

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2020年1月2日(02.01.2020)



(10) 国際公開番号

WO 2020/003876 A1

(51) 国際特許分類:

A61K 8/892 (2006.01) A61K 8/89 (2006.01)
A61K 8/04 (2006.01) A61Q 1/10 (2006.01)
A61K 8/19 (2006.01) A61Q 19/00 (2006.01)
A61K 8/64 (2006.01) C09C 1/00 (2006.01)
A61K 8/73 (2006.01) C09C 1/62 (2006.01)
A61K 8/81 (2006.01) C09C 3/08 (2006.01)
A61K 8/85 (2006.01) C09C 3/10 (2006.01)
A61K 8/87 (2006.01) C09C 3/12 (2006.01)
A61K 8/88 (2006.01)

井田町人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内 Gunma (JP), 赤羽 絵美(AKABANE Emi); 〒3790224 群馬県安中市松井田町人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内 Gunma (JP), 田中 寿樹(TANAKA Toshiki); 〒3790224 群馬県安中市松井田町人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内 Gunma (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2019/021502

(22) 国際出願日: 2019年5月30日(30.05.2019)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2018-120538 2018年6月26日(26.06.2018) JP

(71) 出願人: 信越化学工業株式会社 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目6番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 森谷 浩幸 (MORIYA Hiroyuki); 〒3790224 群馬県安中市松井田町人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内 Gunma (JP). 入船 真治 (IRIFUNE Shinji); 〒3790224 群馬県安中市松

(74) 代理人: 好宮 幹夫, 外 (YOSHIMIYA Mikio et al.); 〒1100005 東京都台東区上野7丁目6番11号 第一下谷ビル8F Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

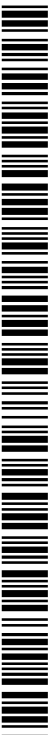
(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS,

(54) Title: DISPERSIBLE POWDER

(54) 発明の名称: 分散性粉体

(57) Abstract: The present invention provides a dispersible powder comprising a powder that has been treated using a surface treatment agent. The dispersible powder is characterized by: the surface treatment agent being selected from organopolysilixane surfactants having a weight average molecular weight of 300 - 20,000; the organopolysilixane surfactants having, as a hydrophilic group, at least one organic group selected from a glycerine group, an amino group, a carboxyl group, and sugar residues; the weight ratio between the hydrophilic group and the total organopolysilixane surfactant being no more than 4.0, when the hydrophilic group is 1; and not having a polyoxyalkylene group. As a result, a dispersible powder can be provided that has excellent dispersibility in aqueous media and oil and high dispersion stability.

(57) 要約: 本発明は、粉体を表面処理剤で処理してなる分散性粉体であって、前記表面処理剤が、重量平均分子量300~20000のオルガノポリシロキサン界面活性剤から選択される表面処理剤であり、前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基としてグリセリン基、アミノ基、カルボキシル基、糖残基から選択される有機基を少なくとも1つ有し、前記親水性基と前記オルガノポリシロキサン界面活性剤全体の重量比は前記親水性基を1とした場合、4.0以下であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないことを特徴とする分散性粉体である。これにより、水系媒体や油剤への分散性に優れ、分散安定性が高い分散性粉体を提供する。



WO 2020/003876 A1

MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

- 一 国際調査報告（条約第21条(3)）

明 細 書

発明の名称：分散性粉体

技術分野

[0001] 本発明は、分散性粉体、その製造方法、及び前記分散性粉体を含む化粧料に関する。

背景技術

[0002] 従来から粉体の分散性の向上や組成物に配合した場合の応用が検討されている。

[0003] 例えば、粉体の表面処理によって水系媒体や油剤への分散性を向上させることが検討されている。特許文献1にはシルセスキオキサン粒子にポリオキシアルキレン基を持つシリコーンを処理することによって、シリコーン油への分散性が向上したことが記載されているが、水系媒体への分散については記載されていない。また、組成物、特に化粧品組成物に配合した場合の効果、有用性については記載されていない。

[0004] また、特許文献2には、ポリオキシアルキレン基を持つシラン化合物で顔料表面を親水処理する方法が記載されているが、表面親水性が高くなりすぎため、粉が凝集したり、化粧料への配合時に塗布時の感触が悪くなる問題があった。

[0005] さらに、特許文献3、4には、高HLBの界面活性剤と粉体を含む水性メイク化粧料が記載されており、化粧組成物中でこれらを混合して化粧料としているが、このような方法では粉同士の凝集が抑えられないため、塗布時のおさまり、のびが悪くなる等の問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開平1-266141号公報

特許文献2：特開2003-26958号公報

特許文献3：特開2001-220319号公報

特許文献4：特開2001-114649号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであって、水系媒体や油剤への分散性に優れ、分散安定性が高い分散性粉体及びその製造方法を提供することを目的とする。また、前記分散性粉体を配合した、化粧膜が均一であり、塗布時のおさまりが良く、のび、密着性、使用感が良い化粧料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

[0008] 上記課題を解決するために、本発明によれば、粉体を表面処理剤で処理してなる分散性粉体であって、前記表面処理剤が、重量平均分子量300～20000のオルガノポリシロキサン界面活性剤から選択される表面処理剤であり、前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基としてグリセリン基、アミノ基、カルボキシル基、糖残基から選択される有機基を少なくとも1つ有し、前記親水性基と前記オルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比は前記親水性基を1とした場合、4.0以下であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないことを特徴とする分散性粉体を提供する。

[0009] 本発明の分散性粉体であれば、水系媒体や油剤への分散性に優れ、分散安定性が高いものとなる。

[0010] 前記粉体がシリコーンパウダー、ポリアミドパウダー、ポリアクリル酸・アクリル酸エステルパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロースパウダー、シルクパウダー、ナイロンパウダー、無機粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料から選択されることが好ましい。

[0011] このような粉体を用いると分散性に優れた粉体が得られる。

[0012] また、前記粉体が疎水性の粉体であり、平均粒子径が200 μ m以下であ

ることが好ましい。

[0013] このような疎水性粉体を用いることによって粉体の分散性が優れ、分散安定性が高く、化粧品に配合した場合の使用感が良くなる。

[0014] この場合、前記疎水性の粉体が、シリコーン、フッ素化合物、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、N-アシル化アミノ酸、金属石鹼から選択される処理により表面疎水化されたものであることであることが好ましい。

[0015] このような粉体を用いることによって分散性が優れ、分散安定性が高く、化粧品に配合した場合の使用感が一層良くなる。

[0016] また、前記粉体を前記オルガノポリシロキサン界面活性剤で処理する際に、60℃以上180℃未満で熱処理を行うことを特徴とする本発明の分散性粉体の製造方法も提供する。

[0017] 本発明の分散性粉体の製造方法であれば、前記粉体を前記表面処理剤で処理する際、60℃以上180℃未満で熱処理を行うことによって、分散性が優れ、分散安定性が高く、化粧品に配合した場合、化粧膜が均一であり、塗布時のおさまりが良く、のび、密着性、使用感が良い化粧品となる分散性粉体を製造することができる。

[0018] さらに、本発明の分散性粉体を含む化粧品も提供する。

[0019] 本発明の分散性粉体を含む化粧品であれば、従来の問題を解決し、分散性が優れ、分散安定性が高く、化粧膜が均一であり、塗布時のおさまりが良く、のび、密着性、使用感が良くなる。

発明の効果

[0020] 本発明の分散性粉体は、分散性が優れ、分散安定性が高く、化粧品に配合した場合、化粧膜が均一であり、塗布時のおさまりが良く、のび、密着性、使用感が良くなる。

発明を実施するための形態

[0021] 上記のように、分散性の処理粉体であって、従来処理粉体よりも分散性が優れ、分散安定性が高く、化粧品に配合した場合、化粧膜が均一であり、

塗布時のおさまりが良く、のび、密着性、使用感が良い化粧料が求められている。

[0022] 本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、特定の分子量で特定の親水性基を有するオルガノポリシロキサン界面活性剤で処理された粉体が分散性、分散安定性に優れたものとなることを見出した。このような処理粉体が化粧料に添加されたことはこれまでなかった。

[0023] すなわち、本発明は、粉体を表面処理剤で処理してなる分散性粉体であって、前記表面処理剤が、重量平均分子量300～20000のオルガノポリシロキサン界面活性剤から選択される表面処理剤であり、前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基としてグリセリン基、アミノ基、カルボキシル基、糖残基から選択される有機基を少なくとも1つ有し、前記親水性基と前記オルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比は前記親水性基を1とした場合、4.0以下であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないことを特徴とする分散性粉体である。

[0024] 以下、本発明について詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0025] 本発明の分散性粉体は、粉体を表面処理剤で処理してなる分散性粉体である。以下、本発明の分散性粉体について説明する。

[0026] [粉体]

表面処理剤で処理して本発明の分散性粉体とするための粉体（以下、「原料粉体」ともいう）は、特に限定されないが、シリコーンパウダー、ポリアミドパウダー、ポリアクリル酸・アクリル酸エステルパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロースパウダー、シルクパウダー、ナイロンパウダー、無機粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料から選択されることが好ましい。このような原料粉体を用いると分散性に優れた粉体を得

られる。

[0027] シリコンパウダーとしてはポリアルキルシルセスキオキサン、もしくはポリアリールシルセスキオキサン、例えば市販品としてはKMP-590、591（信越化学工業社製）、MSP-150（日興リカ社製）、シリコンエラストマーパウダー、例えば市販品としてはKMP-597、598（信越化学工業社製）、シリコン複合パウダー、シリコンエラストマーパウダーにポリアルキルシルセスキオキサンで処理したもの例えば市販品としてはKSP-100、101、105、300、411、441、金平糖状シリコンパウダー、例えば市販品としてはNH-LAS06、NH-KB04、SilcrustaMK03（日興リカ社製）。シリコンパウダーは球状、不定形であってもよく、凹みがある形状、お椀状であっても良い。

[0028] その他の高分子粉体としては、ポリアミドパウダー、ポリアクリル酸・アクリル酸エステルパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロースパウダー、シルクパウダー、ナイロンパウダーが挙げられるが、これらに特に限定されることはなく、好ましくはポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、ポリアミドパウダーである。

[0029] 無機粉体としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、

ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ、シリル化シリカが挙げられる。

[0030] 有色顔料としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、 γ -酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した合成樹脂粉体顔料等が挙げられる。

[0031] パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等、金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、銅パウダー、ステンレスパウダー等が挙げられる。

[0032] [疎水性粉体]

本発明で使用される原料粉体は表面が疎水性であることが好ましい。疎水性とは水へ分散しないことを意味している。原料粉体表面が最初から疎水性であるものはそのまま使用してもよく、必要に応じて以下の疎水化処理がされたものを使用しても構わない。疎水性の粉体であることによって、化粧膜の均一性、塗布時のおさまり、密着性がよくなる。また前記粉体の平均粒子径が $200\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。前記粉体を構成する粒子は、その形状（球状、針状、板状等）、粒子構造（多孔質、無孔質等）は特に限定されない。また、平均粒子径が $200\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、より好ましくは $100\mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $50\mu\text{m}$ 以下である。平均粒子径の下限は特に限定されないが、例えば $1\mu\text{m}$ 以上とすることができる。なお、本明細書において平均粒子径は、体積平均粒子径であり、レーザー散乱法などにより測定することができる。

[0033] [疎水化処理]

本発明では、原料粉体がシリコーン、フッ素化合物、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、N-アシル化アミノ酸、金属石鹼から選択される処理により表面疎水化されたものであることが好ましい。特に無機粉体、有色顔料、パール顔料に関しては、表面が親水性であるため、シリコーン、フッ素化合物、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、N-アシル化アミノ酸、金属石鹼から選択される処理をしたものを使用することが好ましい。

[0034] 疎水化処理は、公知の疎水化処理剤及び公知の疎水化処理方法を用いれば良く、乾式処理、湿式処理等を行うことができる。疎水化処理剤の具体例としては、メチルヒドロジェンポリシロキサン、環状シリコーン、片末端、両末端、または側鎖トリアルコキシ基変性オルガノポリシロキサン等のシリコーン系化合物、パーフルオロアルキルリン酸エステル、パーフルオロアルキルアルコキシシラン等のフッ素系化合物、アルキルトリアルコキシシラン等のシランカップリング剤、長鎖アルコキシチタン等のチタンカップリング剤、ラウロイルリジン等のアシル化アミノ酸、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸亜鉛等の金属石鹼などが挙げられる。中でも、シリコーン、フッ素化合物、シランカップリング剤がより好ましい。

[0035] [表面処理剤]

本発明の分散性粉体は上記のような原料粉体を表面処理剤で処理してなるものである。本発明では、表面処理剤として特定のオルガノポリシロキサン界面活性剤を用いることを特徴とする。

[0036] なお、上記のように原料粉体は、既に疎水化処理等が行われていてもよく、ここで用いられる表面処理剤は、そのような原料粉体の上になされる表面処理に用いられるものである。

[0037] 前記オルガノポリシロキサン界面活性剤の重量平均分子量が300~20000であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さない。前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は重量平均分子量が300~20000であり、好

ましくは400～10000であり、より好ましくは400～5000である。本発明では、界面活性剤の重量平均分子量が上記範囲にあることによって粉体に良く吸着し、分散性の高い粉体を得られる。一方、重量平均分子量が300未満の低分子量のオルガノポリシロキサン界面活性剤は刺激性等の懸念があり、重量平均分子量が20000を超えると粉体に吸着しにくく分散性の高い粉体を得ることが困難となる。

[0038] そして、本発明では、前記オルガノポリシロキサン界面活性剤がポリオキシアルキレン基を有さないため、分散性の高い粉体を得られる。一方、オルガノポリシロキサン界面活性剤がポリオキシアルキレン基を有すると、表面親水性が高くなりすぎるため、粉が凝集したり、化粧品への配合した場合に塗布時の感触が悪くなったりする問題が生じる。

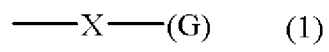
[0039] さらに、前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基としてグリセリン基、アミノ基、カルボキシル基、糖残基から選択される有機基を少なくとも1つ有し、前記親水性基と前記オルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比は前記親水性基を1とした場合、4.0以下であることを必須の条件とする。前記重量比が4.0を超えると親水性と疎水性のバランスが崩れるため分散性の優れた粉体を得ることができない。前記重量比の下限は特に限定されないが、例えば1.0以上とするができる。

[0040] グリセリン基を持つオルガノポリシロキサン（以下、「グリセリン変性オルガノポリシロキサン」ともいう）界面活性剤の化学構造としてはグリセリン基があれば特に限定されることはなく、シロキサン分岐、架橋部位を有していても良い。ケイ素と結合するグリセリン基は下記（1）式で表される。

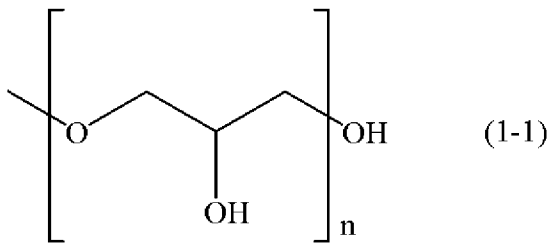
（1）式中、Xは酸素原子を有していても良い炭素数3～14の二価の炭化水素基であり、Gはグリセリン基を表す。Gとしては下記（1-1）～（1-5）に示す基から選択され、nは1～5である。親水性と疎水性のバランスの面から（1）式のグリセリン基（親水性基）とオルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比はグリセリン基を1とした場合、4.0以下である。

[0041]

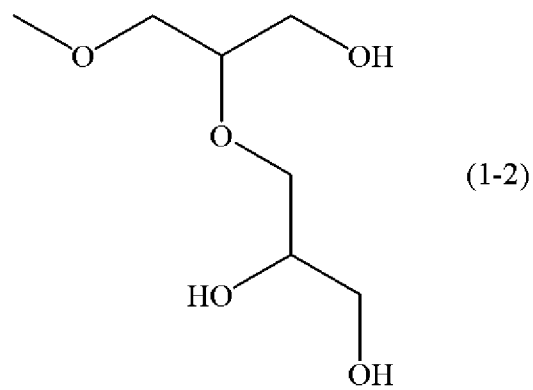
[化1]



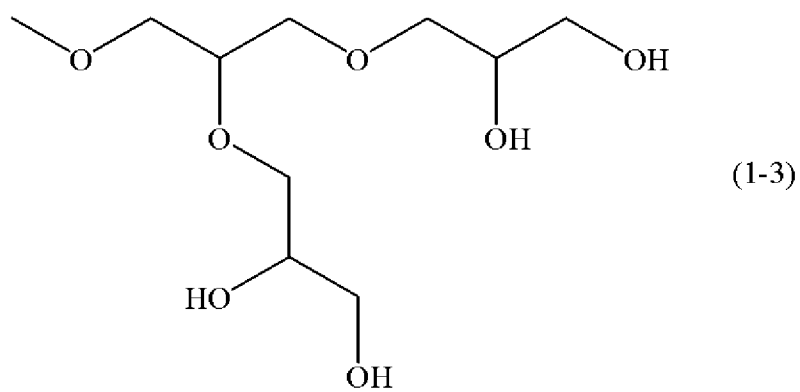
[化2]



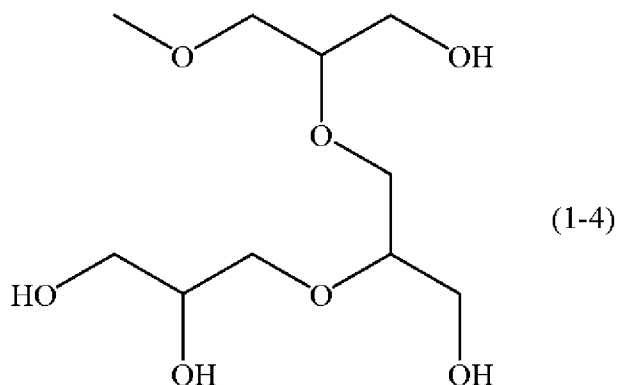
[化3]



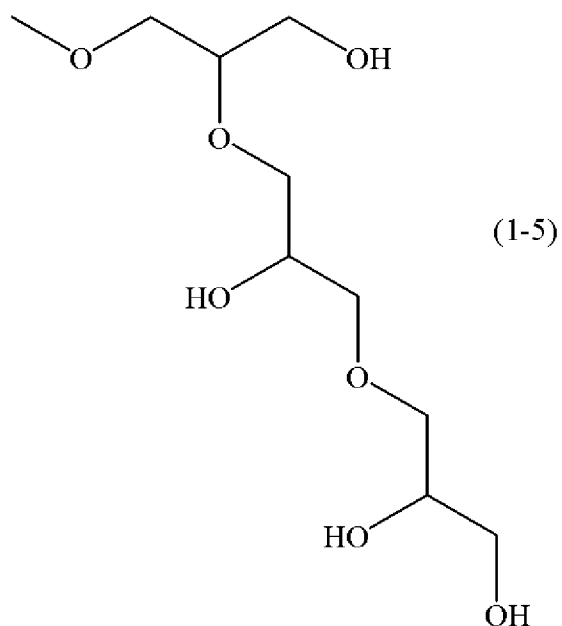
[0042] [化4]



[化5]

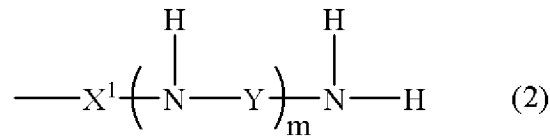


[0043] [化6]



[0044] アミノ基を持つオルガノポリシロキサン（以下、「アミノ変性オルガノポリシロキサン」ともいう）界面活性剤の化学構造としてはアミノ基があれば特に限定されることはなく、ケイ素と結合するアミノ基は下記（2）式で表される。（2）式中、X¹は炭素数2～8の二価の炭化水素基であり、Yは炭素数2～6の二価の炭化水素基であり、mは0～3である。親水性と疎水性のバランスの面から（2）式のアミノ基（親水性基）とオルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比はアミノ基を1とした場合、4.0以下である。

[化7]



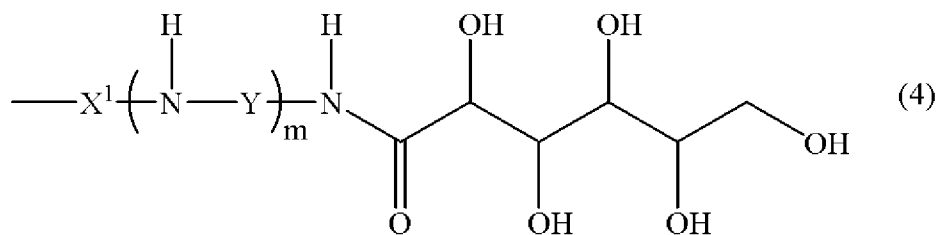
[0045] カルボキシル基を持つオルガノポリシロキサン（以下、「カルボキシル変性オルガノポリシロキサン」ともいう）界面活性剤の化学構造としてシロキサン側鎖にカルボキシル基があれば特に限定されることはなく、ケイ素と結合するカルボキシル基は下記（3）式で表される。（3）式中、 X^2 は炭素数3～12の二価の炭化水素基であり、親水性と疎水性のバランスの面から（3）式のカルボキシル基（親水性基）とオルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比はカルボキシル基を1とした場合、4.0以下である。

[化8]



[0046] 糖残基を持つオルガノポリシロキサン（以下、「糖変性オルガノポリシロキサン」ともいう）界面活性剤の化学構造として糖残基があれば特に限定されることはなく、ケイ素と結合する糖残基は下記（4）式で表される。（4）式中、 X^1 は炭素数2～8の二価の炭化水素基であり、 Y は炭素数2～6の二価の炭化水素基であり、 m は0～3である。親水性と疎水性のバランスの面から（4）式の糖残基（親水性基）とオルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比は糖残基を1とした場合、4.0以下である。

[化9]



[0047] 原料粉体と前記オルガノポリシロキサン界面活性剤との比率は重量比で粉体100に対して界面活性剤0.1～20が好ましい。より好ましくは0.

5～10である。上記重量比であれば、分散性に優れた分散性粉体を得ることができる。

[0048] これらの界面活性剤の中では、水系媒体や油剤への分散性、分散安定性、化粧料に配合した場合の化粧膜の均一性、塗布時のおさまり、のび、密着性、使用感の観点から、グリセリン変性オルガノポリシロキサン界面活性剤が特に好ましい。

[0049] [分散性粉体の製造方法]

本発明の分散性粉体の製造方法は、前記原料粉体を前記表面処理剤で処理してなる分散性粉体の製造方法であって、前記原料粉体を前記表面処理剤で処理する際に、60℃以上180℃未満で熱処理を行うことができる。前記原料粉体を前記表面処理剤（オルガノポリシロキサン界面活性剤）で処理する際、乾式処理、湿式処理等を行うことができるが、60℃以上180℃未満で熱処理を行うことが好ましい。より好ましくは80℃～120℃である。特にオルガノポリシロキサン界面活性剤は加熱することによって粘度が下がり、粉体表面によく吸着し、凝集が抑えられるため、上記熱処理を行うことが好ましい。また加熱処理時にオルガノポリシロキサン界面活性剤中のシロキサン結合の開裂による粉体表面との再結合や微量残存しているSi-H基、アルコキシシリル基による粉体表面との再結合はあっても構わない。なお、前記表面処理剤で処理する際には、必要に応じて水やアルコール類など任意成分を添加することができる。所望の分散性粉体を得るために、必要に応じて攪拌、粉砕、乾燥などの処理を行うこともできる。

[0050] また、本発明の分散性粉体の製造方法では、前記原料粉体表面が最初から疎水性であるものをそのまま使用してもよく、必要に応じて上記のように疎水化処理がされたものを使用してもよい。後者の場合には、あらかじめ疎水化処理された原料粉体をさらに前記表面処理剤で処理する。

[0051] [化粧料]

本発明は、本発明の分散性粉体を含む化粧料（以下、「本発明の化粧料」ともいう）も提供する。前記化粧料は前記分散性粉体以外に化粧品に許容さ

れる媒体を配合することができる。

[0052] 本発明の化粧品には揮発性シリコーン油、または揮発性有機油を含むことができる。揮発性シリコーン油、または揮発性有機油としては、揮発性シリコーン油はジメチルポリシロキサン（2量体、3量体、4量体、5量体）、カプリリルメチコン、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シロキサン、テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン、トリストリメチルシロキシメチルシラン、テトラキストリメチルシロキシシラン等が挙げられる。揮発性有機油としては炭化水素油やエステルでよく、 α -オレフィンオリゴマー、軽質イソパラフィン、イソドデカン、軽質流動イソパラフィン、酢酸ブチル等が挙げられる。好ましくはジメチルポリシロキサン（4量体、5量体）、カプリリルメチコン、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シロキサン、トリストリメチルシロキシメチルシラン、テトラキストリメチルシロキシシラン、軽質イソパラフィン、イソドデカン、軽質流動イソパラフィン、酢酸ブチルである。これら揮発性油剤は化粧品全体の1~98質量%、好ましくは1~50質量%、さらに好ましくは3~30質量%である。

[0053] 本発明の化粧品は上記揮発性油剤の他にも、さらに化粧品に許容される油剤を含むことができる。このような液状油剤としては、1種または2種以上のシリコーン油、炭化水素油、高級脂肪酸、エステル油や天然動植物油等の極性油、半合成油、及び／又はフッ素系油等を挙げることができる。

[0054] シリコーン油としては、不揮発性のジメチルポリシロキサン、フェニルトリメチコン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヘキシルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体等の低粘度から高粘度の直鎖或いは分岐状のオルガノポリシロキサン、テトラメチルテトラフェニルシクロテトラシロキサン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、高重合度のガム状ジメチルポリシロキサン、ガム状アミノ変性オルガノポリシロキサン、ガム状のジメチルシロ

キサラン・メチルフェニルシロキサン共重合体等のシリコーンゴム、及びシリコーンゴムやゴムの環状シロキサン溶液、トリメチルシロキシケイ酸、トリメチルシロキシケイ酸の環状オルガノポリシロキサン溶液、ステアロキシシリコーン等の高級アルコキシ変性オルガノポリシロキサン、高級脂肪酸変性オルガノポリシロキサン、アルキル変性オルガノポリシロキサン、長鎖アルキル変性オルガノポリシロキサン、フッ素変性オルガノポリシロキサン、シリコーン樹脂及びシリコーンレジン等の溶解物等が挙げられる。

[0055] 炭化水素油としては不揮発性のオゾケライト、スクワラン、合成スクワラン、植物性スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、パラフィンワックス、ポリエチレンワックス、ポリエチレン・ポリピロピレンワックス、(エチレン/プロピレン/スチレン)コポリマー、(ブチレン/プロピレン/スチレン)コポリマー、流動パラフィン、流動イソパラフィン、プリスタン、ポリイソブチレン、水添ポリイソブテン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等が挙げられる。

[0056] 高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキサエン酸(DHA)、イソステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等が挙げられ、高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル(バチルアルコール)、モノオレイルグリセリルエーテル(セラキルアルコール)等が挙げられる。

[0057] エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N

ーアルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリ-2-エチルヘキサ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エリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジオクタン酸ネオペンチルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリン酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、ラウロイルサルコシンイソプロピルエステル、リンゴ酸ジイソステアリン酸等が挙げられる。グリセライド油としては、アセトグリセリル、トリイソオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、モノステアリン酸グリセリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリル、トリミリスチン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル等が挙げられる。

[0058] また、天然動植物油類及び半合成油として、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カポックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、精製キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サ

フラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、スクワラン、スクワレン、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシック油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、水添ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、メドウフォーム油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、酢酸ラノリンアルコール、ラノリン脂肪酸イソプロピル、卵黄油等が挙げられる。

- [0059] フッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられる。
- [0060] 本発明の化粧料に許容される揮発性油剤以外の油剤の配合量は化粧料の剤系によっても異なるが、化粧料全体の1～98質量%、好ましくは1～50質量%の範囲が好適である。
- [0061] 本発明の化粧料は、さらに1種または2種以上の紫外線吸収成分を含むことができる。これにより、本発明の化粧料は使用感良好で使用性及び持続性に優れる上、紫外線を吸収することのできる化粧料となる。紫外線吸収成分としては、紫外線吸収剤及び紫外線散乱剤が包含される。紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤、4-t-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン等のジベンゾイルメタン系紫外線吸収剤等が例示される。また、先に述べた紫外線吸収性の官能基を備えるシリコーン誘導体を用いてもよい。紫外線吸収散乱剤としては、微粒子酸化チタ

ン、微粒子鉄含有酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム及びそれらの複合体等、紫外線を吸収散乱する粉体が挙げられる。これらのうち、ケイ皮酸系紫外線吸収剤、ジベンゾイルメタン系紫外線吸収剤、酸化チタン、及び酸化亜鉛が好ましい。

[0062] 本発明の化粧料は、水を配合することができる。

[0063] 本発明の化粧料は、本発明の分散性粉体に含まれる界面活性剤以外にさらに1種または2種以上の界面活性剤を含むことができる。これにより、本発明の化粧料は使用目的に応じて、より使用性にすぐれた化粧料となる。界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の界面活性剤があるが、前記化粧料に含まれる界面活性剤は特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。

[0064] 具体的に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合物塩、アルカンスルホン酸塩、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、ホルマリン縮合系スルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリン酸塩、N-アシル乳酸塩、N-アシルサルコシン塩、N-アシルアミノ酸系活性剤等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等が挙げられる。

[0065] 非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂

脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、シヨ糖脂肪酸エステル、メチルグルコシド脂肪酸エステル、アルキルポリグルコシド、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピ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、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステロールエーテル、直鎖或いは分岐状ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリグリセリン変性オルガノポリシロキサン、直鎖或いは分岐状ポリグリセリン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等が挙げられる。

[0066] 両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体、アミドアミン型等が挙げられる。

[0067] これらの界面活性剤の中でも、分子中にポリオキシエチレン鎖を有する直鎖或いは分岐状のオルガノポリシロキサン、分子中にポリグリセリン鎖を有する直鎖或いは分岐状のオルガノポリシロキサン、或いはそれぞれのアルキル共変性オルガノポリシロキサンである界面活性剤が好ましい。市販品としては、特に限定されるものではないが、KF-6011、KF-6011P、KF-6043、KF-6012、KF-6013、KF-6015、KF-6016、KF-6017、KF-6028、KF-6028P、KF-6038、KF-6100、KF-6104、KF-6105（何れも信越化学工業（株）製）等がある。また、HLBが2～10である界面活性剤が好ましく、配合量は、化粧品全体の0.1～20質量%であることが好ま

しく、特に0.2～10質量%の範囲が好適である。

[0068] 本発明の化粧料は、さらに1種または2種以上の分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を含んでも良い。かかる化合物としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等があり、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等のステロール、ブチレングリコール、プロピレングリコール、ジブチレングリコール、ペンチレングリコール等の多価アルコール等があるが、通常は水溶性一価のアルコール、水溶性多価アルコールが多く用いられる。分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物の配合量は、化粧料全体の98質量%以下の範囲が好適である。

[0069] 本発明の化粧料は、さらに1種または2種以上の親水性基を有しない架橋型オルガノポリシロキサン重合体と液状油剤からなる組成物を含んでも良い。該架橋型オルガノポリシロキサン重合体は、アルキルヒドロジェンポリシロキサンを分子鎖末端に反応性ビニル性不飽和基を有する架橋剤と反応することによって得られる。アルキルヒドロジェンポリシロキサンとしては直鎖ないし一部分岐単位を有するメチルヒドロジェンポリシロキサン、炭素数が6～20のアルキル鎖がグラフトされたメチルヒドロジェンポリシロキサン等をあげることができる。ケイ素原子に結合した水素原子は、分子中に平均で二つ以上必要である。架橋剤は、メチルビニルポリシロキサンや α 、 ω -アルケニルジエン等のように、分子中に二つ以上のビニル性反応部位を持つものがあげられる。これらの例として特許第1925781号公報、特許第1932769号公報、国際公開第W003-24413号パンフレット、特開2009-185296号公報に記載されている組成物が挙げられる。該架橋型メチルポリシロキサンを、例えば自重以上の0.65 mm²/秒(25℃)～100.0 mm²/秒(25℃)の低粘度シリコーン、流動パラフィン、スクワラン、イソドデカン等の炭化水素油やトリオクタノイン等のグリセライド油、エステル油で膨潤させる。また、これらの架橋型オルガノポリシロキサンは市販品としては、特に限定されるものではないが、シ

リコーン油でペースト状にしたKSG-15、KSG-16、KSG-18、KSG-1610、USG-103、炭化水素油やトリグリセライド油でペースト状にしたUSG-106、KSG-41、KSG-42、KSG-43、KSG-44、KSG-810（何れも信越化学工業（株）製）等がある。該親水性基を有しない架橋型オルガノポリシロキサンと液状油剤からなる組成物の配合量は、化粧料の総量に対して0.1～50質量%であることが好ましく、更に好ましくは1～30質量%である。

[0070] 本発明の化粧料は、さらに1種または2種以上の親水性基を有する架橋型オルガノポリシロキサン重合体と液状油剤からなる組成物を含んでも良い。該親水性基としては、ポリエーテル基、ポリグリセリン基が好ましい。該ポリエーテル基及び／又はポリグリセリン基を有する架橋型オルガノポリシロキサン重合体は、アルキルヒドロジェンポリシロキサンを分子鎖末端に反応性ビニル性不飽和基を有する架橋剤と反応することによって得られる。アルキルヒドロジェンポリシロキサンとしてポリオキシエチレン鎖がグラフトされたメチルヒドロジェンポリシロキサン、ポリグリセリン鎖がグラフトされたメチルヒドロジェンポリシロキサン等をあげることができ、ケイ素原子に結合した水素原子は、分子中に平均で二つ以上必要である。架橋型オルガノポリシロキサン重合体を、自重以上の0.65 mm²/秒（25℃）～100.0 mm²/秒（25℃）の低粘度シリコーン、流動パラフィン、スクワラン、イソドデカン等の炭化水素油やトリオクタノイン等のグリセライド油、エステル油に膨潤させる。架橋剤は、メチルビニルポリシロキサンや α 、 ω -アルケニルジエン、グリセリントリアリルエーテル、ポリオキシアルキニル化グリセリントリアリルエーテル、トリメチロールプロパントリアリルエーテル、ポリオキシアルキニル化トリメチロールプロパントリアリルエーテル等のように、分子中に二つ以上のビニル性反応部位を持つものがあげられるが、これらを反応させた架橋物は、少なくとも1つの親水基を有するものである。組成物としては、特許第2631772号公報、特開平9-136813号公報、特開2001-342255号公報、国際公開第WO

03/20828号パンフレット、特開2009-185296号公報に記載されているものが好ましい。また、これらの架橋型オルガノポリシロキサンは市販品としては、特に限定されるものではないが、シリコーン油でペースト状にしたKSG-210、KSG-240、KSG-710、炭化水素油やトリグリセライド油でペースト状にしたKSG-310、KSG-320、KSG-330、KSG-340、KSG-820、KSG-830、KSG-840（何れも信越化学工業（株）製）等がある。また、該親水性基を有する架橋型オルガノポリシロキサンと液状油剤からなる組成物の配合量は、化粧料の総量に対して0.1～50質量%であることが好ましく、更に好ましくは1～30質量%である。

[0071] 本発明の化粧料は、その目的に応じてシリコーンワックスを含むこともできる。このシリコーンワックスは、5員環以上のラクトン化合物の開環重合物であるポリラクトンを結合させたポリラクトン変性ポリシロキサンであることが好ましい。あるいは、このシリコーンワックスは、ピロリドン基、長鎖アルキル基、ポリオキシアルキレン基、フルオロアルキル基、カルボン酸などのアニオン基の中から選択された少なくとも一つの官能基を分子中に含有するアクリル変性ポリシロキサンであることが好ましい。市販品としては、長鎖アルキル基を有するワックスとして、KP-561P、KP-562P（何れも信越化学工業（株）製）等が例示される。

[0072] さらに本発明の化粧料には、通常の化粧料に使用される成分、油溶性ゲル化剤（有機変性粘土鉱物）等を添加することができる。

[0073] 前記油溶性ゲル化剤としては、例えばアルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリスレート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、 α 、 γ -ジ-*n*-ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、フラクトオリゴ糖ステアリン酸エステル、

フラクトオリゴ糖 2-エチルヘキサン酸エステル等のフラクトオリゴ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれる1種または2種以上の油溶性ゲル化剤が挙げられる。

[0074] また、本発明の化粧品としては、上記化粧品成分を配合してなる、スキンケア化粧品、乳液、クリーム、メイクアップ下地、コンシーラー、白粉、リキッドファンデーション、油性ファンデーション、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、口紅等のメイクアップ化粧品、シャンプー、リンス、トリートメント、セット剤等の毛髪化粧品、制汗剤、日焼け止めオイルや日焼け止め乳液、日焼け止めクリームなどの紫外線防御化粧品等が挙げられる。

[0075] また、これらの化粧品の形状としては、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、プレス状、多層状、ムース状、スプレー状、スティック状等、種々の形状を選択することができる。

[0076] さらに、これらの化粧品の形態としては、水性、油性、油中水型エマルション、水中油型エマルション、非水エマルション、W/O/WやO/W/Oなどのマルチエマルション等、種々の形態を選択することができる。

実施例

[0077] 以下、合成例、製造例及び本発明の化粧品の実施例、比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。尚、特に断らない限り、以下に記載する「%」は「質量%」を意味し、各例の全体の質量を100%として各成分の質量%を表す。粘度は25℃での数値である。各重合体の重量平均分子量は、東ソー（株）製装置を用い、テトラヒドロフラン（THF）を溶出溶媒として、単分散ポリスチレンを標準とするゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）により測定した。

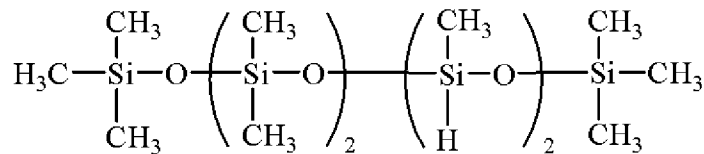
[0078] (合成例(1)～(6))、(比較合成例(1)～(3))

合成例(1)～(6)には、本発明の分散性粉体を構成する界面活性剤の合成について示す。比較合成例(1)～(3)には、本発明の分散性粉体を構成しない界面活性剤の合成について示す。なお、以下では、オルガノポリシロキサン界面活性剤中の親水性基(グリセリン基、アミノ基、カルボキシル基、糖残基)とオルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比であって、前記親水性基を1とした場合の比(オルガノシロキサン界面活性剤全体の重量/親水性基の重量)を「親水性基比率」という。

[0079] 合成例(1)

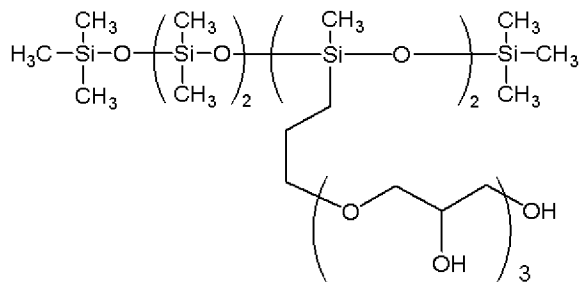
攪拌機、温度計、還流冷却器を備えたガラス製フラスコに、下記一般式で表されるヒドロジェンポリシロキサン296g、2-プロパノール300g、トリグリセリンモノアシルエーテル390g、塩化白金酸3%ブタノール溶液0.05gを加え、80℃で5時間攪拌して、反応を完了した。反応溶剤を100℃で減圧留去し、淡黄色透明の液体を得た。

[化10]



[0080] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤の代表構造を以下に示す。

[化11]



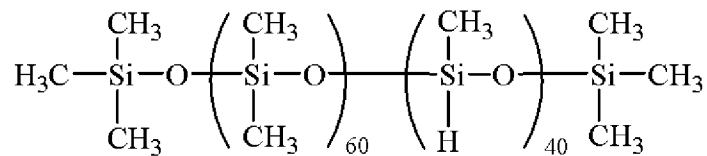
[0081] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤のGPC測定による重量平均分子量は850であった。前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基比率が1.75であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないもの

であった。

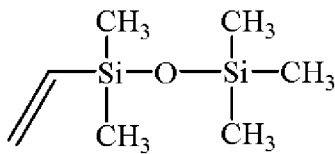
[0082] 合成例（２）

攪拌機、温度計、還流冷却器を備えたガラス製フラスコに、下記一般式で表されるヒドロジェンポリシロキサン 700 g、２－プロパノール 1000 g、ジグリセリンモノアリルエーテル 720 g、下記モノビニルジシロキサン 86 g、塩化白金酸 3% ブタノール溶液 0.1 g を加え、80℃で 5 時間攪拌して、反応を完了した。反応溶剤を 100℃で減圧留去し、淡黄色透明の液体を得た。

[化12]

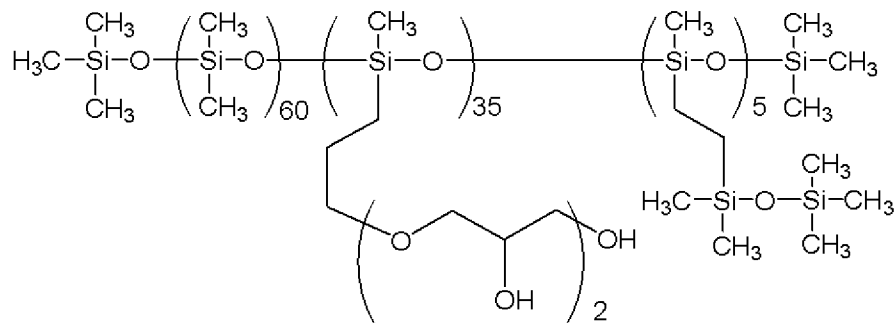


[化13]



[0083] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤の代表構造を以下に示す。

[化14]

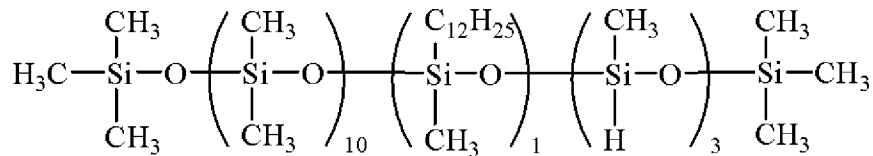


[0084] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤のGPC測定による重量平均分子量は 17000 であった。前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基比率が 2.09 であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないものであった。

[0085] 合成例（３）

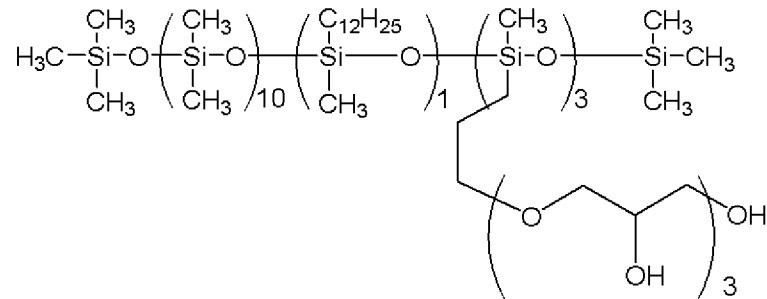
攪拌機、温度計、還流冷却器を備えたガラス製フラスコに、下記一般式で表されるヒドロジェンポリシロキサン 1170g、2-プロパノール 1000g、トリグリセリンモノアシルエーテル 750g、塩化白金酸 3% ブタノール溶液 0.2g を加え、80℃で 5 時間攪拌して、反応を完了した。反応溶剤を 100℃で減圧留去し、淡黄色透明の液体を得た。

[化15]



[0086] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤の代表構造を以下に示す。

[化16]



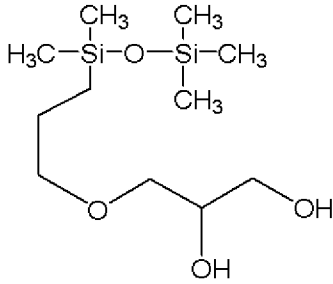
[0087] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤のGPC測定による重量平均分子量は 3000 であった。前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基比率が 2.56 であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないものであった。

[0088] 合成例（４）

常法により、下記代表構造のアミノ変性オルガノポリシロキサンを合成した。このオルガノポリシロキサン界面活性剤のGPC測定による重量平均分子量は 4300 であった。前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基比率が 2.03 であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないものであった。

[0094] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤の代表構造を以下に示す。

[化22]

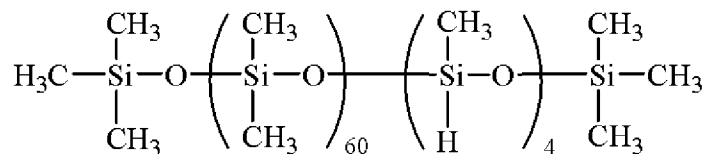


[0095] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤のGPC測定による重量平均分子量は250であった。前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基比率が2.13であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないものであった。

[0096] 比較合成例(2)

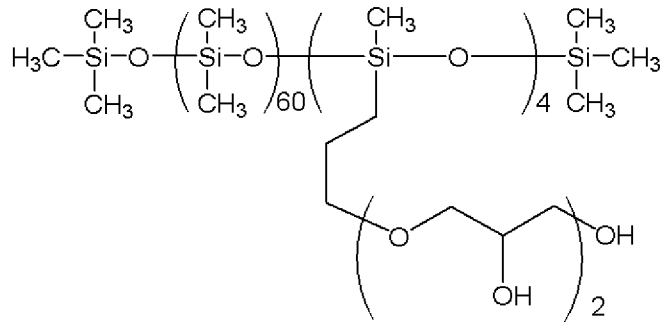
攪拌機、温度計、還流冷却器を備えたガラス製フラスコに、下記一般式で表されるヒドロジェンジシロキサン480g、2-プロパノール200g、ジグリセリンモノアリルエーテル85g、塩化白金酸3%ブタノール溶液0.05gを加え、80℃で5時間攪拌して、反応を完了した。未反応原料、及び反応溶剤を100℃で減圧留去し、淡黄色透明の液体を得た。

[化23]



[0097] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤の代表構造を以下に示す。

[化24]

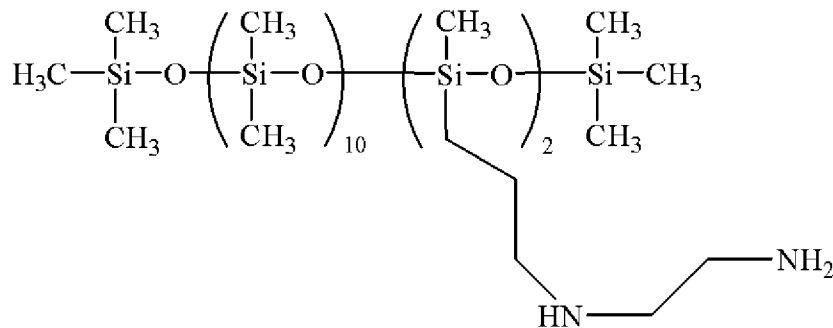


[0098] 得られたオルガノポリシロキサン界面活性剤のGPC測定による重量平均分子量は6200であった。前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基比率が6.64であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないものであった。

[0099] 比較合成例(3)

常法により、下記代表構造のアミノ変性オルガノポリシロキサンを合成した。このオルガノポリシロキサン界面活性剤のGPC測定による重量平均分子量は1600であった。前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基比率が6.04であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないものであった。

[化25]



[0100] 製造例1

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサンKMP-590(信越化学工業社製)100g、合成例1で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン3gを添加し、110℃で3時間、攪拌、粉碎し、白色粉体を得た。

[0101] 製造例2

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサンKMP-590（信越化学工業社製）100g、合成例2で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン4gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎し、白色粉体を得た。

[0102] 製造例3

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサンKMP-590（信越化学工業社製）100g、合成例4で得たアミノ変性オルガノポリシロキサン4gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎し、白色粉体を得た。

[0103] 製造例4

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサンKMP-590（信越化学工業社製）100g、合成例6で得た糖変性オルガノポリシロキサン2g、水10gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0104] 製造例5

ミキサーにシリコーンエラストマーパウダーKMP-597（信越化学工業社製）100g、合成例1で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0105] 製造例6

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサン被覆シリコーンエラストマーパウダーKSP-100（信越化学工業社製）100g、合成例3で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン2gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0106] 製造例7

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサン被覆シリコーンエラストマーパウダーKSP-100（信越化学工業社製）100g、合成例5で得たカルボキシ変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0107] 製造例8

ミキサーにポリアミドパウダーSP-500（東レ社製）100g、合成例1で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0108] 製造例9

ミキサーにメタクリル酸メチルクロスポリマーM-305（東レ社製）100g、合成例2で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0109] 製造例10

ミキサーにメチコン2%処理酸化チタン100g、合成例1で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0110] 製造例11

ミキサーにトリメトキシカプリリルシラン2%処理タルク100g、合成例3で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0111] 製造例12

ミキサーに2%モノパーフルオロアルキルエチルリン酸エステル処理マイカ100g、合成例4で得たアミノ変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0112] 製造例13

ミキサーに2%メチコン処理黒酸化鉄100g、合成例5で得たアミノ変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、黒色粉体を得た。

[0113] 比較製造例1

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサンKMP-590（信越化学工業社製）100g、比較合成例1で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン3gを添加し、110℃で3時間、攪拌、粉碎し、白色粉体を得た。

[0114] 比較製造例2

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサンKMP-590（信越化学工業社製）100g、比較合成例2で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン4gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎し、白色粉体を得た。

[0115] 比較製造例3

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサンKMP-590（信越化学工業社製）100g、比較合成例3で得たアミノ変性オルガノポリシロキサン4gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎し、白色粉体を得た。

[0116] 比較製造例4

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサンKMP-590（信越化学工業社製）100g、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサンKF-60174gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎し、白色粉体を得た。

[0117] 比較製造例5

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサン被覆シリコーンエラストマーパウダーKSP-100（信越化学工業社製）100g、比較合成例1で得たグリセリン変性オルガノポリシロキサン2gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0118] 比較製造例6

ミキサーにポリメチルシルセスキオキサン被覆シリコーンエラストマーパウダーKSP-100（信越化学工業社製）100g、比較合成例3で得たアミノ変性オルガノポリシロキサン2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0119] 比較製造例7

ミキサーにメチコン2%処理酸化チタン100g、ポリエーテル変性シリコーンKF-6017（信越化学工業社製）2g、エタノール5gを添加し、1

00℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

[0120] 比較製造例8

ミキサーにトリメトキシカプリリルシラン2%処理タルク100g、ポリオキシエチレン4-ラウリルエーテル2g、エタノール5gを添加し、100℃で3時間、攪拌、粉碎、100℃で3時間乾燥し、白色粉体を得た。

なお、上記製造例、比較製造例で用いた粉体の平均粒子径はいずれも200μm以下であった。

[0121] (実施例1~4及び比較例1~7)

(評価1)

下記表に示す化粧水を常法により製造し、その使用性について評価した。

[官能評価方法]

下記表1に示す配合で得た化粧水を皮膚に十分塗布し、官能評価した。また、分散性については目視にて評価を行った。結果を「効果がある」と回答したパネラーの人数により、下記の評価基準で示す。

[0122] [評価基準]

- ◎：4~5人が効果あると回答
- ：3人が効果あると回答
- △：2人が効果あると回答
- ×：効果あると回答したのは1人または0人

[0123] [表1]

	実施例				比較例							
	1	2	3	4	1	2	3	4	5	6	7	
1	製造例1で得られた粉体	5										
2	製造例2で得られた粉体		10									
3	製造例3で得られた粉体			2								
4	製造例4で得られた粉体				5							
5	比較製造例1で得られた粉体					5						
6	比較製造例2で得られた粉体						10					
7	比較製造例3で得られた粉体							2				
8	比較製造例4で得られた粉体								5			
9	KMP-590									4.8	4.8	4.8
10	KF-6017										0.2	
11	合成例2で得られたポリシロキサン											0.2
12	合成例6で得られたポリシロキサン											0.2
13	1.3-ブタンジオール	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
14	濃グリセリン	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
15	ジプロピレングリコール	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
16	ソルビトール	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
17	精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部
評価	1週間後の分散安定性	◎	◎	○	◎	△	△	×	△	×	×	×
	塗布時のおさまり	◎	◎	◎	○	△	○	△	△	△	△	△
	塗布時の均一性のび	○	◎	◎	◎	△	△	×	△	△	△	△
		◎	◎	◎	○	○	△	△	△	△	△	△

各成分の配合は合計が100となるように調整した。

[0124] 表1に示されるように、本発明の分散性粉体を用いて得られた化粧水は分散性が非常に優れ、分散の安定性が高く、化粧膜が均一であり、塗布時のおさまりが良く、のびが良いことが確認された。

[0125] (実施例5~9及び比較例8~13)
(評価2)

下記表2に示す配合で得た化粧水を常法により製造し、その使用性について評価した。

[官能評価方法]

下記表2に示す化粧水を皮膚に十分塗布し、官能評価した。また、分散性については目視にて評価を行った。結果を「効果がある」と回答したパネルーの人数により、下記の評価基準で示す。

[0126] [評価基準]

- ◎：4~5人が効果あると回答
- ：3人が効果あると回答
- △：2人が効果あると回答
- ×：効果あると回答したのは1人または0人

[0127] [表2]

	実施例					比較例					
	5	6	7	8	9	8	9	10	11	12	13
1	製造例5で得られた粉体										
2	製造例6で得られた粉体										
3	製造例7で得られた粉体										
4	製造例8で得られた粉体										
5	製造例9で得られた粉体										
6	比較製造例5で得られた粉体										
7	比較製造例6で得られた粉体										
8	KSP-100										
9	KF-6017										
10	比較合成例1で得られたポリシロキサン										
11	合成例3で得られたポリシロキサン										
12	合成例5で得られたポリシロキサン										
13	クエン酸	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
14	クエン酸ナトリウム	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
15	濃グリセリン	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
16	1,3-ブタンジオール	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
17	タマリンドガム	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
18	精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部
評価	1週間後の分散安定性	◎	◎	○	◎	◎	×	△	×	△	×
	塗布時のおさまり	◎	◎	◎	○	○	△	△	△	△	△
	塗布時の均一性	◎	◎	◎	◎	◎	×	×	○	×	×
	のび	○	○	○	○	△	△	△	△	△	△
	塗布後のさらさら感	◎	○	△	○	○	△	△	○	○	△

各成分の配合は合計が100となるように調整した。

[0128] 本発明の分散性粉体を用いて得られた化粧水は分散性に優れ、分散安定性が高く、化粧膜が均一であり、塗布時のおさまりが良く、のび、塗布後のさらさら感が良いことが確認された。

[0129] (実施例10, 11及び比較例14~17)
(評価3)

下記表3に示すファンデーションを下記方法により製造し、その使用性について評価した。

方法

A : 表3に示す各成分を50℃に加熱し、均一に混合する。

B : Aを粉砕し、皿に圧縮成形し、ファンデーションを得た。

[官能評価方法]

下記表3に示すファンデーションを皮膚に塗布し、官能評価した。結果を「効果がある」と回答したパネラーの人数により、下記の評価基準で示す。

[0130] [評価基準]

◎ : 4~5人が効果あると回答

○ : 3人が効果あると回答

△ : 2人が効果あると回答

× : 効果あると回答したのは1人または0人

[0131] [表3]

		実施例		比較例			
		10	11	14	15	16	17
1	製造例10で得られた粉体	14.5	24.5				
2	製造例11で得られた粉体	70					
3	製造例12で得られた粉体		60				
4	比較製造例7で得られた粉体			14.5			
5	比較製造例8で得られた粉体				14.5		
6	酸化チタン					14.5	24.5
7	マイカ			70	70	70	60
8	モノオレイン酸デカグリセリル	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
9	ポリオキシエチレン10硬化ヒマシ油	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
10	デカメチルシクロペンタシロキサン	5	5	5	5	5	5
11	ジメチルポリシロキサン (6mm ² /s)	10	10	10	10	10	10
評価	塗布時均一性	◎	◎	△	△	×	×
	塗布時のおさまり	◎	◎	△	△	△	×
	のび	◎	○	×	△	×	△

各成分の配合は合計が100となるように調整した。

[0132] 本発明の分散性粉体を用いて得られたファンデーションは分散性が良いため、化粧膜が均一であり、塗布時のおさまりが良く、のびが良いことが確認された。

[0133] 表1～3の評価結果より明らかなように、本発明の分散性粉体を含む実施例1～9の化粧水、実施例10, 11のファンデーションは、分散安定性、塗布時のおさまり、塗布時の均一性、のびが良好である。一方、本発明の範囲外である比較例1～13の化粧水、比較例14～17のファンデーションは、分散安定性が悪く、塗布時のおさまり、塗布時の均一性、のびが不十分である。特に、表面処理剤の重量平均分子量が本発明の下限値未満である比較例1, 8、表面処理剤の親水性基比率が本発明の上限値を超える比較例2, 3, 9では分散安定性が悪く、塗布時のおさまり、塗布時の均一性、のびが不十分であることから、本発明のように前記表面処理剤が、重量平均分子量300～20000のオルガノポリシロキサン界面活性剤から選択される表面処理剤であり、かつ、親水性基としてグリセリン基、アミノ基、カルボキシル基、糖残基から選択される有機基を少なくとも1つ有し、前記親水性基と前記オルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比は前記親水性基を1とした場合、4.0以下であることが課題解決のために重要であることは明らかである。

[0134] (実施例12) アイライナー

下記組成のアイライナーを常法により調製した。

(成分)

1. デカメチルシクロペンタシロキサン	22.0
2. ジメチルポリシロキサン (6mm ² /秒)	5.0
3. 製造例13の黒色粉体	20.0
4. ビタミンEアセテート	0.2
5. ホホバ油	2.0
6. ベントナイト	3.0

7. ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン※	2.0
8. エタノール	10.0
9. 1, 3-ブチレングリコール	10.0
10. 防腐剤	適量
11. 香料	適量
12. 精製水	残量
合計	100.0%

※ポリエーテル変性シリコーン KF-6017 (信越化学工業社製)

[0135] 得られたアイライナーは、伸びが軽くて描きやすく、清涼感があってさっぱりとしてべたつきがない使用感で、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性にも優れ、化粧持ちも非常に良いことが確認された。

[0136] (実施例13) ヘアトリートメント

下記組成のヘアトリートメントを調製した。

(成分)	組成質量 (%)
1. シリコーンガム溶解品 (注1)	5.0
2. ジフェニルジメチコン (注2)	4.0
3. 製造例1で得られた粉体	2.0
4. オクタン酸セチル	1.0
5. ポリエーテル変性シリコーン (注3)	1.0
6. PEG-60水添硬化ヒマシ油	1.0
7. モノステアリン酸グリセリル	0.5
8. カルボキシビニルポリマー (1質量%水溶液)	25.0
9. キサンタンガム (1質量%水溶液)	7.0
10. 1, 3-ブチレングリコール	5.0
11. アルコール	7.0
12. 防腐剤	0.5
13. 香料	0.2
14. 精製水	残量

合計

100.0

(注1) 信越化学工業(株)製:MK-15H

(注2) 信越化学工業(株)製:KF-54

(注3) 信越化学工業(株)製:KF-6013

[0137] <化粧料の調製>

A:成分1、2、4~7を加熱溶解した。

B:成分10~14を加熱溶解した。

C:攪拌下、AにBを添加して乳化し、さらに、これに成分3、8及び9を加えてヘアトリートメントを得た。

[0138] 以上のようにして得られたヘアトリートメントは、のび広がりが高く、毛髪に光沢と滑らかさを与えることが確認された。

[0139] なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

請求の範囲

- [請求項1] 粉体を表面処理剤で処理してなる分散性粉体であって、
前記表面処理剤が、重量平均分子量300～20000のオルガノポリシロキサン界面活性剤から選択される表面処理剤であり、
前記オルガノポリシロキサン界面活性剤は、親水性基としてグリセリン基、アミノ基、カルボキシル基、糖残基から選択される有機基を1つ以上有し、前記親水性基と前記オルガノシロキサン界面活性剤全体の重量比は前記親水性基を1とした場合、4.0以下であり、かつ、ポリオキシアルキレン基を有さないことを特徴とする分散性粉体。
- [請求項2] 前記粉体がシリコンパウダー、ポリアミドパウダー、ポリアクリル酸・アクリル酸エステルパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロースパウダー、シルクパウダー、ナイロンパウダー、無機粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料から選択されることを特徴とする請求項1に記載の分散性粉体。
- [請求項3] 前記粉体が疎水性の粉体であり、平均粒子径が200 μ m以下であることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の分散性粉体。
- [請求項4] 前記疎水性の粉体が、シリコン、フッ素化合物、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、N-アシル化アミノ酸、金属石鹼から選択される処理により表面疎水化されたものであることを特徴とする請求項3に記載の分散性粉体。
- [請求項5] 前記粉体を前記表面処理剤で処理する際に、60℃以上180℃未満で熱処理を行うことを特徴とする請求項1から請求項4のいずれか1項に記載の分散性粉体の製造方法。
- [請求項6] 請求項1から請求項4のいずれか1項に記載の分散性粉体を含む化粧料。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/021502

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl. [see extra sheet]										
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC										
B. FIELDS SEARCHED										
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl. A61K8/892, A61K8/04, A61K8/19, A61K8/64, A61K8/73, A61K8/81, A61K8/85, A61K8/87, A61K8/88, A61K8/89, A61Q1/10, A61Q19/00, C09C1/00, C09C1/62, C09C3/08, C09C3/10, C09C3/12										
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched										
<table style="width:100%; border: none;"> <tr> <td style="padding: 0 20px;">Published examined utility model applications of Japan</td> <td style="text-align: right; padding: 0 20px;">1922-1996</td> </tr> <tr> <td style="padding: 0 20px;">Published unexamined utility model applications of Japan</td> <td style="text-align: right; padding: 0 20px;">1971-2019</td> </tr> <tr> <td style="padding: 0 20px;">Registered utility model specifications of Japan</td> <td style="text-align: right; padding: 0 20px;">1996-2019</td> </tr> <tr> <td style="padding: 0 20px;">Published registered utility model applications of Japan</td> <td style="text-align: right; padding: 0 20px;">1994-2019</td> </tr> </table>			Published examined utility model applications of Japan	1922-1996	Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019	Registered utility model specifications of Japan	1996-2019	Published registered utility model applications of Japan	1994-2019
Published examined utility model applications of Japan	1922-1996									
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019									
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019									
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019									
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)										
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT										
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.								
X	WO 2011/049246 A1 (DOW CORNING TORAY CO., LTD.) 28 April 2011, paragraphs [0001], [0084]-[0091], examples 1, 2, 22, 23, fig. 1, 2 & US 2012/0269747 A1, paragraphs [0001], [0152]-[0162], examples 1, 2, 22, 23, fig. 1, 2 & EP 2492300 A1 & CN 102666663 A & KR 10-2012-0094933 A	1-6								
<table style="width:100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none;"> <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. </td> <td style="width: 50%; border: none;"> <input type="checkbox"/> See patent family annex. </td> </tr> </table>			<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.	<input type="checkbox"/> See patent family annex.						
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.	<input type="checkbox"/> See patent family annex.									
<table style="width:100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none;"> * Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed </td> <td style="width: 50%; border: none;"> "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family </td> </tr> </table>			* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family						
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family									
Date of the actual completion of the international search 26.07.2019		Date of mailing of the international search report 13.08.2019								
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.								

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/021502

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 10-316536 A (KOSE CORPORATION) 02 December 1998, paragraphs [0001], [0016], [0017], production examples 1, 2, 4, examples 1, 2 (Family: none)	1-6
X	JP 2004-231609 A (KOSE CORPORATION) 19 August 2004, paragraphs [0001], [0025], [0030]-[0034], synthesis examples 1-4, examples 12, 13, 17, 18 (Family: none)	1-6
X	JP 2010-30954 A (FUJI KASEI KK) 12 February 2010, paragraphs [0001], [0009], [0010], [0016], production example 5, example 5 (Family: none)	1-6
X	WO 2016/157869 A1 (KOSE CORPORATION) 06 October 2016, paragraphs [0017], [0021]-[0025] & US 2018/0064631 A1, paragraphs [0034], [0035], [0040]-[0048] & CN 107427443 A & KR 10-2017-0131394 A	1-6
X	JP 2008-266285 A (SHISEIDO CO., LTD.) 06 November 2008, paragraphs [0039]-[0043], examples 3, 4 (Family: none)	1-6
X	JP 2009-263213 A (SHIN ETSU CHEMICAL CO., LTD.) 12 November 2009, paragraphs [0001], [0035]-[0044] & US 2009/0252774 A1, paragraphs [0002], [0037]-[0052] & EP 2107080 A1	1-6
A	JP 2014-70220 A (DOW CORNING TORAY CO., LTD.) 21 April 2014 & US 2015/0239924 A1 & WO 2014/054686 A1 & EP 2905300 A1 & KR 10-2015-0064156 A & CN 104769015 A	1-6
A	JP 2009-256616 A (SHIN ETSU CHEMICAL CO., LTD.) 05 November 2009, comparative example I & US 2009/0238781 A1, comparative example I & EP 2103301 A1	1-6
A	JP 9-59125 A (KAO CORPORATION) 04 March 1997 (Family: none)	1-6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/021502

(Continuation of Box No. A)

CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

A61K8/892(2006.01)i, A61K8/04(2006.01)i, A61K8/19(2006.01)i,
A61K8/64(2006.01)i, A61K8/73(2006.01)i, A61K8/81(2006.01)i,
A61K8/85(2006.01)i, A61K8/87(2006.01)i, A61K8/88(2006.01)i,
A61K8/89(2006.01)i, A61Q1/10(2006.01)i, A61Q19/00(2006.01)i,
C09C1/00(2006.01)i, C09C1/62(2006.01)i, C09C3/08(2006.01)i,
C09C3/10(2006.01)i, C09C3/12(2006.01)i

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. 特別ページ参照

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. A61K8/892, A61K8/04, A61K8/19, A61K8/64, A61K8/73, A61K8/81, A61K8/85, A61K8/87, A61K8/88, A61K8/89, A61Q1/10, A61Q19/00, C09C1/00, C09C1/62, C09C3/08, C09C3/10, C09C3/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2019年
日本国実用新案登録公報	1996-2019年
日本国登録実用新案公報	1994-2019年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	WO 2011/049246 A1（東レ・ダウコーニング株式会社）2011.04.28, [0001], [0084]-[0091], 実施例1-2, 22-23, 図1-2 & US 2012/0269747 A1, [0001], [0152]-[0162], 実 施例1-2, 22-23, 図1-2 & EP 2492300 A1 & CN 102666663 A & KR 10-2012-0094933 A	1-6

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 26.07.2019	国際調査報告の発送日 13.08.2019
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA/J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官（権限のある職員） 池田 周士郎 電話番号 03-3581-1101 内線 3421

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 10-316536 A (株式会社コーセー) 1998. 12. 02, [0001], [0016]—[0017], 製造例1—2, 4, 実施例 1, 2 (ファミリーなし)	1-6
X	JP 2004-231609 A (株式会社コーセー) 2004. 08. 19, [0001], [0025], [0030]—[0034], 合成例1—4, 実施例12—13, 17—18 (ファミリーなし)	1-6
X	JP 2010-30954 A (不二化成株式会社) 2010. 02. 12, [0001], [0009]—[0010], [0016], 製造例5, 実 施例5 (ファミリーなし)	1-6
X	WO 2016/157869 A1 (株式会社コーセー) 2016. 10. 06, [0017], [0021]—[0025] & US 2018/0064631 A1, [0034]—[0035], [0040]—[0 048] & CN 107427443 A & KR 10-2017-0131394 A	1-6
X	JP 2008-266285 A (株式会社資生堂) 2008. 11. 06, [0039]—[0043], 実施例3—4 (ファミリーなし)	1-6
X	JP 2009-263213 A (信越化学工業株式会社) 2009. 11. 12, [0001], [0035]—[0044] & US 2009/0252774 A1, [0002], [0037]—[0052] & EP 2107080 A1	1-6
A	JP 2014-70220 A (東レ・ダウコーニング株式会社) 2014. 04. 21, & US 2015/0239924 A1 & WO 2014/054686 A1 & EP 2905300 A1 & KR 10-2015-0064156 A & CN104769015 A	1-6
A	JP 2009-256616 A (信越化学工業株式会社) 2009. 11. 05, 比較例 I & US 2009/0238781 A1, 比較例 I & EP 2103301 A1	1-6
A	JP 9-59125 A (花王株式会社) 1997. 03. 04, (ファミリーなし)	1-6

発明の属する分野の分類

A61K8/892(2006.01)i, A61K8/04(2006.01)i, A61K8/19(2006.01)i, A61K8/64(2006.01)i,
A61K8/73(2006.01)i, A61K8/81(2006.01)i, A61K8/85(2006.01)i, A61K8/87(2006.01)i,
A61K8/88(2006.01)i, A61K8/89(2006.01)i, A61Q1/10(2006.01)i, A61Q19/00(2006.01)i,
C09C1/00(2006.01)i, C09C1/62(2006.01)i, C09C3/08(2006.01)i, C09C3/10(2006.01)i,
C09C3/12(2006.01)i