

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-24677

(P2008-24677A)

(43) 公開日 平成20年2月7日(2008.2.7)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
A 6 1 K 8/19 (2006.01)	A 6 1 K 8/19	4 C 0 8 3
A 6 1 K 8/29 (2006.01)	A 6 1 K 8/29	
A 6 1 Q 1/10 (2006.01)	A 6 1 Q 1/10	
A 6 1 Q 1/04 (2006.01)	A 6 1 Q 1/04	
A 6 1 Q 3/02 (2006.01)	A 6 1 Q 3/02	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2006-201658 (P2006-201658)	(71) 出願人	000001959
(22) 出願日	平成18年7月25日 (2006.7.25)		株式会社資生堂
			東京都中央区銀座7丁目5番5号
		(74) 代理人	100094570
			弁理士 ▲高▼野 俊彦
		(72) 発明者	神田 賢治
			神奈川県横浜市都筑区早渕2-2-1 株
			式会社資生堂リサーチセンター (新横浜)
			内
		(72) 発明者	大野 和久
			神奈川県横浜市都筑区早渕2-2-1 株
			式会社資生堂リサーチセンター (新横浜)
			内

最終頁に続く

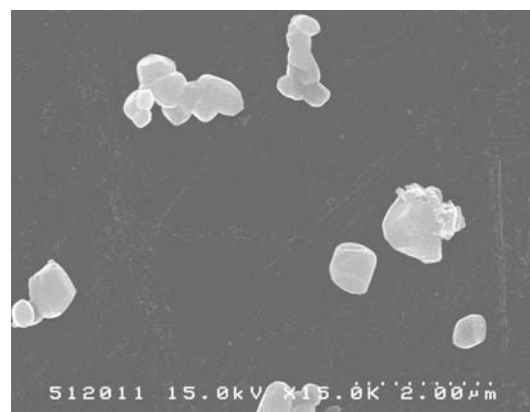
(54) 【発明の名称】 着色複合粉末及びこれを配合する化粧料

(57) 【要約】

【課題】金属コロイド微粒子を金属酸化物に内包した着色複合粉末を提供し、これを化粧料に配合することにより、安定性を損なうことなく、鮮やかに発色し、さらには使用性に優れた化粧料を提供すること。

【解決手段】平均粒子径1～60nmの微粒子金属コロイドを内包した金属酸化物からなることを特徴とする着色複合粉末、及びこれを配合する化粧料である。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

平均粒子径 1 ~ 60 nm の微粒子金属コロイドを内包した金属酸化物からなることを特徴とする着色複合粉末。

【請求項 2】

前記微粒子金属コロイドが金コロイドであり、その内包量が着色複合粉末全量に対して 0.1 ~ 10 質量%であることを特徴とする請求項 1 記載の着色複合粉末。

【請求項 3】

前記金属酸化物が、酸化チタンであることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の着色複合粉末。

10

【請求項 4】

前記着色複合粉末の平均粒子径が 0.5 ~ 5 μ m であることを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載の着色複合粉末。

【請求項 5】

前記着色複合粉末の色がマンセル色相環で 7.5 PB ~ 2.5 G であることを特徴とする請求項 1、2、3 又は 4 記載の着色複合粉末。

【請求項 6】

請求項 1、2、3、4 又は 5 記載の着色複合粉末を、化粧品全量に対して 0.1 ~ 50 質量%配合したことを特徴とする化粧品。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】**【0001】**

本発明は、鮮やかな有色の外観を有する着色複合粉末及びこれを配合した化粧品に関する。

【0002】

さらに詳しくは、特定粒子径の微粒子金属コロイドを内包した金属酸化物からなる着色複合粉末と、これを、ファンデーション、アイシャドー、口紅、グロス、マスカラ、アイライナー、ネイルエナメル、ネイルエナメルベースコート、クリーム、乳液等の化粧品に配合して得られる、安定性に優れかつ鮮やかな有色の外観を有する化粧品に関する。

【背景技術】

30

【0003】

化粧品、特にファンデーション、口紅、ネイルエナメル等のメーキャップ化粧品は、メーキャップ効果を付与するために、有機顔料、無機顔料、或は雲母チタン等のパール剤を配合するものが殆どである。

【0004】

しかし、これら顔料のうち、無機顔料は、安定性に優れるものの彩度は低く、鮮やかな発色を得ることが非常に困難である。逆に、有機顔料は、鮮やかな発色を得られるものの、化粧品に用いられるものは、光を照射されることにより色調が大きく変化してしまい、安定性が非常に悪いものが多い。

【0005】

40

そこで、安定性が高く、彩度の高い色材として微粒子金属コロイドゾルに注目した研究がなされてきた。これらの微粒子金属コロイドはプラズモン発色と呼ばれる原理により、金であれば 550 nm 付近に吸収を持つことから赤色を呈し、銀や水銀であれば 450 nm 以下の低波長側に吸収を持つことから黄色を呈することが知られている。そして、この原理を用いた特許も多数出願されてきた。

【0006】

例えば、特許文献 1 には、塩化金酸を還元した時に得られる微細な金のコロイド粒子をその生成と同時に担体表面にコーティングした紫色顔料を配合した化粧品が記載されている。

また、特許文献 2 には、金属酸化物上に金水酸化物を析出させ、金水酸化物を焼成する

50

ことにより分解して金超微粒子を均一に析出固定させた固定化酸化物を配合した化粧料が記載されている。

さらに、特許文献 3 には、貴金属コロイドを母材顔料に被覆し、これを焼成した顔料を配合した化粧料が収載されている。

【 0 0 0 7 】

【特許文献 1】特開平 1 - 2 1 5 8 6 5

【特許文献 2】特開平 2 - 1 0 4 5 1 2

【特許文献 3】特開 2 0 0 4 - 2 3 8 3 2 7

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

【 0 0 0 8 】

しかしながら、上記の特許文献に記載されているように、金コロイドについてはその鮮やかな赤色～紫色の発色に着目されて化粧料に利用されたものであり、それ以外の色についての記載はない。特に青色～緑色に発色する金コロイド複合粒子は示唆されていない。

また、特許文献 1 及び特許文献 3 に記載されているように、核を用いてその表面に固定化する製法では、配合する製品によっては表面から微粒子金属が再分離してしまい、安定性に欠ける場合があった。

さらに、特許文献 2 においては、特許文献 1 及び特許文献 3 以外の製法として、金属酸化物と同種の金属塩水溶液及び金化合物水溶液の混液をアルカリに滴下することにより金超微粒子固定化酸化物を得る製法が記載されているが、この製法では還元剤を使用していないため、金コロイドの粒径をコントロールすることが困難であるだけでなく、金属塩水溶液が加水分解する際の急激な pH 変化のため、金属酸化物の粒径やその形状をコントロールすることが困難である。

20

このように、上記特許文献には微粒子金属コロイドと金属酸化物との複合粉末を化粧料に配合することは記載されているが、特定粒子径の金属コロイドを金属酸化物に内包させ、赤色～紫色以外の色に発色する複合粉末に関する記載はない。

【 0 0 0 9 】

本発明者らは上述の観点から鋭意研究を重ねた結果、金属酸化物を生成する際に特定の粒子径を持つ金属コロイドゾルが金属酸化物に内包されるように合成すると赤色～紫色以外の色、特に青色又は緑色に鮮やかに発色する複合粉末が得られ、これを化粧料に配合すると、安定性に優れ、美しい色彩を有する化粧料を製造できることを見出し本発明を完成するに至った。

30

【 0 0 1 0 】

本発明の目的は、特定の微粒子金属コロイド粒子を内包した着色複合粉末を提供し、これを化粧料に配合することにより、安定性を損なうことなく、美しい色彩を有する化粧料を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 1 】

すなわち、本発明は、平均粒子径 1 ～ 6 0 n m の微粒子金属コロイドを内包した金属酸化物からなることを特徴とする着色複合粉末を提供するものである。

40

【 0 0 1 2 】

また、本発明は、前記微粒子金属コロイドが金コロイドであり、その内包量が着色複合粉末全量に対して 0 . 1 ～ 1 0 質量 % であることを特徴とする上記の着色複合粉末を提供するものである。

【 0 0 1 3 】

さらに、本発明は、前記金属酸化物が、酸化チタンであることを特徴とする上記の着色複合粉末を提供するものである。

【 0 0 1 4 】

また、本発明は、前記着色複合粉末の平均粒子径が 0 . 5 ～ 5 μ m であることを特徴とする上記の着色複合粉末を提供するものである。

50

【 0 0 1 5 】

さらに、本発明は、前記着色複合粉末の色がマンセル色相環で 7 . 5 P B ~ 2 . 5 G であることを特徴とする上記の着色複合粉末を提供するものである。

【 0 0 1 6 】

また、本発明は、上記の着色複合粉末を、化粧料全量に対して 0 . 1 ~ 5 0 質量% 配合したことを特徴とする化粧料を提供するものである。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 7 】

本発明の着色複合粉末は、化粧料に配合することにより、安定性を損なうことなく鮮やかに発色する。

【 0 0 1 8 】

特に、金コロイドを酸化チタンに内包した着色複合粉末は、青色又は緑色に鮮やかに発色し、安定性や使用感にも優れた化粧料を提供できる。

従来、化粧料に配合される青色の無機顔料は群青や紺青等が利用されていたが、安定性に欠ける場合があった。本発明によれば、優れた安定性を有する青色又は緑色顔料を化粧料顔料として提供できることになる。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 1 9 】

以下、本発明について詳述する。

【 0 0 2 0 】

本発明の着色複合粉末は、プラズモン発色を呈する微粒子金属コロイドを内包した金属酸化物である。この微粒子金属コロイドは、一般的な公知な製法、例えば塩化金酸を還元することにより得ることができる。また、分散安定剤で安定化された市販品の微粒子金属コロイドゾルを用いることもできる。好ましい金属コロイドは貴金属コロイドであり、特に金コロイドが好ましい。

【 0 0 2 1 】

微粒子金属コロイドの平均粒子径は 1 ~ 6 0 n m、好ましくは 5 ~ 3 0 n m である。粒子径が 6 0 n m を超えると、プラズモン発色効果が失われて特異的な吸収を示さなくなる場合があり、ただの金属色が現れるだけになってしまう。また、1 n m 未満のものは製造することが難しかったり、また、安定性が非常に悪くなってその取り扱いが極めて難しくなってしまう。

【 0 0 2 2 】

微粒子金属コロイドの内包量は、着色複合粉末全量に対して 0 . 1 ~ 1 0 質量%、好ましくは 0 . 5 ~ 5 . 0 質量% である。0 . 1 質量% 未満では色調が薄くなりすぎて鮮やかな外観が得られない。また、1 0 質量% を超えると、濃度が濃すぎて明度が下がり、やはり鮮やかな外観が得られなくなってしまう。

【 0 0 2 3 】

本発明に使用される金属酸化物は、化粧料に用いられる一般的なものを用いることができる。例えば、酸化鉄、黒酸化鉄、黄酸化鉄、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛などを用いることができるが、特に酸化チタンが好ましい。

【 0 0 2 4 】

本発明の着色複合粉末の製造方法は、微粒子金属コロイドが金属無機酸化物の粒子内に内包される限り限定されないが、金属酸化物の粒子自体を微粒子金属コロイド溶液中にて製造する必要がある。単に金属酸化物の粒子と微粒子金属コロイドとを混合するだけでは、金属酸化物の粒子表面に微粒子金属コロイドが被覆するだけで内包されず、本発明の着色複合粉末は得られない。本発明の着色複合粉末は、微粒子金属コロイドが金属酸化物の粒子内に内包されているので（微粒子金属コロイドが無機酸化物粒子内部に存在している）、微粒子金属コロイドが金属酸化物粒子から容易に分離することがない。これに対して、微粒子金属コロイドがその表面に被覆しただけの金属酸化物粒子の場合は、溶液中にて（特にアルカリ溶液等）、微粒子金属コロイドが溶出したりして分離してしまう。

10

20

30

40

50

【0025】

具体的な製造方法としては、金属酸化物と同じ種類の金属塩化物又は金属硫酸塩のいずれかの水溶液と塩化金酸水溶液の混合液に還元剤としてエタノール等を加えて、水酸化ナトリウム等のアルカリ性水溶液を徐々に添加して、金属塩化物または金属硫酸塩を加水分解すると同時に塩化金酸を還元して金コロイドを生成させ、得られた粉末を洗浄、乾燥した後、600 ~ 1100 で焼成することで得られる。焼成温度により色調を変化させることが可能である。

例えば、平均粒子径1 ~ 60 nmの金微粒子を内包した酸化チタンからなることを特徴とする着色複合粉末を製造するには、四塩化チタンと塩化金酸とエタノールとを水溶液中にて加温しながら攪拌し、水酸化ナトリウムを徐々に添加して四塩化チタンを加水分解すると同時に塩化金酸を還元した後、ろ過、洗浄、乾燥後、750 にて焼成することにより、鮮やかな青色の外観色を有する金コロイド内包酸化チタン粉末が得られる。また、乾燥後の粉末を1050 で焼成することにより鮮やかな緑色の外観色を有する金コロイド内包酸化チタン粉末が得られる。

【0026】

上記で得られる着色複合粉末において、金コロイドを内包する酸化チタン複合粉末は青又は緑に発色し、マンセル色相環で7.5PB ~ 2.5Gの範囲にあることが特徴である。

【0027】

上記で得られる着色複合粉末は化粧料配合原料として極めて優れた有色粉末となる。

化粧料への配合量は、化粧料全量に対して0.1 ~ 50質量%、好ましくは0.5 ~ 20質量%である。0.1質量%未満では十分な発色効果が得られず、一方、50質量%を越えると、他の原料を入れる処方幅が非常に狭くなり、粘度、硬度などの製品の物性調整が困難になってしまう。

【0028】

本発明の着色複合粉末を配合できる化粧料は限定されない。例えば、ファンデーション、アイシャドー、口紅、グロス、マスカラ、アイライナー、ネイルエナメル、ネイルエナメルベースコート等のメーキャップ化粧料、化粧水、乳液、クリーム等の基礎化粧料、ヘアスプレー、頭髮油などの毛髪化粧料等に、複合粉末を配合して本発明の化粧料が得られる。特に鮮やかな色調を求められるメーキャップ化粧料に好ましい。

【0029】

本発明の化粧料には、本発明の効果を損なわない程度に必要な応じて固体、半固体、液状の油分、水、水溶性高分子、多価アルコール、溶剤、界面活性剤、粉体、樹脂、有機変性粘土鉱物、高分子、紫外線吸収剤、保湿剤、防腐剤、殺菌剤、香料、酸化防止剤、美肌用成分、生理活性成分粉末、顔料、染料、ラメ剤、薬剤、保湿剤、紫外線吸収剤、つや消し剤、充填剤、界面活性剤、金属石鹸等の一般に化粧料に配合される原料を適宜配合して、目的とする化粧料に応じて常法により製造することができる。

【実施例】

【0030】

本発明を実施例に基づいてさらに具体的に説明する。本発明は下記の実施例により限定されるものではない。なお、配合量は特に断りのない限り質量%である。

【0031】

「実施例1 微粒子金コロイド内包酸化チタンの製造」

200 mlのイオン交換水中に60 gの四塩化チタン溶液（和光純薬工業株式会社製）を添加し、次いで塩化金酸（ナカライテスク株式会社製）0.16 g、エタノール20 mlを入れて加温しながら攪拌し、83 付近の一定温度になったら25%水酸化ナトリウム水溶液を1時間かけて添加した。全量滴下後、更に1時間攪拌し、希塩酸で中和した後、ろ過、洗浄を行い、105 で1時間乾燥させた。次いで750 で1時間焼成を行い、平均粒子径が0.5 μm ~ 1 μmの鮮やかな青色の外観色を持つ0.5質量%金コロイド内包酸化チタン（着色複合粉末A）を得た。

10

20

30

40

50

【 0 0 3 2 】

「実施例 2 微粒子金コロイド内包酸化チタンの製造」

200ml のイオン交換水中に 60g の四塩化チタン溶液（和光純薬工業株式会社製）を添加し、次いで塩化金酸（ナカライテスク株式会社製）0.16g、エタノール 20ml を入れて加温しながら攪拌し、83℃付近の一定温度になったら 25% 水酸化ナトリウム水溶液を 1 時間かけて添加した。全量滴下後、更に 1 時間攪拌し、希塩酸で中和した後、ろ過、洗浄を行い、105℃で 1 時間乾燥させた。次いで 1050℃で 1 時間焼成を行い、平均粒子径が 0.5 μm ~ 1 μm の鮮やかな緑色の外観色を持つ 0.5 質量% 金コロイド内包酸化チタン（着色複合粉末 B）を得た。図 1 に電子顕微鏡写真を示す。図 1 の写真から、塊状（球状ではない）の金コロイド内包チタンが得られることが分かる。

10

【 0 0 3 3 】

実施例 1 の着色複合粉末 A 及び実施例 2 の着色複合粉末 B をそれぞれビニール袋に取り、ビニール袋の上から複合粉末の色を分光測色計（CM-2600d、ミノルタ製）で測色したところ、マンセル色相環で、着色複合粉末 A は 5.6PB、着色複合粉末 B は 9.0G であった。

【 0 0 3 4 】

次に、本発明の化粧料の実施例を挙げる。いずれの化粧料も本発明の着色複合粉末を配合して常法により製造される。

【 0 0 3 5 】

「実施例 3：マスカラ」

20

着色複合粉末 A（実施例 1）	0.5
軽質イソパラフィン	7
ジメチルポリシロキサン	2
デカメチルシクロペンタシロキサン	10
トリメチルシロキシケイ酸	10
メチルポリシロキサンエマルジョン	適量
1,3-ブチレングリコール	4
ジオレイン酸ポリエチレングリコール	2
ジイソステアリン酸ジグリセリル	2
炭酸水素ナトリウム	0.2
酢酸DL-α-トコフェロール	0.1
パラオキシ安息香酸エステル	適量
デヒドロ酢酸ナトリウム	適量
黒酸化鉄	7
海藻エキス	0.1
ベントナイト	1
ジメチルジステアリルアンモニウムヘクトライト	6
ポリ酢酸ビニルエマルジョン	30
精製水	残量

30

40

上記で得られる本発明のマスカラは、塗布時の仕上がりに優れ、美しい色彩に彩られたメイキャップ効果を有する。

【 0 0 3 6 】

「実施例 4：口紅」

着色複合粉末 A（実施例 1）	5
固形パラフィン	11
カルナバロウ	2
トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリル	残量
セスキオレイン酸ソルピタン	1
酸化チタン	5

50

雲母チタン	12
マイカ	17
黒酸化鉄	1

上記で得られる本発明の口紅は、塗布時の仕上がりに優れ、美しい色彩に彩られたメーキャップ効果を有する。

【 0 0 3 7 】

「実施例 5 アイシャドー」		
着色複合粉末 B (実施例 2)	4	10
流動パラフィン	3	
ジメチルポリシロキサン	3	
マイカ	20	
タルク	残余	
δ - トコフェロール	適量	
パラオキシ安息香酸エステル	0.2	
色素	4	
ケイ酸アルミニウムマグネシウム	1.5	
香料	適量	
セリサイト	20	
セスキソステアリン酸ソルビタン	2	
ミリスチン酸亜鉛	5	20

上記で得られる本発明のアイシャドーは、塗布時の仕上がりに優れ、美しい色彩に彩られたメーキャップ効果を有する。

【 0 0 3 8 】

「実施例 6 : ネールエナメル」		
着色複合粉末 A (実施例 1)	2	
ブタノール	0.5	
マカデミアナッツ油	0.1	
酢酸エチル	7	
酢酸ブチル	残余	30
ポリオキシエチレンアルキル (1 2 - 1 5) エーテルリン酸 (2 E . O .)	0.1	
塩化ポリオキシプロピレンメチルジエチルアンモニウム	0.5	
酸化チタン被覆合成金雲母	0.1	
合成金雲母	0.1	
ステアリン酸カルシウム	0.05	
クエン酸	0.01	
酢酸 D L - α - トコフェロール	0.1	
酸化チタン・無水ケイ酸複合被覆マイカ (ブルー)	適量	40
黒酸化鉄	適量	
赤色 2 0 2 号	適量	
黄色 4 号	適量	
青色 4 0 4 号	適量	
ポリエチレンテレフタレート・ポリエチレンイソフタレート積層末 (角八魚鱗箔社製 N E W オーロラフレーク 0 . 1 : 粒径 150 μ m)	0.2	
トリメリト酸系アルキッド樹脂	12	
ジメチルジステアリルアンモニウムベントナイト	0.5	
ベンジルジメチルステアリルアンモニウムベントナイト	1	
ニトロセルロース	17	
安息香酸ショ糖エステル	2	

上記で得られる本発明のネールエナメルは塗布時の仕上がりに優れ、美しい色彩に彩られたメーキャップ効果を有する。

【産業上の利用可能性】

【0039】

本発明によれば、微粒子金属コロイドを内包した金属酸化物からなる着色複合粉末を、ファンデーション、アイシャドー、口紅、グロス、マスカラ、アイライナー、ネールエナメル、ネールエナメルオーバーコート、ネールエナメルベースコート、クリーム、乳液等の化粧料に配合することにより、安定性に優れかつ鮮やかな有色外観を有する化粧料を提供できる。

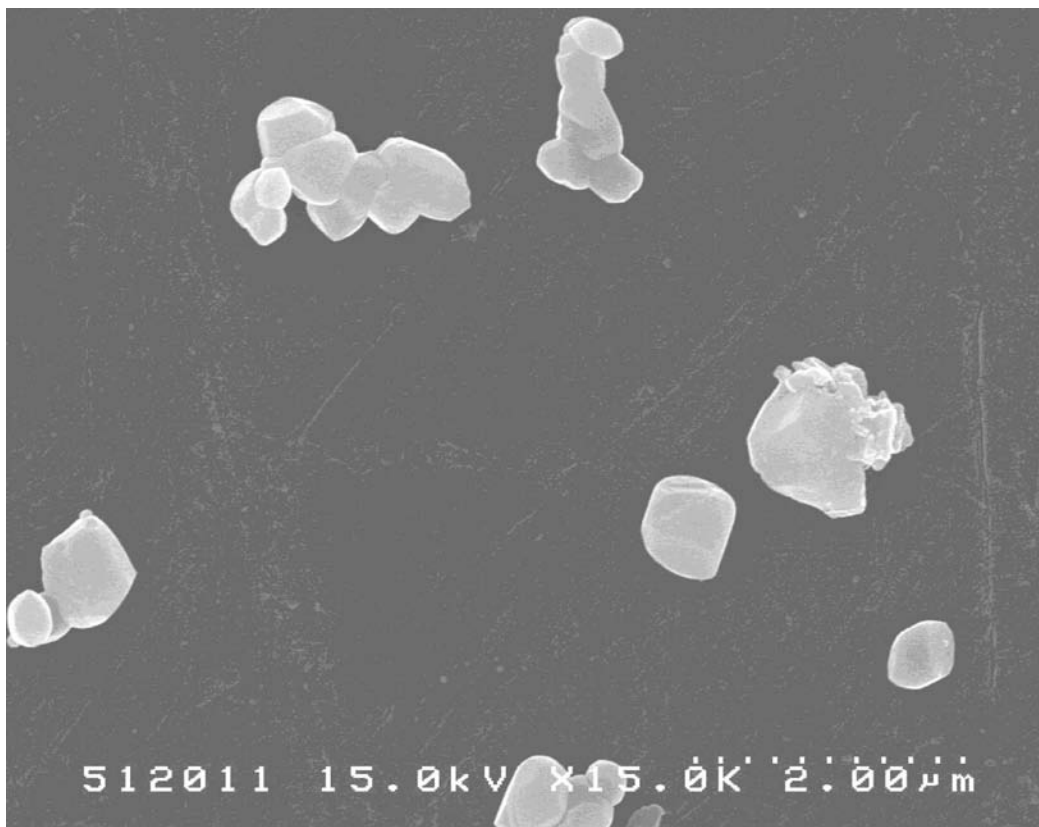
10

【図面の簡単な説明】

【0040】

【図1】実施例2の金コロイド内包酸化チタン複合粉末の電子顕微鏡写真図である。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 文孝

神奈川県横浜市都筑区早渕 2 - 2 - 1 株式会社資生堂リサーチセンター（新横浜）内

Fターム(参考) 4C083 AA122 AB191 AB192 AB212 AB232 AB241 AB242 AB312 AB382 AB432
AB442 AC012 AC022 AC102 AC122 AC242 AC302 AC342 AC372 AC392
AC422 AC442 AC482 AC692 AC792 AC852 AC902 AC912 AC932 AD092
AD152 AD262 AD662 BB25 BB26 CC01 CC13 CC14 CC28 EE01
EE07