸濁重合を開始した。内温を 50 で 4 時間保持した後、更に内温を 70 で 2 時間半保持することにより、樹脂粒子を含む懸濁液を得た(重合工程)。

10

【0154】

この樹脂粒子を含む懸濁液を、70、-0.05 MPa の条件下で蒸留して、酢酸エチルを系外に除去した(蒸留工程)。

20

【0155】

この後、20 まで冷却し、塩酸を加えてピロリン酸マグネシウムを分解した後、ブフナー漏斗にて得られた樹脂粒子を濾別し、続いて、樹脂粒子をイオン交換水にて洗浄した(分解除去工程)。

【0156】

洗浄した樹脂粒子を 90、0.008 MPa の減圧下で 24 時間乾燥することにより樹脂粒子を得た(乾燥工程)。

【0157】

実施例 1 で得られた樹脂粒子は多孔質の樹脂粒子(多孔質樹脂粒子)であり、その樹脂粒子の体積平均粒子径は 8.2 μm で、比表面積は 195.5 m^2/g で、嵩比重は 0.385 g/ml であった。

30

【0158】

(パウダーファンデーションの製造)

樹脂粒子の製造で得た樹脂粒子 10 重量部と、色材原料としてのタルク 42 重量部と、粘土鉱物類としてのセリサイト 17 重量部と、色材原料としての酸化チタン 10 重量部と、色材原料としての赤色酸化鉄 0.6 重量部と、色材原料としての黄色酸化鉄 1 重量部と、色材原料としての黒色酸化鉄 0.1 重量部と、炭化水素としての流動パラフィン 2 重量部と、脂肪酸エステルとしてのミリスチン酸オクチルデシル 3.5 重量部と、界面活性剤としてのイソステアリン酸ソルビタン 0.5 重量部と、高級アルコールとしての 2-オクチルドデカノール 3.0 重量部との配合処方で各種原料を用意した。そして、樹脂粒子と、タルクと、セリサイトと、酸化チタンと、赤色酸化鉄と、黄色酸化鉄と、黒色酸化鉄とをヘンシェルミキサーで混合し、これに、流動パラフィンと、ミリスチン酸オクチルデシルと、イソステアリン酸ソルビタンと、2-オクチルドデカノールとを混合溶解したものを加えて均一に混合した。これを、公知の方法により、粉碎して篩いに通して粉体を得た。この粉体を、公知の方法により、金皿に圧縮成型してパウダーファンデーションを得た。

40

【0159】

実施例 1 で得られたパウダーファンデーションは化粧もちが良好であり、肌への伸展性も高く、やわらかな感触を有するものであり、また、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

50

【0160】

(乳化型ファンデーションの製造)

樹脂粒子の製造で得た樹脂粒子20.0重量部と、粘土鉱物類としてのセリサイト6.0重量部と、色材原料としての酸化チタン3.0重量部と、顔料(適量)とをヘンシェルミキサーで混合し、粉末部を調製した。

【0161】

そして、粉末部とは別に、精製水50.2重量部に、ポリエチレングリコール(ポリエチレングリコール4000)5.0重量部と、pH調整剤としてのトリエタノールアミン1.0重量部と、プロピレングリコール5.0重量部と、粘土鉱物類としてのVEEGUM(登録商標、バンダービルト社製)0.5重量部とを加え加熱溶解した。これにより得られた溶液に先に調製した前記粉末部を加え、ホモミクサーで粉末を均一に分散させた後、70 に保温し、水相成分を得た。

10

【0162】

次いで、前記水相成分とは別に、高級脂肪酸としてのステアリン酸2.0重量部と、高級アルコールとしてのセチルアルコール0.3重量部と、炭化水素としての流動パラフィン20.0重量部と、香料(適量)と、防腐剤(適量)とを混合して加熱溶解した後、70 に保温し、油相成分を得た。

【0163】

得られた油相成分に前記水相成分を加えて、予備乳化を行い、ホモミクサーで均一に乳化・分散後、かきまぜながら冷却させて乳化型ファンデーションを得た。

20

【0164】

実施例1で得られた乳化型ファンデーションは、化粧もちが良好で、なめらかな感触を有しており、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【0165】

(ボディパウダーの製造)

樹脂粒子の製造で得た樹脂粒子50.0重量部と、粘土鉱物類としてのマイカ25.0重量部と、粘土鉱物類としてのセリサイト25.0重量部とをヘンシェルミキサーで混合した後、Retzsch社製のロータースピードミルZM-100を用いて、1回粉碎(12本刃ローター使用、1mmスクリーン装着、回転数14000rpm)し、ボディパウダーを得た。

30

【0166】

実施例1で得られたボディパウダーは、肌への伸展性が高く、また、肌をさらさらな状態に整えることができるものであった。

【0167】

[実施例2]

単官能(メタ)アクリル酸エステルとしてのメタクリル酸メチルの使用量を60g(単量体混合物全体に対して、40重量%)とし、架橋性単量体としてのエチレングリコールジメタクリレート(EGDMA)の使用量を90g(単量体混合物全体に対して、60重量%)とし、有機溶剤としての酢酸エチル(沸点77)の使用量を450g(単量体混合物100重量部に対して、300重量部)とした以外は実施例1と同様にして樹脂粒子を製造した。そして、得られた樹脂粒子を用いて実施例1と同様にして、パウダーファンデーション、乳化型ファンデーション、及びボディパウダーを製造した。

40

【0168】

実施例2で得られた樹脂粒子は多孔質の樹脂粒子(多孔質樹脂粒子)であり、その樹脂粒子の体積平均粒子径は8.0 μm で、比表面積は244.7 m^2/g で、嵩比重は0.306 g/ml であった。

【0169】

実施例2で得られたパウダーファンデーションは化粧もちが良好であり、肌への伸展性も高く、やわらかな感触を有するものであり、また、ソフトフォーカス性が高く、素肌感

50

のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【0170】

実施例2で得られた乳化型ファンデーションは、化粧もちが良好で、なめらかな感触を有しており、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【0171】

実施例2で得られたボディパウダーは、肌への伸展性が高く、また、肌をさらさらな状態に整えることができるものであった。

【0172】

〔実施例3〕

単官能(メタ)アクリル酸エステルとしてのメタクリル酸メチルの使用量を80g(単量体混合物全体に対して、40重量%)とし、架橋性単量体としてのエチレングリコールジメタクリレート(EGDMA)の使用量を120g(単量体混合物全体に対して、60重量%)とし、有機溶剤としての酢酸エチル(沸点77)の使用量を400g(単量体混合物100重量部に対して、200重量部)とした以外は実施例1と同様にして樹脂粒子を製造した。また、得られた樹脂粒子を用いて実施例1と同様にして、パウダーファンデーション、乳化型ファンデーション、及びボディパウダーを製造した。

【0173】

実施例3で得られた樹脂粒子は多孔質の樹脂粒子(多孔質樹脂粒子)であり、その樹脂粒子の体積平均粒子径は8.5 μm で、比表面積は223.7 m^2/g で、嵩比重は0.333 g/ml であった。

【0174】

実施例3で得られたパウダーファンデーションは化粧もちが良好であり、肌への伸展性も高く、やわらかな感触を有するものであり、また、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【0175】

実施例3で得られた乳化型ファンデーションは、化粧もちが良好で、なめらかな感触を有しており、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【0176】

実施例3で得られたボディパウダーは、肌への伸展性が高く、また、肌をさらさらな状態に整えることができるものであった。

【0177】

〔実施例4〕

単官能(メタ)アクリル酸エステルとしてのメタクリル酸メチルの使用量を80g(単量体混合物全体に対して、40重量%)とし、架橋性単量体としてのエチレングリコールジメタクリレート(EGDMA)の使用量を120g(単量体混合物全体に対して、60重量%)とし、有機溶剤として、酢酸エチル(沸点77)400g(単量体混合物100重量部に対して、200重量部)に代えて、トルエン(沸点110)400g(単量体混合物100重量部に対して、200重量部)を使用した以外は実施例1と同様にして樹脂粒子を製造した。また、得られた樹脂粒子を用いて実施例1と同様にして、パウダーファンデーション、乳化型ファンデーション、及びボディパウダーを製造した。

【0178】

実施例4で得られた樹脂粒子は多孔質の樹脂粒子(多孔質樹脂粒子)であり、その樹脂粒子の体積平均粒子径は7.7 μm で、比表面積は237.1 m^2/g で、嵩比重は0.359 g/ml であった。

【0179】

実施例4で得られたパウダーファンデーションは化粧もちが良好であり、肌への伸展性も高く、やわらかな感触を有するものであり、また、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

10

20

30

40

50

【 0 1 8 0 】

実施例 4 で得られた乳化型ファンデーションは、化粧もちが良好で、なめらかな感触を有しており、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【 0 1 8 1 】

実施例 4 で得られたボディパウダーは、肌への伸展性が高く、また、肌をさらさらな状態に整えることができるものであった。

【 0 1 8 2 】

〔 実施例 5 〕

単官能（メタ）アクリル酸エステルとしてのメタクリル酸メチルの使用量を 60 g（単量体混合物全体に対して、40 重量％）とし、架橋性単量体として、エチレングリコールジメタクリレート（EGDMA）100 g に代えて、トリメタクリル酸トリメチロールプロパン（TMP）90 g（単量体混合物全体に対して、60 重量％）を使用し、有機溶剤としての酢酸エチル（沸点 77）の使用量を 450 g（単量体混合物 100 重量部に対して、300 重量部）とした以外は実施例 1 と同様にして樹脂粒子を製造した。そして、得られた樹脂粒子を用いて実施例 1 と同様にして、パウダーファンデーション、乳化型ファンデーション、及びボディパウダーを製造した。

10

【 0 1 8 3 】

実施例 5 で得られた樹脂粒子は多孔質の樹脂粒子（多孔質樹脂粒子）であり、その樹脂粒子の体積平均粒子径は 5.9 μm で、比表面積は 295.1 m^2/g で、嵩比重は 0.293 g/ml であった。

20

【 0 1 8 4 】

実施例 5 で得られたパウダーファンデーションは化粧もちが良好であり、肌への伸展性も高く、やわらかな感触を有するものであり、また、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【 0 1 8 5 】

実施例 5 で得られた乳化型ファンデーションは、化粧もちが良好で、なめらかな感触を有しており、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【 0 1 8 6 】

実施例 5 で得られたボディパウダーは、肌への伸展性が高く、また、肌をさらさらな状態に整えることができるものであった。

30

【 0 1 8 7 】

〔 実施例 6 〕

単官能（メタ）アクリル酸エステルとして、メタクリル酸メチル 100 g に代えて、メタクリル酸エチル 60 g（単量体混合物全体に対して、40 重量％）を使用し、架橋性単量体としてのエチレングリコールジメタクリレート（EGDMA）の使用量を 90 g（単量体混合物全体に対して、60 重量％）とし、有機溶剤として、酢酸エチル（沸点 77）400 g（単量体混合物 100 重量部に対して、200 重量部）に代えて、トルエン（沸点 110）450 g（単量体混合物 100 重量部に対して、300 重量部）を使用した以外は実施例 1 と同様にして樹脂粒子を製造した。また、得られた樹脂粒子を用いて実施例 1 と同様にして、パウダーファンデーション、乳化型ファンデーション、及びボディパウダーを製造した。

40

【 0 1 8 8 】

実施例 6 で得られた樹脂粒子は多孔質の樹脂粒子（多孔質樹脂粒子）であり、その樹脂粒子の体積平均粒子径は 6.7 μm で、比表面積は 206.2 m^2/g で、嵩比重は 0.314 g/ml であった。

【 0 1 8 9 】

実施例 6 で得られたパウダーファンデーションは化粧もちが良好であり、肌への伸展性も高く、やわらかな感触を有するものであり、また、ソフトフォーカス性が高く、素肌感

50

のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【0190】

実施例6で得られた乳化型ファンデーションは、化粧もちが良好で、なめらかな感触を有しており、ソフトフォーカス性が高く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものであった。

【0191】

実施例6で得られたボディパウダーは、肌への伸展性が高く、また、肌をさらさらな状態に整えることができるものであった。

【0192】

〔比較例1〕

単官能(メタ)アクリル酸エステルとしてのメタクリル酸メチルの使用量を180g(単量体混合物全体に対して、60重量%)とし、架橋性単量体としてのエチレングリコールジメタクリレート(EGDMA)の使用量を120g(単量体混合物全体に対して、40重量%)とし、有機溶剤としての酢酸エチル(沸点77)の使用量を300g(単量体混合物100重量部に対して、100重量部)とした以外は実施例1と同様にして樹脂粒子を製造した。また、得られた樹脂粒子を用いて実施例1と同様にして、パウダーファンデーション、乳化型ファンデーション、及びボディパウダーを製造した。

【0193】

比較例1で得られた樹脂粒子は、多孔質の樹脂粒子(多孔質樹脂粒子)であり、その樹脂粒子の体積平均粒子径は7.9 μm で、比表面積は86.3 m^2/g で、嵩比重は0.465 g/ml であった。

【0194】

比較例1で得られたパウダーファンデーションはソフトフォーカス性は良好であるが、化粧もち及び肌への伸展性が低い上に、やわらかさが少なく感触が良好ではなかった。

【0195】

比較例1で得られた乳化型ファンデーションは、ソフトフォーカス性は良好であるが、化粧もちは低く、なめらかさが少なく感触が良好ではなかった。

【0196】

実施例1で得られたボディパウダーは、肌への伸展性が低く、また、肌をさらさらな状態に整える効果に劣るものであった。

【0197】

〔比較例2〕

単官能(メタ)アクリル酸エステルとしてのメタクリル酸メチルの使用量を570g(単量体混合物全体に対して、95重量%)とし、架橋性単量体としてのエチレングリコールジメタクリレート(EGDMA)の使用量を30g(単量体混合物全体に対して、5重量%)とし、有機溶剤としての酢酸エチル(沸点77)を使用しなかった以外は実施例1と同様にして樹脂粒子を製造した。また、得られた樹脂粒子を用いて実施例1と同様にして、パウダーファンデーション、乳化型ファンデーション、及びボディパウダーを製造した。

【0198】

比較例2で得られた樹脂粒子の体積平均粒子径は8.5 μm で、比表面積は1.1 m^2/g で、嵩比重は0.637 g/ml であった。

【0199】

比較例2で得られたパウダーファンデーションは化粧もち、肌への伸展性、ソフトフォーカス性がともに低く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものではなかった。また、やわらかさが少なく感触が良好ではなかった。

【0200】

比較例2で得られた乳化型ファンデーションは、ソフトフォーカス性、化粧もちがともに低く、素肌感のある自然な仕上がりを与えるものではなかった。また、なめらかさが少なく感触が良好ではなかった。

10

20

30

40

50

【0201】

比較例2で得られたボディパウダーは、肌への伸展性が低く、また、肌をさらさらな状態に整えることができるものではなかった。

【0202】

実施例1～6及び比較例1及び2について、樹脂粒子の製造に使用した単量体（メタクリル酸メチル及びエチレングリコールジメタクリレート（EGDMA））及び有機溶剤の使用量、樹脂粒子の比表面積の測定結果、樹脂粒子の細孔容積の測定結果、樹脂粒子の平均細孔径の測定結果、樹脂粒子の吸油量の測定結果、樹脂粒子の圧縮強度の測定結果、樹脂粒子の光拡散性の評価結果、メタクリル酸アルキル残量の測定結果、及び、官能試験の結果を表1に示す。なお、表1において、光拡散性は、 -45° の角度で入射した光の 0° 、 $+25^\circ$ 、 $+45^\circ$ 、及び、 $+75^\circ$ の各反射角における反射光強度で表す。なお、この表1に示す各反射角（ 0° 、 $+25^\circ$ 、 $+45^\circ$ 、及び、 $+75^\circ$ ）における反射光強度は、反射角 $+45^\circ$ での反射光強度を100とした場合の反射光強度である。

【0203】

【表 1】

成分	組成	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例	比較例
		1	2	3	4	5	6	1	2
使用量 (重量部) 単量体 混合物	メタクリル酸メチル	100	60	80	80	60	0	180	570
	メタクリル酸エチル	0	0	0	0	0	60	0	0
	EGDMA	100	90	120	120	0	90	120	30
	TMP	0	0	0	0	90	0	0	0
有機 溶剤	酢酸エチル	400	450	400	0	450	0	300	0
	トルエン	0	0	0	400	0	450	0	0
体積平均粒子径 (μm)		8.2	8.0	8.5	7.7	5.9	6.7	7.9	8.5
比表面積 (m^2/g)		195.5	244.7	223.7	237.1	295.1	206.2	86.3	1.1
細孔容積 (ml/g)		0.610	0.790	0.811	0.809	0.549	0.626	0.385	0.003
平均細孔径 (nm)		13.8	14.0	15.7	14.2	13.5	11.4	16.6	13.0
吸油量 ($\text{ml}/100\text{g}$)		224	544	346	310	282	540	156	77
圧縮強度 (MPa)		5.98	4.02	3.80	4.00	4.13	3.79	8.60	27.90
嵩比重 (g/ml)		0.385	0.306	0.333	0.359	0.293	0.314	0.465	0.637
メタクリル酸アルキル残量 (ppm)		*	*	*	*	*	*	*	3514
光拡散性	0°	57.3	72.3	69.1	47.5	62.1	60.4	47.2	37.2
	+25°	70.7	82.2	79.2	62.3	75.2	73.8	62.2	60.5
	+45°	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
	+75°	46.5	54.0	49.5	38.1	48.1	47.7	40.0	53.9
パウダー ファンデーション	ソフトフォーカス性	◎	◎	◎	○	◎	◎	○	×
	化粧もち	○	◎	○	○	◎	◎	△	×
	伸展性	○	◎	◎	○	○	○	△	×
	やわらかさ	○	◎	◎	◎	○	○	△	×
乳化型 ファンデーション	ソフトフォーカス性	○	◎	○	○	◎	◎	○	×
	化粧もち	○	◎	◎	◎	◎	◎	△	×
	なめらかさ	○	○	○	○	○	○	△	×
ボディ パウダー	伸展性	○	◎	◎	○	○	○	△	×
	さらさら感	◎	◎	◎	○	◎	◎	△	×

* 定量下限 (30 ppm) 未満

【0204】

表 1 に示すように、本発明の実施例 1 ~ 6 の樹脂粒子は、比表面積が $190 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ (具体的には、 $195.5 \sim 295.1 \text{ m}^2/\text{g}$) であり、良好な光拡散性と、吸油

10

20

30

40

50

性を有していることが認められた。

【0205】

具体的には、実施例1～6の樹脂粒子の吸油量(224～544ml/100g)は、比表面積が190m²/g未満である比較例1及び2の樹脂粒子の吸油量(77～156ml/100g)よりも多いことが認められた。このため、実施例1～6の樹脂粒子は、比較例1及び2と比べて、皮脂を吸収して、パウダーファンデーション及び乳化型ファンデーションの化粧もちを向上させる効果に優れていた。また、実施例1～6の樹脂粒子は、比較例1及び2と比べて、ボディパウダーに配合された場合において、皮脂を吸収して肌をさらさらな状態に整える効果に優れていた。

【0206】

また、実施例1～6の樹脂粒子に対して-45°の入射角で入射し、0°の方向へ反射した光の反射光強度は45以上(具体的には、47.5～72.3°)であり、実施例1～6は、パウダーファンデーション及び乳化型ファンデーション等の化粧料にソフトフォーカス性を付与できるものであることが認められた。特に、実施例1～3、5及び6の樹脂粒子は、0°、+25°、+75°のいずれの反射角においても、45以上の反射光強度を示し、パウダーファンデーションにソフトフォーカス性を付与する効果に特に優れていた。

【0207】

また、実施例1～6の樹脂粒子の高比重(0.293～0.385g/ml)は、比較例1及び2の樹脂粒子の高比重(0.465～0.637g/ml)よりも小さく、実施例1～6の樹脂粒子は、比較例1及び2の樹脂粒子と比べて、パウダーファンデーション及びボディパウダーの伸展性を向上させる効果に優れたものであった。

【0208】

また、実施例1～6の樹脂粒子の圧縮強度(3.79～5.98MPa)は、比較例1及び2の樹脂粒子の圧縮強度(8.60～27.90MPa)よりも低く、実施例1～6の樹脂粒子は、比較例1及び2の樹脂粒子と比べて、パウダーファンデーションにやわらかさを付与する効果、及び、乳化型ファンデーションになめらかさを付与する効果に優れていた。

【0209】

また、実施例1～6の樹脂粒子中に残存する未反応のメタクリル酸メチルやメタクリルエチル等のメタクリル酸アルキルの量(メタクリル酸アルキル残量)は、定量下限(30ppm)未満であった。このように、実施例1～6の樹脂粒子は、当該樹脂粒子中における未反応のメタクリル酸アルキル(単官能(メタ)アクリル酸エステル)の量が少ないものであることから、当該樹脂粒子を基材樹脂に練り込んで得た樹脂組成物を、押出成形や射出成形などにより成形して成形体を製造する場合において、黄変の発生や、メヤニの発生等の成形不良を抑制することができる。

【0210】

〔実施例7：光学フィルムの製造例〕

実施例2で得られた樹脂粒子(多孔質樹脂粒子)5重量部と、バインダー樹脂としてのアクリル系樹脂(商品名：メジウム VM(K)、大日精化工業株式会社製、固形分32%)29重量部と、トルエン41重量部とを混合し、これを遠心攪拌機により3分間攪拌して、コーティング剤を得た。この後、得られたコーティング剤を、基材としてのPETフィルム上に50μmコーターを用いて塗工した。得られたフィルムを70℃に保った乾燥機にて1時間乾燥させることにより光学フィルムを得た。得られた光学フィルムのヘイズ、全光線透過率およびグロス(艶消し性)を測定した。結果を表2に示す。

【0211】

〔実施例8：光学フィルムの製造例〕

実施例2で得られた樹脂粒子(多孔質樹脂粒子)1重量部と、バインダー樹脂としてのアクリル系樹脂(商品名：メジウム VM(K)、大日精化工業株式会社製、固形分32%)29重量部と、トルエン41重量部とを混合し、これを遠心攪拌機により3分間攪拌

10

20

30

40

50

することにより得られたコーティング剤を用いた以外は実施例 7 と同様にして光学フィルムを得た。得られた光学フィルムのヘイズ、全光線透過率およびグロスを測定した。この結果を表 3 に示す。

【 0 2 1 2 】

〔比較例 3：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 2 で得られた樹脂粒子に代えて、比較例 1 で得られた樹脂粒子を用いた以外は実施例 7 と同様にして光学フィルムを得た。得られた光学フィルムのヘイズ、全光線透過率およびグロス（艶消し性）を測定した。この結果を表 2 に示す。

【 0 2 1 3 】

〔比較例 4：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 2 で得られた樹脂粒子に代えて、比較例 2 で得られた樹脂粒子を用いた以外は実施例 7 と同様にして光学フィルムを得た。得られた光学フィルムのヘイズ、全光線透過率およびグロス（艶消し性）を測定した。この結果を表 2 に示す。

【 0 2 1 4 】

〔比較例 5：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 2 で得られた樹脂粒子に代えて、比較例 1 で得られた樹脂粒子を用いた以外は実施例 8 と同様にして光学フィルムを得た。得られた光学フィルムのヘイズ、全光線透過率およびグロス（艶消し性）を測定した。この結果を表 3 に示す。

【 0 2 1 5 】

〔比較例 6：光学フィルムの比較製造例〕

実施例 2 で得られた樹脂粒子に代えて、比較例 2 で得られた樹脂粒子を用いた以外は実施例 8 と同様にして光学フィルムを得た。得られた光学フィルムのヘイズ、全光線透過率およびグロス（艶消し性）を測定した。結果を表 3 に示す。

【 0 2 1 6 】

〔全光線透過率及びヘイズの測定方法〕

実施例 7 ～ 8、及び比較例 3 ～ 6 で得られた光学フィルムのヘイズおよび全光線透過率を、日本電色工業株式会社製のヘイズメーター「NDH - 4000」を使用して測定した。全光線透過率の測定は J I S K 7361 - 1 に、ヘイズの測定は J I S K 7136 にそれぞれ従って実施した。なお、表 2 及び 3 に示すヘイズおよび全光線透過率は、2 個の測定サンプルの測定値の平均値である（測定サンプル数 n = 2）。ヘイズの値は、光学フィルムを透過した光（透過光）の拡散性が高い程、高くなる。

【 0 2 1 7 】

〔グロスの測定方法〕

実施例 7 ～ 8、及び比較例 3 ～ 6 で得られた光学フィルムのグロスを株式会社堀場製作所製のグロスチェッカ（光沢計）「IG - 331」を使用して、測定した。具体的には、J I S Z 8741 に記載の方法に準拠して、上記グロスチェッカ（光沢計）「IG - 331」により、光学フィルムの 60°でのグロスを測定した。グロスの値は、光学フィルムの表面（具体的には、コーティング剤が塗工されて形成された塗膜表面）で反射した光の拡散性が高い程、低くなり、艶消し性がよいことを意味する。

【 0 2 1 8 】

【表 2】

	実施例 7	比較例 3	比較例 4
ヘイズ (%)	76.0	72.2	61.0
全光線透過率 (%)	76.8	80.6	84.5
グロス (60°)	11.3	16.3	24.7

【 0 2 1 9 】

【表 3】

	実施例 8	比較例 5	比較例 6
ヘイズ (%)	43.1	40.2	24.1
全光線透過率 (%)	85.7	86.6	88.9
グロス (60°)	37.3	54.3	98.0

【0220】

10

実施例 7 の光学フィルムの製造に用いたコーティング剤に含まれる樹脂粒子の含有率は、比較例 3 及び 4 の光学フィルムの製造に用いたコーティング剤に含まれる樹脂粒子の含有率と同じである。表 2 に示すように、樹脂粒子として実施例 2 で得られた樹脂粒子を用いて製造された実施例 7 の光学フィルムは、樹脂粒子として、比較例 1 又は 2 の樹脂粒子を用いて製造された比較例 3 及び 4 の光学フィルムと比べて、ヘイズが高く、グロスが低いものであった。

【0221】

また、実施例 8 の光学フィルムの製造に用いたコーティング剤に含まれる樹脂粒子の含有率は、比較例 5 及び 6 の光学フィルムの製造に用いたコーティング剤に含まれる樹脂粒子の含有率と同じである。表 3 に示すように、樹脂粒子として、実施例 2 で得られた樹脂粒子を用いて製造された実施例 8 の光学フィルムは、樹脂粒子として、比較例 1 又は 2 の樹脂粒子を用いて製造された比較例 5 及び 6 の光学フィルムと比べて、ヘイズが高く、グロスが低いものであった。つまり、実施例 8 の光学フィルムは、比較例 5 及び 6 の光学フィルムと比べて、光拡散性に優れ、艶消し性に優れるものであることが認められた。

20

【0222】

以上のことから、実施例 2 で得られた樹脂粒子は、比較例 1 及び比較例 2 の樹脂粒子と比べて、光学フィルムに優れた光拡散性と艶消し性を付与することができるものであると言える。

【0223】

本発明は、その精神または主要な特徴から逸脱することなく、他のいろいろな形で実施することができる。そのため、上述の実施例はあらゆる点で単なる例示にすぎず、限定的に解釈してはならない。本発明の範囲は特許請求の範囲によって示すものであって、明細書本文には、なんら拘束されない。さらに、特許請求の範囲の均等範囲に属する変形や変更は、全て本発明の範囲内のものである。

30

【0224】


また、この出願は、2012年9月26日に日本で出願された特願2012-212419に基づく優先権を請求する。これに言及することにより、その全ての内容は本出願に組み込まれるものである。

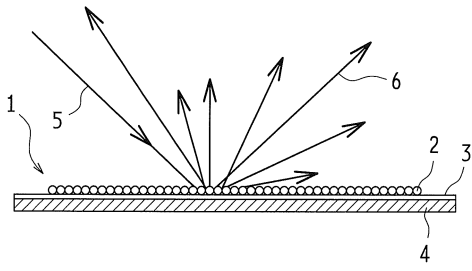
【符号の説明】

【0225】

40

- 1 試験片
- 2 樹脂粒子
- 3 両面テープ
- 4 隠蔽紙
- 5 入射光 (-45°)
- 6 反射光

【 1】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I
<i>C 0 9 D</i> 201/00	(2006.01)	<i>C 0 9 D</i> 201/00
<i>C 0 9 D</i> 7/12	(2006.01)	<i>C 0 9 D</i> 7/12
<i>C 0 9 D</i> 133/04	(2006.01)	<i>C 0 9 D</i> 133/04
<i>A 6 1 K</i> 8/81	(2006.01)	<i>A 6 1 K</i> 8/81
<i>A 6 1 Q</i> 1/02	(2006.01)	<i>A 6 1 Q</i> 1/02
<i>A 6 1 Q</i> 1/12	(2006.01)	<i>A 6 1 Q</i> 1/12

審査官 岡 崎 忠

- (56) 参考文献 特開 2 0 0 2 - 2 6 5 5 2 9 (J P , A)
 特開 2 0 0 4 - 0 9 9 7 0 0 (J P , A)
 特開 2 0 0 5 - 1 5 4 5 8 5 (J P , A)
 特開 2 0 0 9 - 0 1 3 1 1 1 (J P , A)
 特開 2 0 0 9 - 0 1 3 2 8 1 (J P , A)
 特開 2 0 0 4 - 2 3 8 2 4 5 (J P , A)

(58) 調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 8 F 2 / 0 0 - 2 / 6 0
 2 0 / 0 0 - 2 0 / 7 0
A 6 1 K 8 / 0 0 - 8 / 9 9
A 6 1 Q 1 / 0 0 - 1 / 1 4
C 0 8 K 7 / 0 0 - 7 / 2 8
C 0 8 L 3 3 / 0 0 - 3 3 / 2 6
 1 0 1 / 0 0 - 1 0 1 / 1 4
C 0 9 D 7 / 0 0 - 7 / 1 4
 1 3 3 / 0 0 - 1 3 3 / 2 6
 2 0 1 / 0 0 - 2 0 1 / 1 0