

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
 【部門区分】第 3 部門第 2 区分
 【発行日】平成 18 年 2 月 23 日 (2006.2.23)

【公開番号】特開 2005-154279 (P2005-154279A)
 【公開日】平成 17 年 6 月 16 日 (2005.6.16)
 【年通号数】公開・登録公報 2005-023
 【出願番号】特願 2003-390463 (P2003-390463)
 【国際特許分類】

A 6 1 K 8/00 (2006.01)
A 6 1 Q 1/00 (2006.01)
A 6 1 K 8/19 (2006.01)
A 6 1 K 8/55 (2006.01)
A 6 1 K 8/58 (2006.01)
A 6 1 K 8/02 (2006.01)

【F I】

A 6 1 K 7/02 Z
 A 6 1 K 7/00 B
 A 6 1 K 7/00 E
 A 6 1 K 7/00 L

【手続補正書】

【提出日】平成 18 年 1 月 5 日 (2006.1.5)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

多孔質球状粉体の光学特性の改質法であって、前記多孔質球状粉体より屈折率の高い少なくとも 2 種の表面処理剤で、屈折率の低いものから高い順になるように、順次処理することを特徴とする、改質法。

【請求項 2】

前記多孔質球状粉体がシリカであることを特徴とする、請求項 1 に記載の改質法。

【請求項 3】

前記表面処理剤が、ジフェニルジメトキシシラン及び / 又はフェニルトリメトキシシランであることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の改質法。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 の何れか 1 項に記載の改質法によって製造される、表面から中心部に向かって行くに従って、段階的に屈折率が変化する特性を備えた表面処理多孔質球状粉体。

【請求項 5】

透明感とソフトフォーカス効果を有することを特徴とする、請求項 4 に記載の表面処理多孔質球状粉体。

【請求項 6】

請求項 4 又は 5 に記載の表面処理多孔質球状粉体を含有することを特徴とする、化粧品

。

【請求項 7】

メイクアップ化粧品であることを特徴とする、請求項 6 に記載の化粧品。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0001】

本発明は、表面処理をされた多孔質球状粉体及びそれを含有してなる化粧料に関し、更に詳細には、前記多孔質球状粉体より屈折率の高い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の低いものから高い順になるように、順次処理する改質法、前記改質法により得られる表面処理多孔質球状粉体及びそれを含有する化粧料に関する。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0002

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0002】

メイクアップ化粧料に於いて、粉体は種々の光学的効果の礎となっており、求める光学効果を発現させるために、種々の構造上の改変をする試みが為されている。特に球状粉体においては、かかる光学効果が、構造の僅かな改変により、多種に変化させることが出来るために、この様な検討は数多く為されている。又、球状粉体としては、表面構造が滑らかで均質な、ポリメタクリル酸メチルなどのポリアクリル樹脂に代表されるポリマー球状粉体と、球状シリカに代表される多孔質球状粉体が存する。これらの球状粉体の改変処置としては、例えば、多層化したり、内包化したりして、球状粉体の部位により、その構成組成を変化させ、屈折率を変化させて、ソフトフォーカス効果や、シワ隠し効果などの光学効果を得る技術（例えば、特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4、特許文献5、特許文献6を参照）或いは、表面の濡れ特性の異なる複数の球状粉体を組み合わせで配合し、経時的な色変化を防ぐ技術（例えば、特許文献7を参照）等が存する。しかしこれらの技術において、多孔質球状粉体を基体として、前記多孔質球状粉体より屈折率の高い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の低いものから高い順になるように、順次処理し、前記多孔質球状粉体の表面から、内部に向かって、多孔質球状粉体の屈折率を、段階的に低くしていくような改質方法も全く知られていない。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0003】

更に、多孔質球状粉体を基体として、前記多孔質球状粉体より屈折率の高い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の低いものから高い順になるように、順次処理し、前記多孔質球状粉体の表面から、内部に向かって、多孔質球状粉体の屈折率を、段階的に低くしていくことにより、透明感あるソフトフォーカス効果が得られることも全く知られていない。尚、ソフトフォーカス技術については、粉体の光拡散効果を利用して、シワやシミなどの肌トラブルを自然な見え方で、見えにくくする技術であるが、光拡散故に透明感が損なわれ、ツヤのない印象を形成することが避けられず、この欠点の克服技術の開発が望まれていた。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

この様な状況に鑑みて、本発明者らは、ソフトフォーカス効果の光拡散故に透明感が損なわれ、ツヤのない印象を形成することが避けられず、というこの欠点を克服し、透明感あるソフトフォーカス効果を有する粉体を求めて、鋭意研究努力を重ねた結果、基体となる多孔質球状粉体を表面処理してなる、多孔質球状粉体であって、表面処理剤として、前記基体となる多孔質球状粉体より屈折率の高い少なくとも2種を用い、屈折率の低いものから高い順になるように順次処理してなる表面処理多孔質球状粉体が、その様な特性を有していることを見出し、発明を完成させるに至った。即ち、本発明は、以下に示す技術に関するものである。

(1) 多孔質球状粉体の光学特性の改質法であって、前記多孔質球状粉体より屈折率の高い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の低いものから高い順になるように、順次処理することを特徴とする、改質法。

(2) 前記多孔質球状粉体がシリカであることを特徴とする、(1)に記載の改質法。

(3) 前記表面処理剤が、ジフェニルジメトキシシラン及び/又はフェニルトリメトキシシランであることを特徴とする、(1)又は(2)に記載の改質法。

(4) 前記(1)～(3)の何れか1項に記載の改質法によって製造される、表面から中心部に向かって行くに従って、段階的に屈折率が変化する特性を備えた表面処理多孔質球状粉体。

(5) 透明感とソフトフォーカス効果を有することを特徴とする、(4)に記載の表面処理多孔質球状粉体。

(6) 前記(4)又は(5)に記載の表面処理多孔質球状粉体を含有することを特徴とする、化粧品。

(7) メイクアップ化粧品であることを特徴とする、(6)に記載の化粧品。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

(1) 本発明の表面処理多孔質球状粉体

本発明の表面処理多孔質球状粉体は、球状の多孔質粉体であって、前記多孔質粉体より屈折率の高い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の低いものから高い順になるように、順次処理してなることを特徴とする。本発明の表面処理多孔質球状粉体の基体となる多孔質球状粉体としては、化粧品で使用されている多孔質粉体であって、球状のものであれば、特段の限定無く基体として用いることが出来る。この様な多孔質球状粉体としては、球状シリカ、球状アルミナ、球状シリカアルミナ、球状炭酸カルシウム、球状炭酸マグネシウムなどが好適に例示できる。かかる基体となる多孔質球状粉体としては、球状シリカが特に好ましい。これは光学的に透明性と拡散性とを程良く兼ね備えているためである。尚、本発明において、「球状」なる言葉は、「角を有せず表面が球面で構成されている」程度の意味であり、真球状の他、楕球状などの歪みを有する構造も許容する。かかる基体となる多孔質球状粉体の大きさとしては、平均粒径が2～10 μ mのものが好ましく、3～5 μ mのものが特に好ましい。又、粒径の分布としては単分散であることが特に好ましい。本発明の表面処理多孔質球状粉体は、かかる基体に、該基体より屈折率の高い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の低いものから高い順に順次処理してなることを特徴とするが、かかる表面処理により、基体となっている多孔質球状粉体の内側に、前記処理剤が含浸されて、処理され、基体の成分と処理剤のコンプレックスが生じる。かかるコンプレックスは、表面から基体の多孔質球状粉体の内部に向かうに従って、その構成成分を段階的に変化させている。これによって表面より内部に向かって屈折率の勾配が形成している。この様な性状を生じさせるのに必要な屈折率の差としては、基体と第一の処理剤、第一の処理剤と第二の処理剤、第nの処理剤と第n+1の処理剤の屈折率のそれぞれの差が0.015～0.35になるように設定することが好ましい。この様な屈折率に傾斜を付

すことの出来る処理剤としては、基体をシリカ（屈折率 1.45）にした場合、フェニルトリメトキシシラン（屈折率； 1.473）やジフェニルジメトキシシラン（屈折率； 1.545）等のシリル化剤などが好適に例示できる。基体をシリカ（屈折率 1.45）にして、2種の処理剤で処理する場合においては、第一の処理剤として、前記フェニルトリメトキシシランを用い、次いで、ジフェニルジメトキシシランを用いて、順次処理することが好ましい。処理量としては、基体の多孔質球状粉体に対して、それぞれ 1～10質量%処理することが好ましい。かかる処理は、塩化メチレンなどの揮発性溶剤を用いて、1～50質量%程度に希釈して、これを攪拌下含浸させ、100～200の熱風を送風し、定着させることにより、行うことが好ましい。かくして得られた表面処理多孔質球状粉体は、ソフトフォーカス効果の光拡散故に透明感が損なわれ、ツヤのない印象を形成することが避けられない欠点を克服し、透明感あるソフトフォーカス効果を有している。かかる本発明の表面処理多孔質球状粉体を化粧料に含有させ、前記の特性を発現させるためには、本発明の表面処理多孔質球状粉体を、化粧料に対して、1～20質量%、より好ましくは2～10質量%含有させることが好ましい。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

(2) 本発明の多孔質球状粉体の改質法

本発明の多孔質球状粉体の改質法は、前記の原理を利用したものであり、多孔質球状粉体の光学特性の改質法であって、前記多孔質球状粉体より屈折率の高い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の低いものから高い順になるように、順次処理することを特徴とする。このような処理により、前記基体となる多孔質球状粉体に、表面から中心部に向かって行くに従って、段階的に屈折率が変化する特性を付与することが出来る。処理は前記の方法に従えばよい。かくして得られた処理粉体は、光学効果として、ソフトフォーカス効果の光拡散故に透明感が損なわれ、ツヤのない印象を形成することが避けられない欠点を克服し、透明感あるソフトフォーカス効果を付与されている。ここで、このような改質法を用いることにより、従来技術のように樹脂を重層させなければ製造できなかった、球体の内部と表面で屈折率の異なる球状粉体が容易に製造できる。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0010】

(3) 本発明の化粧料

本発明の化粧料は、前記本発明の表面処理多孔質球状粉体を含有することを特徴とする。かかる表面処理多孔質球状粉体を含有することにより、この粉体の有する「透明感を有するソフトフォーカス効果」を発現する特性を利用して、使用者にチタンマイカなどとは異なり、透明感ある色つやを付与し、シワなどを目立たさせずに、生き生き見せる光学的效果を発揮する。本発明の化粧料としては、特段その適用する種類は限定されないが、かかる効果を効率的に発現させる意味で、メイクアップ化粧料に適用することが好ましく、中でも、白粉、プレストパウダー、仕上げ白粉、パウダーファンデーション、ツーウェイケーキなどの最外部に適用される化粧料に応用することが好ましい。本発明の表面処理多孔質球状粉体は、仕上がりが極めて自然であるため、クリームや乳液などに含有させて、色つやの向上のために用いることも好ましい。このような場合には、含有量を1～5質量%程度にしておくことが好ましい。本発明の化粧料に於いては、必須成分である本発明の表面処理多孔質球状粉体以外に、通常化粧料で使用される任意成分を含有することが出来る。

。この様な任意成分としては、例えば、マカデミアナッツ油、アボガド油、トウモロコシ油、オリーブ油、ナタネ油、ゴマ油、ヒマシ油、サフラワー油、綿実油、ホホバ油、ヤシ油、パーム油、液状ラノリン、硬化ヤシ油、硬化油、モクロウ、硬化ヒマシ油、ミツロウ、キャンデリラロウ、カルナウバロウ、イボタロウ、ラノリン、還元ラノリン、硬質ラノリン、ホホバロウ等のオイル、ワックス類、流動パラフィン、スクワラン、プリスタン、オゾケライト、パラフィン、セレシン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス等の炭化水素類、オレイン酸、イソステアリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸等の高級脂肪酸類、セチルアルコール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、オクチルドデカノール、ミリスチルアルコール、セトステアリルアルコール等の高級アルコール等、イソオクタ酸セチル、ミリスチン酸イソプロピル、イソステアリン酸ヘキシルデシル、アジピン酸ジイソプロピル、セバチン酸ジ - 2 - エチルヘキシル、乳酸セチル、リンゴ酸ジイソステアリル、ジ - 2 - エチルヘキサン酸エチレングリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、ジ - 2 - ヘプチルウンデカン酸グリセリン、トリ - 2 - エチルヘキサン酸グリセリン、トリ - 2 - エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ - 2 - エチルヘキサン酸ペンタンエリトリット等の合成エステル油類、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジフェニルポリシロキサン等の鎖状ポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサンシロキサン等の環状ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサン、ポリエーテル変性ポリシロキサン、アルキル変性ポリシロキサン、フッ素変性ポリシロキサン等の変性ポリシロキサン等のシリコーン油等の油剤類、脂肪酸セッケン（ラウリン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム等）、ラウリル硫酸カリウム、アルキル硫酸トリエタノールアミンエーテル等のアニオン界面活性剤類、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ベンザルコニウム、ラウリルアミンオキサイド等のカチオン界面活性剤類、イミダゾリン系両性界面活性剤（2 - ココイル - 2 - イミダゾリニウムヒドロキサイド - 1 - カルボキシエチロキシ2ナトリウム塩等）、ベタイン系界面活性剤（アルキルベタイン、アミドベタイン、スルホベタイン等）、アシルメチルタウリン等の両性界面活性剤類、ソルビタン脂肪酸エステル類（ソルビタンモノステアレート、セスキオレイン酸ソルビタン等）、グリセリン脂肪酸類（モノステアリン酸グリセリン等）、プロピレングリコール脂肪酸エステル類（モノステアリン酸プロピレングリコール等）、硬化ヒマシ油誘導体、グリセリンアルキルエーテル、POEソルビタン脂肪酸エステル類（POEソルビタンモノオレート、モノステアリン酸ポリオキエチレンソルビタン等）、POEソルビット脂肪酸エステル類（POE - ソルビットモノラウレート等）、POEグリセリン脂肪酸エステル類（POE - グリセリンモノイソステアレート等）、POE脂肪酸エステル類（ポリエチレングリコールモノオレート、POEジステアレート等）、POEアルキルエーテル類（POE 2 - オクチルドデシルエーテル等）、POEアルキルフェニルエーテル類（POEノニルフェニルエーテル等）、プルロニック型類、POE・POPアルキルエーテル類（POE・POP 2 - デシルテトラデシルエーテル等）、テトロニック類、POEヒマシ油・硬化ヒマシ油誘導体（POEヒマシ油、POE硬化ヒマシ油等）、ショ糖脂肪酸エステル、アルキルグルコシド等の非イオン界面活性剤類、ポリエチレングリコール、グリセリン、1, 3 - ブチレングリコール、エリスリトール、ソルビトール、キシリトール、マルチトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ジグリセリン、イソブレングリコール、1, 2 - ペンタンジオール、2, 4 - ヘキシレングリコール、1, 2 - ヘキサンジオール、1, 2 - オクタンジオール等の多価アルコール類、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸、乳酸ナトリウム等の保湿成分類、グアガム、クインスシード、カラギーナン、ガラクトン、アラビアガム、ペクチン、マンナン、デンプン、キサンタンガム、カードラン、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、コンドロイチン硫酸、デルマトン硫酸、グリコーゲン、ヘパラン硫酸、ヒアルロン酸、ヒアルロン酸ナトリウム、トラガントガム、ケラタン硫酸、コンドロイチン、ムコイチン硫酸

、ヒドロキシエチルグアガム、カルボキシメチルグアガム、デキストラン、ケラト硫酸、ローカストビーンガム、サクシノグルカン、カロニン酸、キチン、キトサン、カルボキシメチルキチン、寒天、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチレングリコール、ペントナイト等の増粘剤、表面を処理されていても良い、マイカ、タルク、カオリン、合成雲母、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、無水ケイ酸（シリカ）、酸化アルミニウム、硫酸バリウム等の粉体類、表面を処理されていても良い、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、酸化コバルト、群青、紺青、酸化チタン、酸化亜鉛の無機顔料類、表面を処理されていても良い、雲母チタン、魚鱗箔、オキシ塩化ビスマス等のパール剤類、レーキ化されていても良い赤色 202 号、赤色 228 号、赤色 226 号、黄色 4 号、青色 404 号、黄色 5 号、赤色 505 号、赤色 230 号、赤色 223 号、橙色 201 号、赤色 213 号、黄色 204 号、黄色 203 号、青色 1 号、緑色 201 号、紫色 201 号、赤色 204 号等の有機色素類、ポリエチレン末、ポリメタクリル酸メチル、ナイロン粉末、オルガノポリシロキサンエラストマー等の有機粉体類、パラアミノ安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸系紫外線吸収剤、桂皮酸系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、糖系紫外線吸収剤、2 - (2' - ヒドロキシ - 5' - t - オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、4 - メトキシ - 4' - t - ブチルジベンゾイルメタン等の紫外線吸収剤類、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール類、ビタミン A 又はその誘導体、ビタミン B6 塩酸塩、ビタミン B6 トリパルミテート、ビタミン B6 ジオクタノエート、ビタミン B2 又はその誘導体、ビタミン B12、ビタミン B15 又はその誘導体等のビタミン B 類、 α -トコフェロール、 β -トコフェロール、 γ -トコフェロール、ビタミン E アセテート等のビタミン E 類、ビタミン D 類、ビタミン H、パントテン酸、パンテチン、ピロロキノリンキノン等のビタミン類などが好ましく例示できる。本発明の化粧料は、これら必須成分と任意成分とを常法に従って処理することにより、製造することが出来る。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

< 実施例 1 >

平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ のシリカ（単分散）100 質量部に、第一の処理としてフェニルトリメトキシシラン 5 質量部を 50 質量部の塩化メチレンに溶解した溶液をヘンシェルミキサーで攪拌下噴霧し、200 で 24 時間加熱して固着させた。これに更に、第二の処理として、ジフェニルジメトキシシラン 5 質量部を 50 質量部の塩化メチレンに溶解した溶液をヘンシェルミキサーで攪拌下噴霧し、200 で 24 時間加熱して固着させ、本発明の表面処理多孔質球状粉体 1 を得た。平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ のシリカ（単分散）100 質量部を、フェニルトリメトキシシラン 10 質量部で同様に処理した比較例 1、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ のシリカ（単分散）100 質量部を、ジフェニルジメトキシシラン 10 質量部で同様に処理した比較例 2、第一の処理剤としてジフェニルジメトキシシラン 5 質量部を用いて処理し、しかる後にフェニルトリメトキシシラン 5 質量部を用いて処理した比較例 3 も同様に作成した。これらの粉体及び基体となっている粉体（対照例 1）とともに、ソフトフォーカス効果と透明感を評価した。評価はモデルを用いて、頬部に 2 mm の円を茶色の油性フェルトペンで描き、ここにそれぞれの粉体を 2 mm の毛足のパフを用いて軽く塗布し、円の見えにくさよりソフトフォーカス効果を、見た目の透明感より透明感付与効果を専門パネラー 5 名で判定した。判定は、スコア 0：効果を感じない、スコア 1：効果をやや感じる、スコア 2：効果を認知できる、スコア 3：効果を明確に感じる、スコア 4：効果を著しく感じるの基準に従って行った。結果を出現例数として表 1 に示す。これより、本発明の表面処理多孔質球状粉体 1 は、優れたソフトフォーカス効果を有しながら、透明感付与効果にも優れることが判る。