

(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2015-63478

(P2015-63478A)

(43) 公開日 平成27年4月9日(2015.4.9)

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)
A 6 1 K 8/81	(2006.01)	A 6 1 K 8/81	4 C 0 8 3
A 6 1 K 8/02	(2006.01)	A 6 1 K 8/02	
A 6 1 Q 1/10	(2006.01)	A 6 1 Q 1/10	
A 6 1 Q 1/02	(2006.01)	A 6 1 Q 1/02	
A 6 1 Q 1/04	(2006.01)	A 6 1 Q 1/04	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 38 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-197396 (P2013-197396)  
 (22) 出願日 平成25年9月24日 (2013.9.24)

(71) 出願人 306037311  
 富士フイルム株式会社  
 東京都港区西麻布2丁目26番30号  
 (74) 代理人 100079049  
 弁理士 中島 淳  
 (74) 代理人 100084995  
 弁理士 加藤 和詳  
 (74) 代理人 100099025  
 弁理士 福田 浩志  
 (72) 発明者 中村 和浩  
 神奈川県足柄上郡開成町牛島577番地  
 富士フイルム株式会社内  
 (72) 発明者 田口 貴雄  
 神奈川県足柄上郡開成町牛島577番地  
 富士フイルム株式会社内  
 最終頁に続く

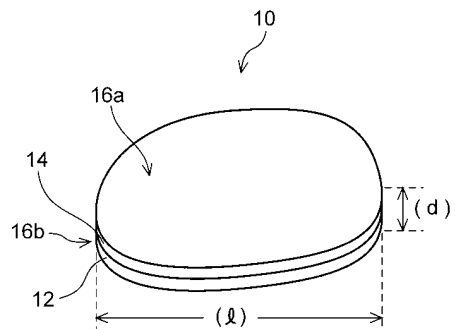
(54) 【発明の名称】 メイクアップ化粧品

(57) 【要約】

【課題】色純度及び彩度が高く、パール光沢感の高いパール剤を含有してなる鮮やかで華やかな仕上がりが得られるメイクアップ化粧料を提供する。

【解決手段】右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層、及び左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層を有する積層体であって、反射光の主波長が400nm～700nmの範囲にあるコレステリック液晶粒子を含むメイクアップ化粧料。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層、及び左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層の少なくとも 1 層ずつを有する積層体であって、反射光の主波長が 400 nm ~ 700 nm の範囲にある液晶粒子を含むメイクアップ化粧品。

## 【請求項 2】

コレステリック液晶相が、平均粒子径が 0.1 μm ~ 1000 μm の範囲にあり、厚みが 0.5 μm ~ 50 μm の範囲にある平板状粒子である請求項 1 に記載のメイクアップ化粧品。

## 【請求項 3】

右旋回性のコレステリック液晶相が、液晶化合物と、下記式で表される HTP が  $30 \mu\text{m}^{-1}$  以上である右旋回性のキラル剤とを含有する請求項 1 又は請求項 2 に記載のメイクアップ化粧品。

(式) :

$$\text{HTP} = 1 \div \{ (\text{コレステリック液晶相に含まれる液晶のらせんピッチ長} (\mu\text{m})) \times (\text{コレステリック液晶相の固形分中のキラル剤の質量\%濃度}) \}$$

(前記式中、コレステリック液晶相に含まれる液晶のらせんピッチ長 (μm) は (選択反射波長 (μm)) ÷ (コレステリック液晶相の固形分の平均屈折率) で算出される。)

## 【請求項 4】

左旋回性のコレステリック液晶相が、液晶化合物と、下記式で表される HTP が  $30 \mu\text{m}^{-1}$  以上である左旋回性のキラル剤とを含有する請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれか 1 項に記載のメイクアップ化粧品。

(式) :

$$\text{HTP} = 1 \div \{ (\text{コレステリック液晶相に含まれる液晶のらせんピッチ長} (\mu\text{m})) \times (\text{コレステリック液晶相の固形分中のキラル剤の質量\%濃度}) \}$$

(ただし、コレステリック液晶相に含まれる液晶のらせんピッチ長 (μm) は (選択反射波長 (μm)) ÷ (コレステリック液晶相の固形分の平均屈折率) で算出される。)

## 【請求項 5】

さらに、黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄、および有機顔料からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の色材と、パラフィン、脂肪酸エステル、ワックス、及びロウからなる群より選ばれる少なくとも 1 種類の油性成分と、界面活性剤とを含有する油性化粧品である、請求項 1 ~ 請求項 4 のいずれか 1 項に記載のメイクアップ化粧品。

## 【請求項 6】

さらに、黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄、および有機顔料からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の色材と、炭化水素油、エステル油、植物油、及びシリコン油からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の液状油剤と、界面活性剤と、水とを含有する乳化化粧品である、請求項 1 ~ 請求項 4 のいずれか 1 項に記載のメイクアップ化粧品。

## 【請求項 7】

さらに、黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄、及び有機顔料からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の色材と、マイカ、タルク、セリサイト、カオリン、合成金雲母、及びガラスフレークからなる群より選ばれる少なくとも 1 種の体質顔料と、炭化水素油、エステル油、植物油、及びシリコン油からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の油剤を含む粉末化粧品である、請求項 1 ~ 請求項 4 のいずれか 1 項に記載のメイクアップ化粧品。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、メイクアップ化粧品に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

10

20

30

40

50

メイクアップ化粧料は、皮膚表面に適用することで肌色を改善したり、シミ又はしわを目立たなくさせたり、華やかな印象を与える機能を有する。メイクアップ化粧料の種類としては、口紅等の油性化粧料、リキッドファンデーション等の乳化化粧料、アイシャドウ、おしろい等の粉体化粧料等、様々な剤型のものが存在する。

メイクアップ化粧料には、鮮やかで華やかな仕上がりを与えるために、パール光沢を有する粉体（以下、パール剤とも称する）が配合される。パール剤としては、板状の雲母粒子、干渉性を有する雲母チタン等の無機板状粒子等、又は有機粒子が使用されている。

しかしながら、表面の凹凸による光散乱又は干渉性を利用するパール剤は反射光に選択性を有しないため、特定の色調を付与することが困難であり、さらに、油性成分が表面に付着すると光反射に有用な凹凸が油性成分により平滑化され、パール剤の色純度及び彩度が低下し、光沢が低下するという問題があった。

他方、有機成分で光沢を付与する粉体として、コレステリック液晶組成物を重合硬化させ、それを粉砕してなる顔料がUVフィルター（例えば、特許文献1参照。）、及び、着色顔料（例えば、特許文献2参照。）として提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開2000-44451号公報

【特許文献2】特開2001-154024号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、特許文献1に記載されるUVフィルターとしての顔料は、紫外領域に反射を有するものの、可視光領域には殆ど反射を有しないため、パール光沢が得られず、また、本発明者らの検討によれば、特許文献2に記載された顔料は、円偏光の選択反射性が低いため色純度及び彩度が低く、パール光沢剤としての性能も不十分であることが分かった。

【0005】

本発明の課題は、色純度及び彩度が高く、パール光沢感を有し、鮮やかで華やかな仕上がり得られるメイクアップ化粧料を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは上記の課題を解決すべく鋭意研究を行った結果、右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層と、左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層とを少なくとも1層ずつ有するコレステリック液晶粒子から得られる粉体を用いることにより、華やかな仕上がり有するメイクアップ化粧料が得られることを見出した。本発明はこれらの知見に基づいて完成したものである。

本発明の構成は以下の通りである。

【0007】

[1] (A) 右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層、及び左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層を有する積層体であって、反射光の主波長が400nm~700nmの範囲にあるコレステリック液晶粒子を含むメイクアップ化粧料。

[2] コレステリック液晶粒子が、均粒子径が0.1 $\mu$ m~1000 $\mu$ mの範囲にあり、平均厚みが0.5 $\mu$ m~50 $\mu$ mの範囲にある平板状粒子である[1]に記載のメイクアップ化粧料。

【0008】

[3] 右旋回性のコレステリック液晶相が、液晶化合物と、HTPが30 $\mu$ m<sup>-1</sup>以上である右旋回性のキラル剤とを含有する[1]又は[2]に記載のメイクアップ化粧料。

[4] 左旋回性のコレステリック液晶相が、液晶化合物と、HTPが30 $\mu$ m<sup>-1</sup>以上

10

20

30

40

50

である左旋回性のキラル剤とを含有する [ 1 ] ~ [ 3 ] のいずれか 1 項に記載のメイクアップ化粧品。

なお、HTP は、下記式で表される。

( 式 ) :

$$HTP = 1 \div \{ (\text{コレステリック液晶相に含まれる液晶のらせんピッチ長} (\mu\text{m})) \times (\text{コレステリック液晶相の固形分中のキラル剤の質量\%濃度}) \}$$

(ただし、コレステリック液晶相に含まれる液晶のらせんピッチ長 ( $\mu\text{m}$ ) は (選択反射波長 ( $\mu\text{m}$ ))  $\div$  (コレステリック液晶相の固形分の平均屈折率) で算出される。)

【 0 0 0 9 】

[ 5 ] さらに、( E ) 黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄、及び有機顔料からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の色材と、( B - 1 ) パラフィン、脂肪酸エステル、ワックス、及びロウからなる群より選ばれる少なくとも 1 種類の油性成分と、( C ) 界面活性剤とを含有する油性化粧品である、[ 1 ] ~ [ 4 ] のいずれか 1 項に記載のメイクアップ化粧品。

10

【 0 0 1 0 】

[ 6 ] さらに、( E ) 黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄、及び有機顔料からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の色材と、( B - 2 ) 炭化水素油、エステル油、植物油、及びシリコーン油からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の液状油剤と、( C ) 界面活性剤と、( D ) 水とを含有する乳化化粧品である、[ 1 ] ~ [ 4 ] のいずれか 1 項に記載のメイクアップ化粧品。

20

【 0 0 1 1 】

[ 7 ] さらに、( E ) 黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄、及び有機顔料からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の色材と、( F ) マイカ、タルク、セリサイト、カオリン、合成金雲母、及びガラスフレークからなる群より選ばれる少なくとも 1 種の体質顔料と、( B - 2 ) 炭化水素油、エステル油、植物油、及びシリコーン油からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の油剤を含む粉末化粧品である、[ 1 ] ~ [ 4 ] のいずれか 1 項に記載のメイクアップ化粧品。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 2 】

本発明によれば、色純度及び彩度が高く、パール光沢感を有するメイクアップ化粧品を提供することができる。

30

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 1 3 】

【 図 1 】 本発明のメイクアップ化粧品に用いられる液晶粒子の一態様を示すモデル図である。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 4 】

本発明のメイクアップ化粧品は、( A ) 右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層、及び左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層の少なくとも 1 層ずつを有する液晶粒子であって、反射光の主波長が 400 nm ~ 700 nm の範囲にあるコレステリック液晶粒子 (以下、「( A ) 液晶粒子」と称することがある) を含むメイクアップ化粧品である。

40

【 0 0 1 5 】

本発明のメイクアップ化粧品は、( A ) 液晶粒子を含有する。メイクアップ化粧品に含まれる ( A ) 液晶粒子は、酸化チタンで表面処理された雲母チタン等の公知のパール剤とは異なり、薄膜干渉の原理ではなく、円偏光の選択反射によってパール光沢を発現することから、固体油剤、及び液状油性成分から選ばれるいずれの油性成分と併用しても、反射率が低下せず、優れたパール光沢を得ることができる。また、色純度及び彩度に優れた光沢を付与しうるものと推定される。このため、( A ) 液晶粒子を含むメイクアップ化粧品は、油性成分を含有する場合であっても、皮膚上に、鮮やかで華やかな仕上がり感を効果的に与えることができる。

50

## 【0016】

本明細書において「～」を用いて示された数値範囲は、「～」の前後に記載される数値をそれぞれ最小値及び最大値として含む範囲を示す。

また、「(メタ)アクリル」との記載は、「アクリル」及び「メタクリル」の双方又はいずれかを示す意味で用いられる。

さらに、本明細書において組成物中の各成分の量は、組成物中に各成分に該当する物質が複数存在する場合、特に断らない限り、組成物中に存在する当該複数の物質の合計量を意味する。

なお、本明細書においてそれぞれの成分に付した(A)～(F)の符号は、各成分の説明を行うに際して便宜上付した符号である。

10

以下、本発明の実施の形態についてさらに具体的に説明する。

## 【0017】

[(A)右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層、及び左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層の少なくとも1層ずつを有する液晶粒子であって、反射光の主波長が400nm～700nmの範囲にあるコレステリック液晶粒子]

本発明のメイクアップ化粧品に使用される(A)液晶粒子は、右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層、及び左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層を少なくとも1層ずつ積層してなる液晶積層体であり、これを化粧料の用途に応じた形状、サイズに粉碎又は裁断して平板状粒子の形状にて用いることが好ましい。

20

液晶積層体は、右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層(以下、光反射層(右))と称することがある)、及び、左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層(以下、光反射層(左))と称することがある)を少なくとも1層ずつ積層してなる積層体であればよく、それぞれ独立に2層以上を有していてもよい。

なお、本発明において、光反射層は、コレステリック液晶構造を有する膜が流動性を示さず、固定化された配向形態を安定に保持している。「液晶相が固定化した」という状態は、コレステリック液晶構造を有する膜である光反射層が常温(25℃)にて液晶性を有さず、且つ、膜に含まれる液晶相を形成する化合物(液晶化合物)の配向形態が安定に保持された状態を指す。安定に保持されるとは、常温において液状の液晶化合物の配向形態が外場や外力によって変化を生じさせることがない状態を示す。

30

「固定化された液晶相」は、0℃～60℃の温度条件下で配向形態及び膜の形態が維持されることが好ましく、-30℃～90℃において、液晶性化合物の配向形態及び膜の形態が維持されることがさらに好ましい。広い温度条件下で特性が維持される「光反射層(右)及び光反射層(左)を含むコレステリック液晶相の積層体」は、可視光領域に選択的に優れた反射性能を有するために、これを適切なサイズに粉碎又は裁断して得られる(A)液晶粒子を用いることで、メイクアップ化粧品に華やかで彩度の高い光沢を付与することができる。

例えば、可視光において赤みを帯びた色調のパール剤を得ようとする場合には、積層するそれぞれの光反射層を形成するための組成物(液晶組成物)の処方を調製することで、反射光の主波長が600～700nmとなるように調整することができる。一方、青みを帯びた色調のパール剤を得ようとする場合には、積層される液晶組成物の処方をそれぞれ調製することで、反射光の主波長が400～500nmとなるように調整することができ、更に緑みを帯びた色調のパール剤を得ようとする場合には、積層される液晶組成物の処方をそれぞれ調製することで、反射光の主波長が500～600nmとなるように調整することができる。

40

## 【0018】

なお、液晶組成物についての以下の説明において、液晶組成物(右)及び液晶組成物(左)に共通の好ましい含有成分等を説明するに際しては、液晶組成物(右)及び液晶組成物(左)の双方を包含して単に「液晶組成物」と称することがある。

本発明における液晶組成物は、少なくとも重合性液晶化合物と、重合性液晶化合物を溶

50

解或いは分散させ、均一に塗布するための溶剤を含むことが好ましく、さらに、それぞれの旋回性に応じたキラル剤を含むことが好ましい。また、重合性液晶化合物に加えて、重合性を有しない液晶化合物をさらに含むことができる。

光反射層の膜性向上の観点から、液晶組成物には、重合開始剤を含むことが好ましい。重合開始剤は、熱重合開始剤、光重合開始剤のいずれであってもよい。

また、液晶組成物には、さらに、液晶の配向を制御する目的で、公知のキラル剤、配向制御剤を含むことができる。

#### 【0019】

(基材)

(A)液晶粒子を調製する際に使用することができる基材としては特に制限はなく、ガラスもしくはプラスチックフィルム、金属等を適宜使用することができる。その中でも、プラスチックフィルムを用いることが好ましく、ガラス転移温度170以下プラスチックフィルムを用いることが、耐熱性が低い樹脂を用いて製造する際のコストを低減することができる観点から好ましい。基材として用いられるプラスチックフィルムのガラス転移温度は40~160であることがより好ましく、60~150であることが特に好ましい。より具体的には、プラスチックフィルム基材としては、ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムを用いることが好ましい。

以下、液晶組成物に含まれる各成分について順次説明する。

#### 【0020】

-重合性液晶化合物-

液晶組成物に含まれる重合性液晶化合物としては、重合性棒状液晶化合物が好ましく、棒状液晶化合物は螺旋構造をもつ重合性棒状ネマチック液晶化合物(重合性棒状コレステリック液晶化合物)であることがさらに好ましい。

重合性棒状液晶化合物としては、アゾメチン類、アゾキシ類、シアノビフェニル類、シアノフェニルエステル類、安息香酸エステル類、シクロヘキサンカルボン酸フェニルエステル類、シアノフェニルシクロヘキサン類、シアノ置換フェニルピリミジン類、アルコキシ置換フェニルピリミジン類、フェニルジオキサン類、トラン類及びアルケニルシクロヘキシルベンゾニトリル類が好ましく用いられる。

重合性棒状液晶化合物は、重合によって配向を固定化することがより好ましく、重合性棒状液晶化合物は重合性棒状ネマチック液晶化合物であることがより好ましい。

重合性棒状液晶化合物としては、Makromol. Chem., 190巻、2255頁(1989年)、Advanced Materials 5巻、107頁(1993年)、米国特許4683327号、同5622648号、同5770107号、WO95/22586号、同95/24455号、同97/00600号、及び同98/23580号、同98/52905号の各明細書、特開平1-272551号、同6-16616号、同7-110469号、同11-80081号、及び特開2001-328973号の各公報等に記載の化合物を用いることができる。

本発明における(A)液晶粒子に使用される重合性液晶化合物としては、下記一般式(X)にて表される重合性棒状液晶化合物であることが好ましい。

一般式(X)  $Q^1 - L^1 - Cy^1 - L^2 - (Cy^2 - L^3)_n - Cy^3 - L^4 - Q^2$

(一般式(X)中、 $Q^1$ 及び $Q^2$ はそれぞれ独立に重合性基であり、 $L^1$ 及び $L^4$ はそれぞれ独立に二価の連結基であり、 $L^2$ 及び $L^3$ はそれぞれ独立に単結合又は二価の連結基であり、 $Cy^1$ 、 $Cy^2$ 及び $Cy^3$ は二価の環状基であり、nは0、1、2、又は3である。)

#### 【0021】

一般式(X)中、 $Q^1$ 及び $Q^2$ はそれぞれ独立に重合性基である。重合性基は付加重合(開環重合を含む)することのできる重合性基であっても、縮合重合することのできる重合性基であってもよい。すなわち、 $Q^1$ 及び $Q^2$ で表される重合性基は、付加重合反応又は縮合重合反応が可能な官能基である。以下に $Q^1$ 及び $Q^2$ で表される重合性基の例を示す。

10

20

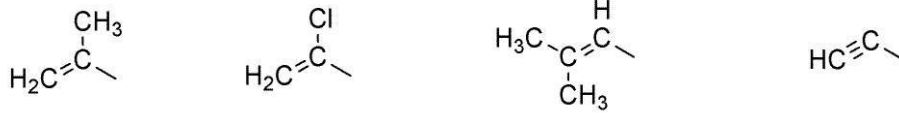
30

40

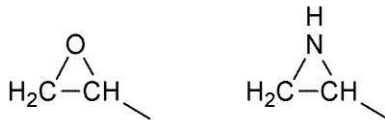
50

【 0 0 2 2 】

【 化 1 】

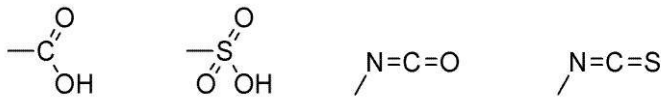


10



—SH      —OH      —NH<sub>2</sub>

20



【 0 0 2 3 】

一般式 ( X ) 中、L<sup>1</sup> 及び L<sup>4</sup> はそれぞれ独立に二価の連結基である。L<sup>1</sup> 及び L<sup>4</sup> で表される二価の連結基としては、- O -、- S -、- CO -、- NR -、- C = N -、二価の鎖状基、二価の環状基、及び、これらの基が 2 以上組み合わせられてなる二価の連結基からなる群より選ばれる連結基が挙げられる。R は炭素原子数が 1 から 7 のアルキル基又は水素原子を表す。R としては、炭素原子数 1 から 4 のアルキル基又は水素原子であることが好ましく、メチル基、エチル基又は水素原子であることがさらに好ましく、水素原子であることがもっとも好ましい。

30

なかでも、- O -、- CO -、二価の鎖状基、及び二価の環状基から選ばれる連結基を 2 以上、好ましくは、4 以上連結してなる連結基が好ましい。

二価の鎖状基としては、アルキレン基、アルケニレン基、アルキニレン基等が挙げられる。アルキレン基は、分岐を有していてもよい。アルキレン基の炭素数は 1 ~ 12 であることが好ましい。アルケニレン基、及びアルキニレン基におけるアルキレン部分も、既述のアルキレン基と同様である。

また、これらの基はさらに置換基を有していてもよく導入可能な置換基としては、塩素原子、臭素原子、フッ素原子等のハロゲン原子が挙げられる。

40

二価の鎖状基の具体例としては、エチレン、トリメチレン、プロピレン、テトラメチレン、2 - メチル - テトラメチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、オクタメチレン、2 - ブテニレン、2 - ブチニレン等が挙げられる。

【 0 0 2 4 】

二価の環状基に含まれる環としては、5 員環、6 員環、又は 7 員環であることが好ましく、5 員環又は 6 員環であることがさらに好ましく、6 員環であることが最も好ましい。

環状基に含まれる環は、単環であっても、縮合環であってもよいが、単環であることが好ましい。

環状基に含まれる環は、芳香環、脂肪環、及び複素環のいずれでもよい。

芳香環としては、ベンゼン環、ナフタレン環等が挙げられる。脂肪環としては、シクロ

50

ヘキサン環が挙げられる。複素環としては、ピリジン環、ピリミジン環等が挙げられる。

二価の環状基としては、好ましくは、ベンゼン環を有する1,4-フェニレン、ナフタレン環を有するナフタレン-1,5-ジイル、ナフタレン-2,6-ジイル、シクロヘキサン環を有する1,4-シクロヘキシレン、ピリジン環を有するピリジン-2,5-ジイル、ピリミジン環を有するピリミジン-2,5-ジイル等が好ましいものとして挙げられる。

二価の環状基は、さらに置換基を有していてもよい。導入可能な置換基の例には、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、炭素原子数が1~5のアルキル基、炭素原子数が1~5のハロゲン置換アルキル基、炭素原子数が1~5のアルコキシ基、炭素原子数が1~5のアルキルチオ基、炭素原子数が2~6のアシルオキシ基、炭素原子数が2~6のアルコキシカルボニル基、カルバモイル基、炭素原子数が2~6のアルキル置換カルバモイル基、炭素原子数が2~6のアシルアミノ基が挙げられる。

【0025】

一般式(X)中、 $L^2$ 又は $L^3$ はそれぞれ独立に単結合又は二価の連結基を表す。 $L^2$ 及び $L^3$ が二価の連結基を表す場合、二価の連結基は、 $L^1$ 及び $L^4$ におけるのと同義であるそれぞれ独立に、-O-、-S-、-CO-、-NR-、-C=N-、二価の鎖状基、二価の環状基及びそれらの組み合わせからなる群より選ばれる二価の連結基又は単結合であることが好ましい。上記Rは炭素原子数が1から7のアルキル基又は水素原子であり、炭素原子数1から4のアルキル基又は水素原子であることが好ましく、メチル基、エチル基又は水素原子であることがさらに好ましく、水素原子であることがもっとも好ましい。

二価の鎖状基、及び二価の環状基については $L^1$ 及び $L^4$ の定義と同義である。  
 $L^2$ 又は $L^3$ として好ましい二価の連結基としては、-COO-、-OCO-、-OCCOO-、-OCONR-、-COS-、-SCO-、-CONR-、-NRCO-、-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-、-C=C-COO-、-C=N-、-C=N-N=C-、等が挙げられる。

【0026】

一般式(X)において、nは0、1、2、又は3である。nが2又は3の場合、二つの $L^3$ は同じであっても異なってもよく、二つの $Cy^2$ も同じであっても異なってもよい。nは1又は2であることが好ましく、1であることがさらに好ましい。

【0027】

一般式(X)において、 $Cy^1$ 、 $Cy^2$ 及び $Cy^3$ は、それぞれ独立に、二価の環状基を表す。 $Cy^1$ 、 $Cy^2$ 及び $Cy^3$ における二価の環状基は、 $L^1$ 及び $L^4$ における二価の環状基と同義である。

【0028】

以下に、一般式(X)で表される重合性液晶化合物の例を示す。本発明はこれらに限定されるものではない。

【0029】

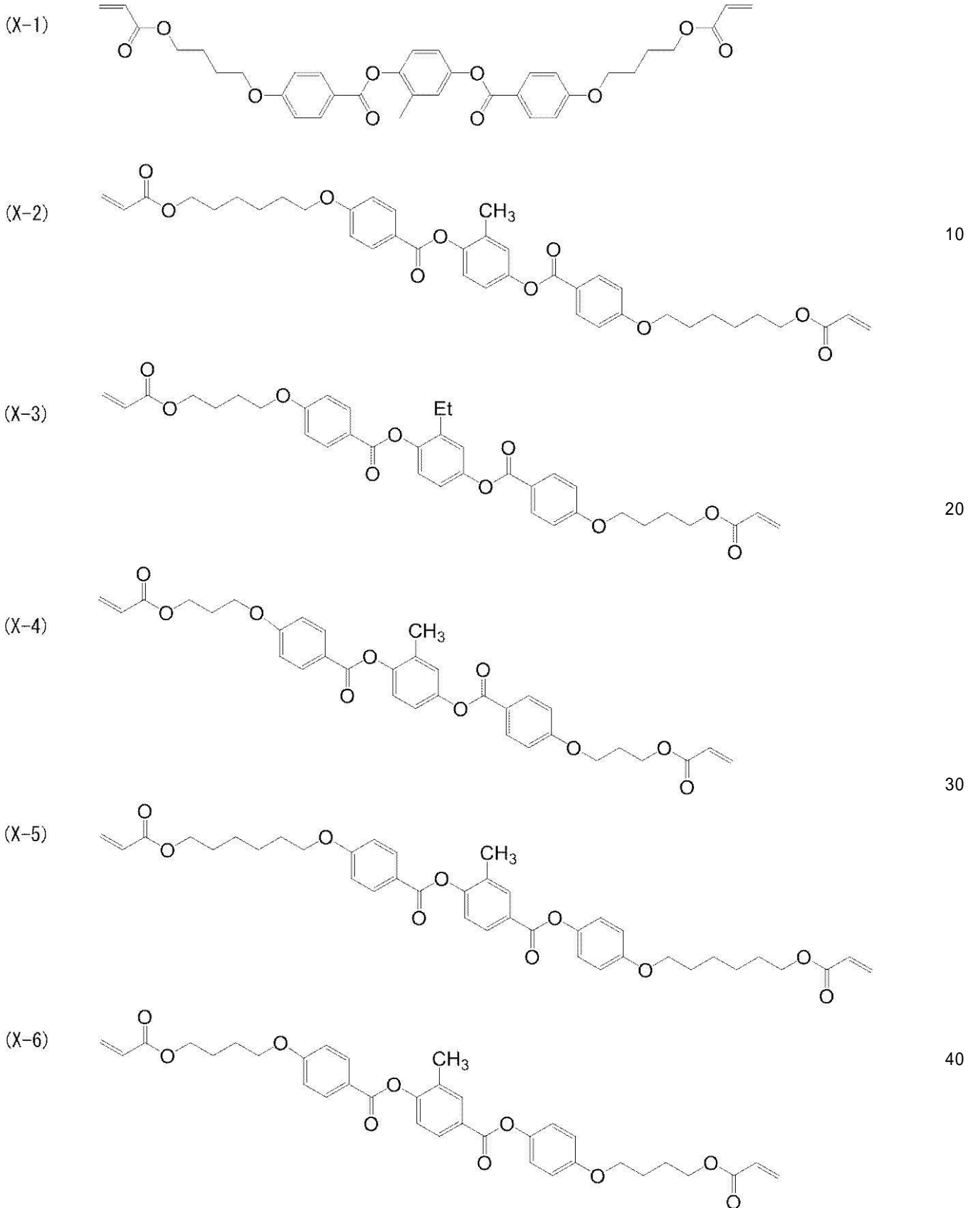
10

20

30



## 【化 2】



## 【 0 0 3 0 】

また、棒状液晶化合物としては、一般式 (X) で表される重合性棒状液晶化合物に加え、下記一般式 (V) で表される化合物をさらに用いてもよい。

一般式 (V)  $M^1 - (L^1)_p - Cy^1 - L^2 - (Cy^2 - L^3)_n - Cy^3 - (L^4)_q - M^2$

式中、 $M^1$ 、及び、 $M^2$  はそれぞれ独立に、水素原子、アルキル基、アリール基、ヘテロ環基、シアノ基、ハロゲン、 $-SCN$ 、 $-CF_3$ 、ニトロ基、又は、 $Q^1$  を表すが、 $M^1$ 、及び、 $M^2$  の少なくとも一つは、 $Q^1$  以外の基を表す。

なお、 $M^1$ 、及び、 $M^2$  の少なくとも一つが  $Q^1$  を表す場合には、一般式 (X) で表される化合物は、重合性液晶化合物となり、 $M^1$ 、及び、 $M^2$  の双方が  $Q^1$  以外の前記置換基を表す場合には、一般式 (X) で表される化合物は、重合性を持たない液晶化合物となる。

なお、一般式 (V) 中、 $p$  及び  $q$  は 0、又は 1 を表し、 $Q^1$ 、 $L^1$ 、 $L^2$ 、 $L^3$ 、 $L^4$ 、 $Cy^1$ 、 $Cy^2$ 、 $Cy^3$  及び  $n$  は一般式 (X) における  $Q^1$ 、 $L^1$ 、 $L^2$ 、 $L^3$ 、 $L^4$ 、 $Cy^1$ 、 $Cy^2$ 、 $Cy^3$  及び  $n$  とそれぞれ同義である。

$M^1$ 、及び、 $M^2$  が、 $Q^1$  以外である場合、水素原子、アルキル基、アリール基、又はシアノ基であることが好ましく、より好ましくは、炭素数 1 ~ 4 のアルキル基、又は、フェニル基であり、 $p$  及び  $q$  は 0 である。

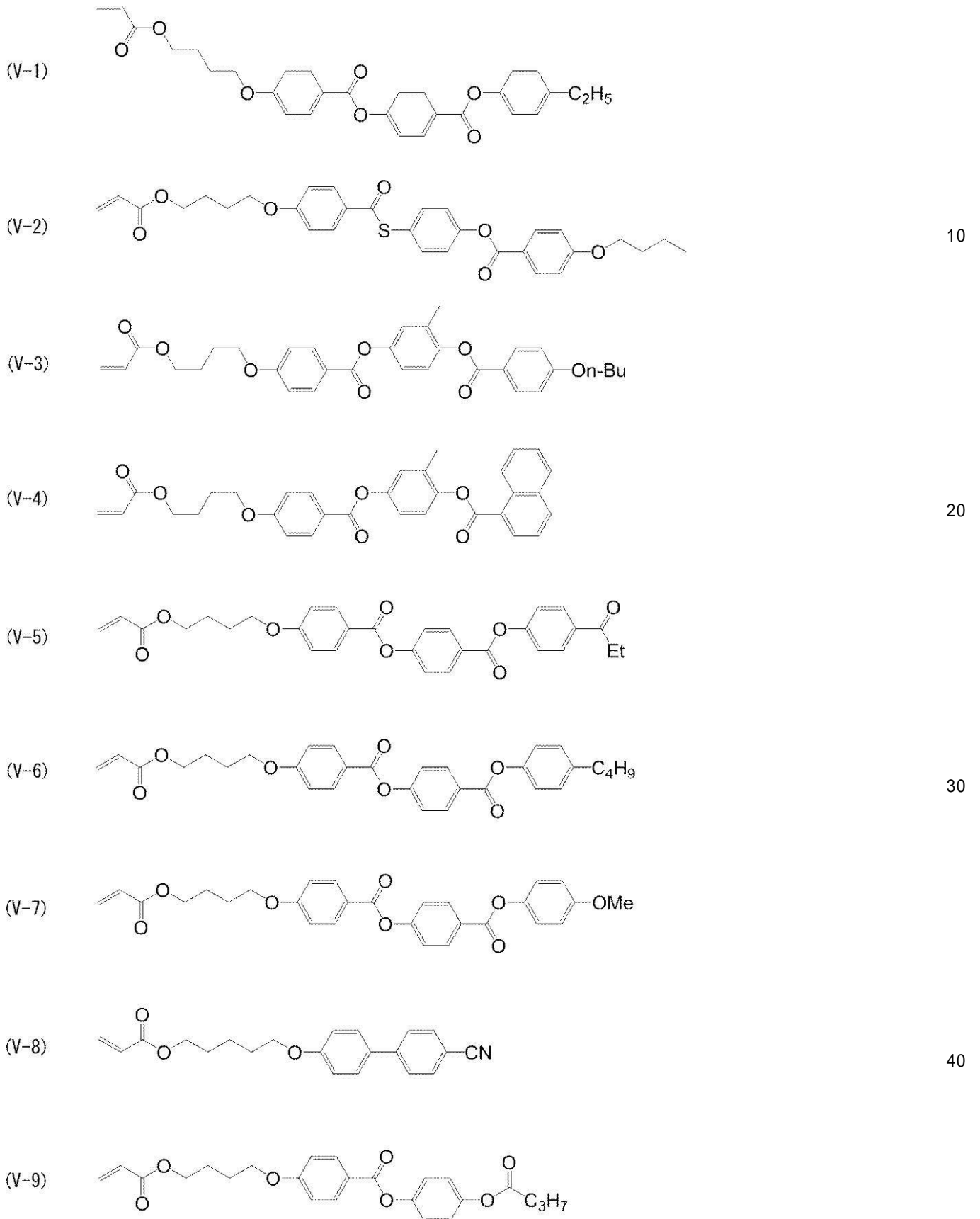
#### 【0031】

また、一般式 (X) で表される重合性棒状液晶化合物と、一般式 (V) で表される化合物を併用する場合、一般式 (X) で表される重合性棒状液晶化合物及び一般式 (V) で表される化合物の総質量に対する一般式 (V) で表される化合物の好ましい含有比率としては、0.1 質量% ~ 40 質量% であり、より好ましくは、1 質量% ~ 30 質量% であり、更に好ましくは、5 質量% ~ 20 質量% である。

以下に、一般式 (V) で表される化合物の好ましい例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 【0032】

## 【化 3】



## 【 0 0 3 3 】

本発明における液晶組成物に含まれる重合性液晶化合物及び併用可能な液晶化合物の含有量は、液晶組成物に対して、10質量%～50質量%の範囲であることが好ましく、20質量%～40質量%の範囲であることがより好ましい。

## 【0034】

- キラル剤 -

本発明に係る(A)液晶粒子の作製に用いられる液晶組成物は、キラル剤を含有することが好ましい。光反射層(右)12(図1参照)は、HTPが $30\mu\text{m}^{-1}$ 以上である右旋回性のキラル剤を含有し、光反射層(左)14は、HTPが $30\mu\text{m}^{-1}$ 以上である左旋回性のキラル剤を含有することが効果の観点から好ましい。なお、HTP(helical twisting power)は、以下の式で表される。

(式)：

$$\text{HTP} = 1 \div \{ (\text{コレステリック液晶相に含まれる液晶のらせんピッチ長}(\mu\text{m})) \times (\text{コレステリック液晶相の固形分中のキラル剤の質量\%濃度}) \}$$

(ただし、コレステリック液晶相に含まれる液晶のらせんピッチ長( $\mu\text{m}$ )は(選択反射波長( $\mu\text{m}$ )) $\div$ (コレステリック液晶相の固形分の平均屈折率)で算出される。)

HTPは、キラル剤が液晶を捻る力の指標といえる。HTPは高いと捻る力が強くなるため、HTPは高いことが好ましい。キラル剤は、公知の種々のキラル剤(例えば、液晶デバイスハンドブック、第3章4-3項、TN、STN用カイラル剤、199頁、日本学術振興会第一42委員会編、1989に記載)から選択することができる。

キラル剤は、一般に不斉炭素原子を含むが、不斉炭素原子を含まない軸性不斉化合物あるいは面性不斉化合物もキラル剤として用いることができる。軸性不斉化合物又は面性不斉化合物の例には、ピナフチル、ヘリセン、パラシクロファン及びこれらの誘導体が含まれる。

キラル剤は、重合性基を有していてもよい。キラル剤が重合性基を有するとともに、併用する棒状液晶化合物も重合性基を有する場合は、例えば、重合性基を有するキラル剤と重合性棒状液晶化合物との重合反応により、棒状液晶化合物から誘導される繰り返し単位と、キラル剤から誘導される繰り返し単位とを有するポリマーを形成することができる。この態様では、重合性基を有するキラル剤が有する重合性基は、重合性棒状液晶化合物が有する重合性基と、同種の基であることが好ましい。従って、キラル剤の重合性基も、不飽和重合性基、エポキシ基又はアジリジニル基であることが好ましく、不飽和重合性基であることがさらに好ましく、エチレン性不飽和重合性基であることが特に好ましい。

また、キラル剤は、液晶化合物であってもよい。

## 【0035】

キラル剤は、併用される棒状液晶化合物に対して、1モル%~30モル%の範囲で含有することが好ましい。キラル剤の使用量は、より少なくした方が液晶性に影響を及ぼさないことが多いため好まれる。従って、キラル剤として用いられる光学活性化合物は、少量でも所望の螺旋ピッチの揃え配向を達成可能なように、強い揃え力のある化合物が好ましい。

この様な、強い揃え力を示すキラル剤としては、例えば、特開2010-181852号公報、特開2003-287623号公報、特開2002-80851号公報、特開2002-80478号公報、特開2002-302487号公報、に記載のキラル剤が挙げられ、本発明に好ましく用いることができる。さらに、これらの公開公報に記載されているイソソルビド化合物類については対応する構造のイソマンニド化合物類を用いることもでき、これらの公報に記載されているイソマンニド化合物類については対応する構造のイソソルビド化合物類を用いることもできる。

## 【0036】

右旋回性のキラル剤として揃え力が強いものが市販品として入手可能である。例えば、HTPが $30\mu\text{m}^{-1}$ 以上である右旋回性のキラル剤としては、LC756(BASF社製)が挙げられ、このような市販品は本発明に好ましく用いることができる。

右旋回性のキラル剤のHTPは、 $40\mu\text{m}^{-1}$ 以上であることが好ましく、 $50\mu\text{m}^{-1}$ 以上であることがより好ましい。

## 【0037】

一方、HTPが $30\mu\text{m}^{-1}$ 以上である左旋回性のキラル剤としては、特に制限はなく

、公知のものを用いてもよい。また、好ましい左旋回性のキラル剤として、以下に示す一般式(1)～一般式(4)で表されるキラル剤が挙げられる。

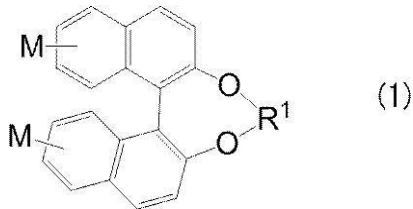
左旋回性のキラル剤のHTPは、 $33\ \mu\text{m}^{-1}$ 以上であることが好ましく、 $35\ \mu\text{m}^{-1}$ 以上であることがより好ましい。

【0038】

本発明において好ましく用いられる左旋回性のキラル剤としては、下記一般式(1)又は下記一般式(2)で表される化合物が挙げられ、さらに好ましい例として、下記一般式(3)又は一般式(4)で表される化合物が挙げられる。

【0039】

【化4】



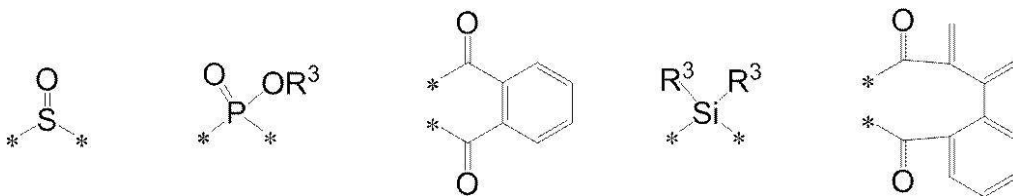
10

【0040】

(一般式(1)中、Mはそれぞれ独立に水素原子又は置換基を表し、R<sup>1</sup>は以下に示す連結基のいずれかを表す。

【0041】

【化5】



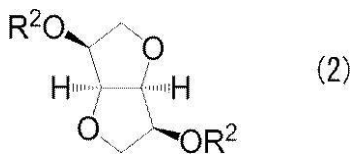
20

【0042】

ただし、\*はそれぞれ一般式(1)中の酸素原子との結合部位を表す。R<sup>3</sup>はそれぞれ独立に炭素数1から3のアルキル基又は炭素数6から10のアリール基を表す。)

【0043】

【化6】



30

【0044】

(一般式(2)中、R<sup>2</sup>は以下に示す置換基のいずれかを表し、2つのR<sup>2</sup>は互いに同じでも異なってもよい。

【0045】

【化7】



40

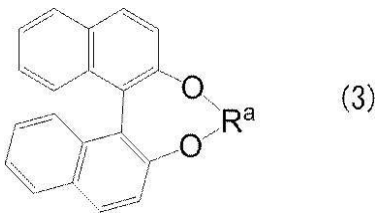
【0046】

ただし\*はそれぞれ一般式(2)中の酸素原子との結合部位を表す。Y<sup>1</sup>はそれぞれ独立に単結合、-O-、-C(=O)O-、-OC(=O)-、-OC(=O)O-のいずれかを表し、Sp<sup>1</sup>はそれぞれ独立に単結合又は炭素数1から8のアルキレン基を表し、Z<sup>1</sup>はそれぞれ独立に水素原子又は(メタ)アクリル基を表し、nは1以上の整数を表す。)

50

【 0 0 4 7 】

【 化 8 】



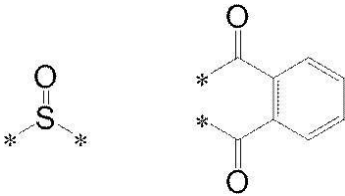
【 0 0 4 8 】

(一般式(3)中、 $R^a$ は以下に示す連結基のいずれかを表す。

10

【 0 0 4 9 】

【 化 9 】



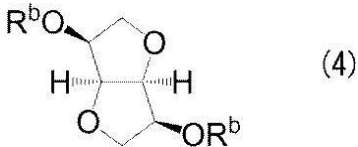
【 0 0 5 0 】

ただし\*はそれぞれ一般式(3)中の酸素原子との結合部位を表す。

【 0 0 5 1 】

20

【 化 1 0 】



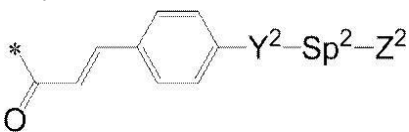
【 0 0 5 2 】

(一般式(4)中、 $R^b$ は以下に示す置換基を表し、2つの $R^b$ は互いに同じでも異なってもよい。

【 0 0 5 3 】

【 化 1 1 】

30



【 0 0 5 4 】

ただし\*は一般式(4)中の酸素原子との結合部位を表し、 $Y^2$ は単結合、 $-O-$ 、 $-O-C(=O)-$ のいずれかを表し、 $Sp^2$ は単結合又は炭素数1から8のアルキレン基を表し、 $Z^2$ は水素原子又は(メタ)アクリル基を表す。

【 0 0 5 5 】

キラル剤は、旋回性、配向性が均一であるという観点から、液晶組成物(右)、及び液晶組成物(左)のそれぞれに1種のみを用いることが好ましい。

40

キラル剤を液晶組成物に使用する際の含有量は、重合性液晶化合物に対して、1モル%~30モル%の範囲であることが好ましい。

キラル剤の含有量が多くなるに従い、液晶性に影響を及ぼすことが懸念されるため、含有量が少ないことが好ましく、このため、少量を添加した場合でも、所望の旋回性が得られる捩り力の強い化合物方を用いることが好ましい。

【 0 0 5 6 】

- 重合開始剤 -

光反射層の形成に使用される液晶組成物は、(A)液晶粒子の安定性の観点から、液晶組成物が硬化性を有することが好ましいため、さらに、重合開始剤を含有することが好ま

50

しい。

重合開始剤としては、熱重合開始剤、光重合開始剤のいずれであってもよいが、熱による基材又は液晶組成物膜等が変形、変質するのを防ぐためにも、光重合反応又は電子線照射による重合反応が好ましく、そのような観点からは、光重合開始剤が好ましい。すなわち、本発明における(A)液晶積層粒子を製造する場合、例えば、重合性液晶化合物の配向状態を、重合性液晶化合物と光重合開始剤を含む組成物に対して紫外線等の活性光線、電子線等を照射することにより進行する硬化反応によって固定化することが好ましい。

【0057】

光重合開始剤の例には、  
 - カルボニル化合物(米国特許第2367661号、同2367670号の各明細書記載)、アシロインエーテル(米国特許第2448828号明細書記載)、  
 - 炭化水素置換芳香族アシロイン化合物(米国特許第2722512号明細書記載)、多核キノン化合物(米国特許第3046127号、同2951758号の各明細書記載)、トリアリールイミダゾールダイマーとp-アミノフェニルケトンとの組み合わせ(米国特許第3549367号明細書記載)、アクリジン及びフェナジン化合物(特開昭60-105667号公報、米国特許第4239850号明細書記載)及びオキサジアゾール化合物(米国特許第4212970号明細書記載)等が挙げられる。

重合開始剤は市販品を用いてもよく、例えば、BASF社製、イルガキュア(Irgacure)819等を挙げることができる。

【0058】

液晶組成物に光重合開始剤を使用する場合の含有量は、液晶組成物に対して、0.1質量%~20質量%の範囲であることが好ましく、1質量%~8質量%であることがさらに好ましい。なお、液晶組成物が溶媒を含む塗布液組成物である場合には、上記含有量は固形分換算の値である。光重合開始剤の含有量が上記範囲において、液晶の配向固定化に影響を及ぼすことなく、添加による硬化性向上効果が十分に得られる。

液晶化合物が重合開始剤を含む場合の硬化のためのエネルギー付与は、紫外線等の照射を行うことが好ましく、照射エネルギーは、 $10\text{ mJ/cm}^2 \sim 50\text{ J/cm}^2$ であることが好ましく、 $50\text{ mJ/cm}^2 \sim 800\text{ mJ/cm}^2$ であることがさらに好ましい。

光重合反応を促進するため、加熱条件下で光照射を実施してもよい。加熱条件は、基材等に影響を与えない範囲、すなわち、 $25 \sim 160$  の範囲が好ましい。

また、重合硬化反応時における酸素による重合阻害抑制の観点からは、窒素等の不活性ガス雰囲気下とする等、酸素濃度を低下させた雰囲気中で重合反応を行うことが好ましい。好ましい酸素濃度としては、10%以下が好ましく、7%以下がさらに好ましく、3%以下が最も好ましい。

【0059】

液晶組成物に用いる重合性液晶化合物の重合反応率は、コレステリック液晶構造を有する膜の機械的強度の保持性を向上させたり、未反応物が液晶相等に流出するのを抑えたりし易い等の観点から、70%以上であることが好ましく、80%以上であることがより好ましく、90%以上であることがよりさらに好ましい。重合反応率を向上させるためには照射する紫外線の照射量を増大する方法又は窒素雰囲気下あるいは加熱条件下での重合が効果的である。また、一旦重合させた後に、重合温度よりも高温状態で保持して熱重合反応によって反応をさらに進める方法、又は再度紫外線を照射する方法も用いることができる。重合反応率の測定は重合反応性の結合基の赤外振動スペクトルの吸収強度を重合前後で比較することによって行うことができる。

【0060】

- 配向制御剤 -

光反射層の形成に使用される液晶組成物中には配向制御剤を含有してもよい。

液晶組成物中に配向制御剤を含有することで、空気界面において重合性液晶化合物又は、併用される非重合性の液晶化合物の分子のチルト角を低減若しくは実質的に水平配向させることができる。

なお、本明細書で「水平配向」とは、液晶化合物の分子長軸と形成される膜面が平行で

10

20

30

40

50

ある状態で配向していることを指すが、液晶化合物の分子長軸と形成される膜面とは厳密に平行であることを要するものではなく、膜面との水平面と、液晶化合物の分子長軸とのなす傾斜角が20°未満である場合は、本明細書における「水平配向」に包含されるものとする。

液晶性化合物が空気界面付近で水平配向して固定化される場合、配向欠陥が出にくいいため、形成される光反射層の選択反射波長以外の領域における透明性（光透過性）がより高くなり、また選択反射波長領域での反射率がより増大する。このため、水平配向に有用な配向制御剤を用いることが好ましい。

一方、液晶性化合物のチルト角が大きい場合には、コレステリックの螺旋軸が膜面法線からずれるため、選択反射波長領域における反射率が低下したり、フィンガープリントパターンが発生してヘイズが増大したり、回折性を示したりするため好ましくない。

配向制御剤として利用可能な化合物としては、含フッ素（メタ）アクリレート系ポリマーの例は、特開2007-272185号公報の[0018]～[0043]等に記載がある。

本発明に用いられる配向制御剤としては、特開2012-211306号公報の段落番号[0012]～[0030]に記載の化合物、特開2012-101999号公報の段落番号[0037]～[0044]に記載の化合物、特開2007-272185号公報の段落番号[0018]～[0043]に記載の含フッ素（メタ）アクリレートポリマー、特開2005-099258号公報に合成方法と共に詳細に記載された化合物、等挙げることができる。

#### 【0061】

配合制御剤は1種のみを用いてもよいが、2種以上を組み合わせる用いることが好ましく、2種以上のフッ素系配向制御剤を組み合わせる用いることがより好ましい。

#### 【0062】

第1の配向制御剤としては、より具体的には、少なくとも1つのペルフルオロアルキル鎖を有する化合物を挙げることができる。第1の配向制御剤が非重合性であることが好ましい。

第1の配向制御剤としては、少なくとも2本以上のペルフルオロアルキル鎖を有する化合物であることが好ましく、ペルフルオロアルキル鎖を2本有する化合物であることがより好ましい。

第1の配向制御剤を用いる場合の好ましい含有量としては、液晶組成物中の重合性液晶化合物に対して0.03質量%以上含まれることが好ましく、0.10質量%以上含まれることがさらに好ましい。

第1の配向制御剤は、特開2002-129162号公報、特開2002-97170号、及び当該公報において引用されている文献に記載される合成法を適宜選択して組み合わせることにより合成することができる。また、その他の公知の合成法も必要に応じて組み合わせることにより合成することができる。

#### 【0063】

また、第1の配向制御剤と共に用いられる他の配合制御剤（第2の配向制御剤とも称する）としては、第1の配向制御剤と異なる化合物であれば、特に制限はないが、既述の一般式(1)で表される化合物を用いることが好ましい。

第2の配向制御剤としては、より具体的には、ペルフルオロアルキル鎖を6本有する化合物であることが好ましい。また、第2の配向制御剤も、非重合性化合物であることが好ましい。

第2の配向制御剤を用いる場合の含有量としては、液晶組成物中に含まれる重合性液晶化合物に対して0.003質量%～1.0質量%であることが好ましく、0.005質量%～1.0質量%であることがより好ましい。

第2の配向制御剤として用いることができる化合物は、特開2002-129162号公報、特開2002-97170号、及び当該公報において引用されている文献に記載される合成法を適宜選択して組み合わせることにより合成することができる。また、その他

10

20

30

40

50



の公知の合成法も必要に応じて組み合わせることにより合成することができる。

【0064】

- その他の成分 -

光反射層の形成に使用される液晶組成物は、重合性液晶化合物、好ましい併用成分である、それぞれの旋回性に応じたキラル剤、重合開始剤、配向制御剤に加えて、必要に応じて溶媒、及び他の添加剤（例えば、セルロースエステル）を含むことができる。

【0065】

液晶組成物が溶媒を含む場合に用いられる溶媒としては、有機溶媒が好ましく用いられる。有機溶媒の例には、アミド（例、N, N - ジメチルホルムアミド）、スルホキシド（例、ジメチルスルホキシド）、ヘテロ環化合物（例、ピリジン）、炭化水素（例、ベンゼン、ヘキサン）、アルキルハライド（例、クロロホルム、ジクロロメタン）、エステル（例、酢酸メチル、酢酸ブチル）、ケトン（例、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン）、エーテル（例、テトラヒドロフラン、1, 2 - ジメトキシエタン）を挙げることができる。なかでも、アルキルハライド及びケトンが好ましい。

有機溶媒は1種のみを用いてもよく、2種類以上を併用してもよい。

【0066】

以下、1層の光反射層を形成する方法（光反射層形成工程）を詳細に述べる。本発明においては、2層以上の光反射層を形成することが必要であるが、光反射層を形成する液晶組成物を変えて、同様の工程を繰り返すことで積層構造の光反射層を形成することができる。

光反射層形成工程は、コレステリック液晶相が固定されて、光反射層が形成される工程である。ここで、液晶相を「固定化した」状態は、コレステリック液晶相となっている液晶化合物の配向が保持された状態が最も典型的であり、且つ好ましい態様である。

本発明においては、紫外線照射によって進行する硬化反応により、コレステリック液晶相の配向状態を固定することが好ましい。

なお、本発明においては、コレステリック液晶相の光学的性質が層中において保持されていれば十分であり、最終的に光反射層中の液晶性混合物がもはや液晶性を示す必要はない。例えば、液晶性混合物が、硬化反応により高分子量化して、もはや液晶性を失っていてもよい。

【0067】

< コレステリック液晶構造を有する光反射層の構造 >

上述のとおり、コレステリック液晶構造を有する膜はコレステリック液晶相を固定してなる光反射層（以下、光反射層と省略することがある）を有する。

本発明の（A）液晶粒子を形成するために使用する光反射層は、既述のように右旋回性のコレステリック液晶相を固定してなる光反射層（光反射層（右））と、左旋回性のコレステリック液晶相を固定してなる光反射層（光反射層（左））の双方をそれぞれ1層ずつ有する、2層以上の積層構造を有する光反射層である。

光反射層（右）と光反射層（左）とは、いずれも使用される重合性液晶化合物が有する固有の螺旋ピッチに基づいて、特定の波長の光を反射する光選択反射性を示す。本発明の1つの好ましい実施形態では、隣接する光反射層（右）と光反射層（左）とは、それぞれのコレステリック液晶相の螺旋方向が互いに逆であるとともに、その反射中心波長  $\lambda_1$   $\lambda_5$  が同一であることが好ましい。

【0068】

本発明においては、所望の可視光を反射しうる華やかな色相の液晶粒子を形成することが目的であり、光反射層が有する選択反射波長は可視光域に反射光の主波長を有することが好ましい。本発明においては、（A）液晶粒子が、光反射層（右）と光反射層（左）とを積層してなる2層以上の積層構造の光反射層を有することにより、より広い範囲の波長の可視光を反射しうると共に、反射率も相加的により高い性能を示すことになる。

また、所望により、積層される2層以上の光反射層として、互いに異なる反射光の主波長の光反射層を選択することにより、積層体は、2以上の主波長に優れた反射能を有する

10

20

30

40

50

ことになり、得られた(A)液晶粒子を、複雑な色相を有する、より華やかなパール光沢を有するものとすることができる。

【0069】

得られた光反射層を粉碎又は裁断して(A)液晶粒子を得る。

基材上に光反射層を形成した場合には、基材を剥離してから粉碎することが好ましい。また、基材として反射性能に影響を与えない素材を用いた場合であって、基材自体が極めて薄い場合(例えば、8 $\mu\text{m}$ 以下)には、基材ごと粉碎して液晶粒子としてもよい。

形成された各光反射層の厚み(単層の厚み)は、1 $\mu\text{m}$ ~10 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、2 $\mu\text{m}$ ~7 $\mu\text{m}$ であることがより好ましく、2層以上の積層構造の光反射層膜全体の厚さは、得られる(A)液晶粒子の厚みを好ましい範囲に制御する観点から、1 $\mu\text{m}$ ~50 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、3 $\mu\text{m}$ ~30 $\mu\text{m}$ であることがより好ましく、4 $\mu\text{m}$ ~10 $\mu\text{m}$ であることが特に好ましい。

10

【0070】

光反射層を粉碎する方法には特に制限はないが、例えば、光反射層が基材を含む場合は、予め基材を剥離し、基材が剥離された光反射層フィルムを破砕してフレーク状にし、更に微粒子のサイズまで粉碎することで作製することができる。

粉碎は、乾式粉碎であっても、湿式粉碎であってもよい。

粉碎した液晶粒子は、分級して平均円相当径が1000 $\mu\text{m}$ 以下のものを分取することが好ましい。分級は公知の方法、例えば、サイクロン等を用いて分級する方法、メッシュろ過による分級方法等を挙げることができる。

20

粉碎により得られる(A)液晶粒子10は図1に示すように、光反射層(右)12及び光反射層(左)14を有する層構造であり、積層面16aの平均粒子径( $l$ )は0.1 $\mu\text{m}$ ~1000 $\mu\text{m}$ の範囲にあることが好ましく、積層断面16bの厚み( $d$ )は0.5 $\mu\text{m}$ ~50 $\mu\text{m}$ の範囲であることが好ましい。

本発明においては、積層面16aの平均粒子径は平均円相当径を採用している。

液晶粒子の厚み( $d$ )及び平均円相当径( $l$ )は、以下の方法により測定される。

液晶粒子を平滑面にのせ、振動を掛けてムラのないように分散する。100個の液晶粒子について、光学顕微鏡により拡大して、粒子の最大厚さ( $d$ )と上から見た面(積層面16a)の円相当径( $l$ )を測定し、それぞれの算術平均値を求めることにより算出する。なお、円相当径は、各々の粒子に対して、2次元画像の面積から同一の面積を有する円の直径として算出される。光学顕微鏡の拡大倍率は測定される粒子のサイズにより決定され、測定対象粒子の円相当径と倍率とを掛けたとき、1000程度となる拡大倍率で測定することが、測定精度の観点から好ましい。具体的には、例えば、用いる(A)液晶粒子のサイズが1 $\mu\text{m}$ ~数 $\mu\text{m}$ 程度であれば、拡大倍率は1000倍であることが好ましく、20 $\mu\text{m}$ 程度であれば50倍であることが好ましい。

30

本発明に使用することができる分級後の(A)液晶粒子は、平均円相当径が0.1 $\mu\text{m}$ ~1000 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、より好ましくは1 $\mu\text{m}$ ~500 $\mu\text{m}$ であり、特に好ましくは5 $\mu\text{m}$ ~200 $\mu\text{m}$ の範囲である。積層面16aにおける平均円相当径が上記範囲において、色純度及び彩度が高く、パール光沢感の高いパール剤を得ることができる。得られた液晶粒子をメイクアップ化粧品に使用した場合には、華やかな光沢を皮膚に付与することができ、皮膚への適用時における感触も良好となる。

40

【0071】

得られた(A)液晶粒子の形状は、図1に示すように、光反射層の積層面16aが積層断面16bに対して相対的に大きい、平板状の粒子であることが好ましい。形状が平板状粒子であれば、液晶粒子10を上(積層面16a側)から見た形状には特に制限はなく、円形状、楕円形状、多角形状、鱗片状等のいずれであってもよく、なかでも、皮膚への感触を考慮すれば円形、又は楕円形の平板状粒子であることがより好ましい。

【0072】

粉碎又は裁断して得られた(A)液晶粒子は、洗浄することで未反応の液晶化合物、キラル剤等を十分に除去することが、パール剤としての機能向上、及び低分子化合物による

50

皮膚刺激抑制の観点から好ましい。

効果的な洗浄方法としては、SP値が  $8.5 \text{ MPa}^{1/2} \sim 12 \text{ MPa}^{1/2}$  の有機溶媒を用い、35 以上の温度で洗浄することが好ましい。

これは、積層構造の光反射層を粉碎又は裁断して得られた(A)液晶粒子は、光反射層の状態では外部との界面に接していなかった膜内部が外部との界面に接することとなり、このとき、新たに外部との界面に接することになった膜内部に含まれる不純物や未反応の重合性液晶化合物等を十分に洗浄して除去することにより、得られた(A)液晶粒子は、分散媒への分散性、又は、分散媒中での選択反射波長における光反射性能が良好となるためである。

洗浄工程によって除去される不純物や不要成分としては、例えば、未反応の重合性液晶化合物キラル剤、配向制御剤、所定のサイズよりも小さく粉碎され、選択反射光の彩度向上効果が得難い粒子、例えば平均円相当径が  $1 \mu\text{m}$  以下の固形不純物、重合性を有しない不純物等を挙げることができる。

#### 【0073】

洗浄は、35 以上の温度で行われることが重合性液晶化合物の除去性の観点から好ましく、洗浄温度は40 以上、且つ、用いる有機溶媒の沸点以下であることが、分散媒に分散させたときの選択反射波長における光反射性能をより改善する観点からより好ましく、40 ~ 60 であることが特に好ましい。

洗浄に用いる有機溶媒のSP値が上記範囲であることで、未反応成分の溶解性が良好となり、好ましい。有機溶媒のSP値は  $8.5 \text{ MPa}^{1/2} \sim 10 \text{ MPa}^{1/2}$  であることがより好ましい。SP値が  $8.5 \text{ MPa}^{1/2} \sim 12 \text{ MPa}^{1/2}$  である有機溶媒としては、例えば、酢酸ブチル ( $8.5 \text{ MPa}^{1/2}$ )、トルエン ( $8.8 \text{ MPa}^{1/2}$ )、メチルエチルケトン ( $9.3 \text{ MPa}^{1/2}$ )、アセトン ( $10 \text{ MPa}^{1/2}$ ) 等を挙げることができる。

#### 【0074】

本明細書におけるSP値は、Fedor法を用いた計算により得られ、公知の文献(既知のデータ集等)によっても得られる。ここでFedor法は、化合物の基本構造より計算される値であり、具体的には、 $e$  (各原子または原子団の蒸発エネルギー)と  $v$  (各原子または原子団のモル容積)の値から、下記式に従って計算される値である(参考: 山本秀樹著、「SP値 基礎・応用と計算方法」、第4刷、(株)情報機構、2006年4月3日、p. 66 - 67)。

$$SP \text{ 値} ( ) = ( e / v )^{1/2}$$

#### 【0075】

本発明のメイクアップ化粧品には、(A)液晶粒子は1種のみを含んでいてもよく、2種以上を併用してもよい。(A)液晶粒子の好ましい配合量はメイクアップ化粧品の剤型によって異なる。口紅等の油性化粧料の場合には、0.1質量% ~ 15質量%の範囲が好ましく、リキッドファンデーション等の乳化化粧料の場合には、0.1質量% ~ 10質量%の範囲が好ましく、アイシャドウ等の粉末化粧料の場合には、1質量% ~ 50質量%の範囲が好ましい。

#### 【0076】

##### [(B)油性成分]

本発明のメイクアップ化粧品には、さらに、油性成分を含有することができる。一般に、公知のパール剤は、油性成分と併用することでパール光沢が低下する傾向があるが、本発明における(A)液晶粒子は油性成分と併用しても優れたパール光沢が維持されるため、油性成分と併用することで本発明の効果が著しいといえる。

油性成分としては、一般に化粧品に用いられているものの中から安定性を損なわない範囲で選択することができ、例えば、(B-1)パラフィン、脂肪酸エステル、ワックス、及びロウからなる群より選ばれる少なくとも1種類の固体状の油性成分、及び、(B-2)炭化水素油、エステル油、植物油、及びシリコン油からなる群より選ばれる少なくとも1種の液状油剤(液状の油性成分)を挙げることができる。

10

20

30

40

50

メイクアップ化粧品には、目的に応じて、(B-1)固体状の油性成分、及び、(B-2)液状油剤のいずれか一方のみを含むことができ、双方を含むこともできる。

【0077】

(B-1)固体状油性成分

固体状油性成分としては、パラフィン、脂肪酸エステル、ワックス、及びロウから選ばれる1種以上が挙げられる。

パラフィンとしては、パラフィン性化合物及びイソパラフィン性化合物、水素化イソパラフィン性分子、例えば、ポリデセン及びポリブテン、水素化ポリイソブテン、スクアラン、イソヘキサデカン、イソドデカン、並びに植物界及び動物界由来の他のもの等が挙げられる。

脂肪酸エステル類としては、例えば、ミリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸イソプロピル、イソステアリン酸イソプロピル、オレイン酸イソプロピル、ステアリン酸n-ブチル、ラウリン酸n-ヘキシル、オレイン酸n-デシル、ステアリン酸イソオクチル、ステアリン酸イソノニル、イソノナン酸イソノニル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、ラウリン酸2-ヘキシル、ステアリン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-オクチルドデシル、オレイン酸オレイル、エルカ酸オレイル、オレイン酸エルシル、エルカ酸エルシル、オクタン酸セテアリル、パルミチン酸セチル、ステアリン酸セチル、オレイン酸セチル、ベヘン酸セチル、酢酸セチル、ミリスチン酸ミリスチル、ベヘン酸ミリスチル、オレイン酸ミリスチル、ステアリン酸ミリスチル、パルミチン酸ミリスチル、乳酸ミリスチル、ジカプリル酸/カプリン酸プロピレングリコール、ヘプタン酸ステアリル、リンゴ酸ジイソステアリル、ヒドロキシステアリン酸オクチル等が挙げられる。

ワックスとしては、マイクロクリスタリンワックス等が挙げられる。

ロウとしては、高級脂肪酸と高級アルコールのエステル(ロウエステル)を主成分とするものであり、例えば、ミツロウ、ラノリン、カルナバロウ、キャンデリラロウ、ホホバ油等が挙げられる。構成成分によらず、慣用的に、あるいは物理的状态によりロウとよばれる物質もあるが、化粧品に使われるロウ類は天然ロウエステルが主である。

また、ロウ状化合物としては、水添ヒマシ油、ポリエチレンロウ、及びポリメチレンロウ、例えばサソール社(Sasol)からCirebelle 303の名称で販売されているもの等を挙げることができる。

【0078】

(B-2)液状油剤

液状油剤としては、一般に化粧品に用いられているものの中から安定性を損なわない範囲で選択することができる。

望ましい液状油剤としては、例えば、炭化水素油、エステル油等の極性油、シリコーン油、常温で液状の液体油等が挙げられる。

炭化水素油としては、例えば、流動パラフィン、スクワラン、スクワレン、パラフィン、イソパラフィン、セレシン等が使用できる。

【0079】

シリコーン油としては、例えば、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、メチルヒドロジェンポリシロキサン等の鎖状シリコーン、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等の環状シリコーン等が挙げられる。

【0080】

エステル油等の極性油としては、例えば、テトラエチルヘキサ酸ペンタエリスリチル、エチルヘキサ酸セチル、ホホバ油、ラウロイルグルタミン酸ジ(フィトステリル/オクチルドデシル)、トリイソステアリン、ジイソステアリン酸グリセリル、トリエチルヘキサノイン、ダイマージリノール酸(フィトステリル/ベヘニル)、ダイマージリノール酸(フィトステリル/イソステアリル/セチル/ステアリル/ベヘニル)、パルミチン酸イソプロピル、マカデミアナッツ脂肪酸フィトステリル、テトラ(ベヘン酸/安息香酸/

10

20

30

40

50

エチルヘキサン酸)ペンタエリスリチル、パルミチン酸エチルヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジピバリン酸トリプロピレングリコール等が使用できる。

【0081】

液体油としては、例えば、アマニ油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、ミンク油、オリーブ油、アボカド油、サザンカ油、ヒマシ油、サフラワー油、ヒマワリ油、アルモンド油、ナタネ油、ゴマ油、大豆油、落花生油、トリグリセリン、トリオクタン酸グリセリン、トリスopalミチン酸グリセリン等が挙げられる。

【0082】

本発明のメイクアップ化粧品には、固体状油性成分、液状油剤等の油性成分を1種のみを用いてもよく、2種以上を用いてもよい。

また、液状油剤の含有量としては、本発明の効果を損なわない限り、特に限定されるものではなく、それぞれのメイクアップ化粧品の剤型に応じた適切な量を、目的に応じて適宜選択すればよい。

例えば、メイクアップ化粧品が口紅、リップグロス、コンシーラー等の油性化粧品である場合には、油性成分として、固形状の油性成分を含有することが好ましく、メイクアップ化粧品全量に対する油性成分の総含有量は30質量%~99質量%の範囲であることが好ましく、50質量%~95質量%の範囲であることがより好ましい。

また、メイクアップ化粧品がリキッドファンデーション、クリーム状ファンデーション等の乳化化粧品である場合には、油性成分として、液状油剤を含有することが好ましく、メイクアップ化粧品全量に対する油性成分の総含有量は20質量%~80質量%の範囲であることが好ましく、30質量%~60質量%の範囲であることがより好ましい。

メイクアップ化粧品がおしろい、ボディパウダー、固形状ファンデーション、アイシャドウ等の粉末化粧品である場合には、油性成分として液状油剤を用いることが好ましく、メイクアップ化粧品全量に対する油性成分の総含有量は0.1質量%~30質量%の範囲であることが好ましく、1質量%~15質量%の範囲であることがより好ましい。

【0083】

[(C)界面活性剤]

メイクアップ化粧品において油性成分と、併用される水等の水性成分、顔料等の粉末成分とのなじみをよくしたり、油性化粧品において固形油分と顔料等とのなじみをよくしたりする目的で界面活性剤を含有することが好ましい。

本発明のメイクアップ化粧品が乳化化粧品である場合には、界面活性剤が乳化剤としての機能を有することになる。油中水型、水中油型、それぞれの乳化化粧品に応じた乳化剤としての界面活性剤を含有することで、経時安定性が向上する。

また、顔料等の粉体と液状油剤とを混合して固形状ファンデーションを形成する場合にも、界面活性剤を用いることで成形性が向上する。

界面活性剤には特に制限はなく、化粧品に一般に使用される公知の界面活性剤を適宜選択して使用することができる。

本発明のメイクアップ化粧品が水中油型乳化化粧品である場合には、界面活性剤としては、例えば、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、脂肪酸ソルビタンエステル、ポリオキシエチレン脂肪酸ソルビタンエステル、及び脂肪酸から選ばれる少なくとも1種を含むことが好ましい。

より具体的には、脂肪酸ソルビタンエステルとしては、オレイン酸ソルビタン、イソステアリン酸ソルビタン、セスキオレイン酸ソルビタン、及びセスキイソステアリン酸ソルビタンからなる群より選択される少なくとも1種であることが好ましい。

脂肪酸としては、オレイン酸、及びイソステアリン酸より選択される少なくとも1種であることが好ましい。

本発明のメイクアップ化粧品が油中水型乳化化粧品である場合には、界面活性剤としては、例えば、シリコーン系界面活性剤が好ましく、シリコーン系界面活性剤としては、ポリエーテル変性シリコーン、及びポリグリセリン変性シリコーンからなる群より選択される少なくとも1種であることが好ましい。

10

20

30

40

50

本発明のメイクアップ化粧料は、界面活性剤を１種のみを用いてもよく、２種以上を併用してもよい。

界面活性剤の含有量としては、本発明の効果を損なわない限り、特に限定されるものではなく、メイクアップ化粧料の剤型に応じた適切な量を、目的に応じて適宜選択すればよい。

一般的には、乳化化粧料の場合には、乳化化粧料全量に対し、０．１質量％～１０質量％程度含有することが好ましく、０．２質量％～５質量％程度含有することがより好ましい。

#### 【００８４】

##### 〔（Ｄ）水〕

本発明のメイクアップ化粧料が乳化化粧料である場合には、水を含むことができる。水としては、純水、イオン交換水等の不純物が少ないことが好ましい。

水の含有量としては、本発明の効果を損なわない限り、特に限定されるものではなく、乳化化粧料の剤型に応じた適切な量を、目的に応じて適宜選択すればよい。

#### 【００８５】

##### 〔（Ｅ）色材〕

本発明のメイクアップ化粧料は、色材を含んでもよい。色材はメイクアップ化粧料の用途に応じて適宜選択される。

本発明で用いることができる色材としては、黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄、及び有機顔料からなる群より選ばれる少なくとも１種であることが好ましい。

有機顔料としては、例えば、赤色３号、赤色１０４号、赤色１０６号、赤色２０１号、赤色２０２号、赤色２０４号、赤色２０５号、赤色２２０号、赤色２２６号、赤色２２７号、赤色２２８号、赤色２３０号、赤色４０１号、赤色５０５号、黄色４号、黄色５号、黄色２０２号、黄色２０３号、黄色２０４号、黄色４０１号、青色１号、青色２号、青色２０１号、青色４０４号、緑色３号、緑色２０１号、緑色２０４号、緑色２０５号、橙色２０１号、橙色２０３号、橙色２０４号、橙色２０６号、橙色２０７号等のタール色素；カルミン酸、ラッカイン酸、ブラジリン、クロシン等の天然色素など、メイクアップ化粧料に汎用される色材が挙げられる。

また、本発明に使用することができるその他の色材として、有機樹脂を染料で染色した有機着色粒子、オレンジ色素、カカオ色素、ゲンジョウ、コチニール色素、酸化クロム、酸化鉄、二酸化チタン、タール色素、クロロフィル等が挙げられる。

所望の色調とするために、２種以上の色材を併用することができる。

色素の含有量は、所望の色調を得るために適宜選択されるが、一般的には、メイクアップ化粧料全量に対し、０．１質量％～１０質量％程度とするのが好ましく、０．５質量％～５質量％程度とするのがより好ましい。

#### 【００８６】

##### 〔（Ｆ）体質顔料〕

本発明のメイクアップ化粧料が粉末化粧料である場合には、体質顔料を含むことができる。

体質顔料としては、マイカ、タルク、セリサイト、カオリン、合成金雲母、及びガラスフレークからなる群より選ばれる少なくとも１種が挙げられる。

体質顔料の含有量は、粉末化粧料の剤型に応じて適宜選択されるが、一般的には、粉末化粧料全量に対し、３０質量％～８０質量％程度とするのが好ましく、５０質量％～８０質量％程度とするのがより好ましい。

#### 【００８７】

本発明のメイクアップ化粧料は、必須成分である上記（Ａ）成分及び（Ｂ）成分、好ましい併用成分である（Ｃ）成分～（Ｆ）成分に加え、本発明の効果を損なわない範囲において、種々の化合物を併用することができる。

例えば、本発明のメイクアップ化粧料には、必要に応じて、一般にメイクアップ化粧料に常用されている各種有効成分、例えば、紫外線吸収剤、真珠光沢材料、防腐剤、酸化防

10

20

30

40

50

止剤、色素剤、増粘剤、又はpH調整剤から選択される1種以上のものを使用することができる。また、芳香剤、抗菌剤、柔軟剤、保湿剤、活性酸素除去剤、抗酸化剤、抗微生物剤、ミネラル、アミノ酸類を加えることができる。

【0088】

本発明に使用することができる紫外線吸収剤としては、一般に化粧品に用いられるものを広く挙げることができ、特に限定されるものでないが、好ましくは(a)パラ-アミノ安息香酸誘導体、(b)サリチル酸誘導体、(c)ケイ皮酸誘導体、(d) , -ジフェニルアクリラート誘導体、(e)ベンゾフェノン誘導体、(f)ベンジリデンショウノウ誘導体、(g)フェニルベンゾイミダゾール誘導体、(h)トリアジン誘導体、(i)フェニルベンゾトリアゾール誘導体、(j)アントラニル誘導体、(k)イミダゾリン誘導体、(l)ベンザルマロナート誘導体、(m)4,4-ジアリールブタジエン誘導体等が例示される。

10

紫外線散乱剤としては、一般に化粧品に用いられるものを広く挙げる事ができ、特に限定されるものでないが、表面処理酸化チタン、表面処理酸化亜鉛等が挙げられる。

【0089】

本発明においては、(A)液晶粒子に加え、汎用のパール剤を本発明の効果を損なわない範囲で併用してもよい。パール剤としては、例えば、雲母チタン、酸化チタン被覆ガラスフレーク等が挙げられる。

【0090】

本発明で用いることができる防腐剤として具体例を列挙するが、本発明においてはこれらの化合物に限定されるものではない。

20

防腐剤としては、例えば、安息香酸、安息香酸ナトリウム、パラベン、エチルパラベン、メチルパラベン、プロピルパラベン、ブチルパラベン、ソルビン酸カリウム、ソルビン酸ナトリウム、ソルビン酸、デヒドロ酢酸ナトリウム、過酸化水素、ギ酸、ギ酸エチル、ジ亜塩素酸ナトリウム、プロピオン酸、プロピオン酸ナトリウム、プロピオン酸カルシウム、ペクチン分解物、ポリリジン、フェノール、イソプロピルメチルフェノール、オルトフェニルフェノール、フェノキシエタノール、レゾルシン、ジブチルヒドロキシトルエン(BHT)、チモール、チラム、ティートリー油、ヒノキチオール、グリセリン、ジブロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、1,2-ペンタンジオール、2-メチル-2,4-ペンタンジオール、等が挙げられる。

30

【0091】

本発明で用いることができる増粘剤として具体例を列挙するが、本発明においてはこれらの化合物に限定されるものではない。例えば、クインシード、カラギーナン、アラビアガム、カラヤガム、キサントガム、ジェランガム、タマリンドガム、ローカストビーングラム、トラガントガム、ペクチン、デンプン、シクロデキストリン、メチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、アルギン酸ナトリウム、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等が挙げられる。

【0092】

本発明で用いることができるpH調整剤としては、例えば、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、リンゴ酸、炭酸カリウム、トリエタノールアミン、モノエタノールアミン等の有機酸又はその塩、塩酸、過塩素酸、炭酸、リン酸等の無機酸とその塩、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等を挙げる事ができる。これらの化合物に限定されるものではなく、目的に応じて公知のpH調整剤を適宜選択して使用すればよい。

40

【0093】

芳香剤としては、例えば、ジャコウ、アカシア油、アニス油、イランイラン油、シナモン油、ジャスミン油、スウィートオレンジ油、スペアミント油、ゼラニウム油、タイム油、ネロリ油、ハッカ油、ヒノキ油、フェネル油、ペパーミント油、ベルガモット油、ライム油、ラベンダー油、レモン油、レモングラス油、ローズ油、ローズウッド油、アニスアルデヒド、ゲラニオール、シトラール、シベトン、ムスコン、リモネン、バニリン等が

50

挙げられる。

【 0 0 9 4 】

抗菌剤としては、例えば、ピロクトンオラミン、イソプロピルメチルエーテル、ヒノキチオール、ジンクピリチオン、クリンパゾール、塩化ベンザルコニウム、感光色素 1 0 1 号、クロルヘキシジン、サリチル酸、フェノール、ケトコナゾール及びミコナゾール、イオウ、トリクロサン、トリクロロカルバニリド、クロルヘキシジン塩酸塩、クロルヘキシジングルコン酸塩、ハロカルバン、クロロフェネシン、塩化ベンゼトニウム、塩化ベンザルコニウム、塩化リゾチーム、塩酸アルキルジアミノエチルグリシン、イソプロピルメチルフェノール、安息香酸、感光素 2 0 1 号、チモール、ヘキサクロロフェン、ベルベリン、チオキソロン、ユキノシタエキス、オウバクエキス、オウゴンエキスとそれらの誘導体及び塩等を挙げるができる。

10

【 0 0 9 5 】

保湿剤としては、例えば、カンテン、ジグリセリン、ジステアリルジモニウムヘクトライト、ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ヘキシレングリコール、ヨクイニンエキス、ワセリン、尿素、ヒアルロン酸、セラミド、リピジュア、イソフラボン、アミノ酸、コラーゲン、ムコ多糖、フコダイン、ラクトフェリン、ソルビトール、キチン・キトサン、リンゴ酸、グルクロン酸、プラセンタエキス、海藻エキス、ポタンピエキス、アマチャエキス、オトギリソウエキス、コレウスエキス、マサキ抽出物、コウカエキス、マイカイ花エキス、チョレイエキス、サンザシエキス、ローズマリーエキス、デュークエキス、カミツレエキス、オドリコソウエキス、レイシエキス、セイヨウノコギリソウエキス、アロエエキス、マロニエエキス、アスナロエキス、ヒバマタエキス、オスモインエキス、オーツ麦エキス、チューベロースポリサッカライド、冬虫夏草エキス、大麦エキス、オレンジ抽出物、ジオウエキス、サンショウエキス、ヨクイニンエキス等を挙げるができる。また、カゼインナノ粒子の場合は、カゼイン自体が保湿性を有する。

20

【 0 0 9 6 】

活性酸素除去剤としては、例えば、スーパーオキシドディスムターゼ ( S O D ) 、マンニトール、ルテイン及びその誘導体、ビリルビン、コレステロール、トリプトファン、ヒスチジン、クエルセチン、クエルシトリン、カテキン、カテキン誘導体、没食子酸、没食子酸誘導体、オウゴン抽出物、イチョウ抽出物、ユキノシタ抽出物、メリッサ抽出物、ゲンノショウコ抽出物、ポタンピ抽出物、パセリ抽出物、トルメンチラ抽出物、羅漢果抽出物、海藻抽出物、ヤシャジツ抽出物、ジコッピ抽出物等が挙げられる。

30

【 0 0 9 7 】

抗酸化剤としては、例えば、ビタミン A 、レチノイン酸、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール、レチニルアセテート、レチニルパルミテート、レチノイン酸トコフェリル、ビタミン C 及びその誘導体、アスタキサンチン、カイネチン、トレチノイン、トコフェロール等のビタミン E 及びその誘導体、セサミン、 $\alpha$ -リポ酸、コエンザイム Q 1 0 、フラボノイド類、エリソルビン酸、没食子酸プロピル、ポリフェノール、スーパーオキシドディスムターゼ ( S O D ) 、フィチン酸、BHT ( ジ - n - ブチルヒドロキシトルエン ) 、BHA ( ブチルヒドロキシアニソール ) 、コウキエキス、大豆エキス、紅茶エキス、茶エキス、エイジツエキス等を挙げるができる。

40

【 0 0 9 8 】

ミネラルとしては、例えば、カルシウム、マグネシウム、カリウム、ナトリウム、亜鉛、マンガン、鉄、銅、セレン等生体の維持、調節のために必須の金属類であり、その形態は、塩、酸化物、タンパク複合体又はその分解物の複合体、多糖類複合体、もしくはその分解物の複合体、その他加工デンプン複合体、シクロデキストリン複合体、又は、スーパーオキシドジスムターゼ、グルタチオンパーオキシターゼ、酸性フォスファターゼ等のミネラルを有する金属酵素、ホスホグルコムターゼ等の金属活性化酵素、活性中心以外に金属を含む酵素及び補酵素等を挙げるができる。

【 0 0 9 9 】

50



アミノ酸類としては、例えば、グルタミン酸、L-アスパラギン酸、L-アラニン、L-システイン、グリシン、L-イソロイシン、L-ロイシン、リジン、等、及びそれらの塩類等が挙げられる。

【0100】

本発明のメイクアップ化粧料の剤型は特に限定されないが、例えば、コンシーラー、口紅、リップグロス等の油性化粧料、リキッドファンデーション、クリームファンデーション、化粧下地等の乳化化粧料、パウダーファンデーション、固形おしろい、アイシャドウ、ほほ紅等の粉末化粧料等のいずれであってもよい。

【実施例】

【0101】

以下、本発明を実施例にて詳細に説明する。しかしながら、本発明は実施例に何ら限定されるものではない。

【0102】

[製造例]

<(A)液晶粒子の調製>

[着色したコレステリック液晶積層体の調整]

[製造例1：青色に着色した液晶積層粒子の製造]

<コレステリック液晶性混合物(R1)の調製>

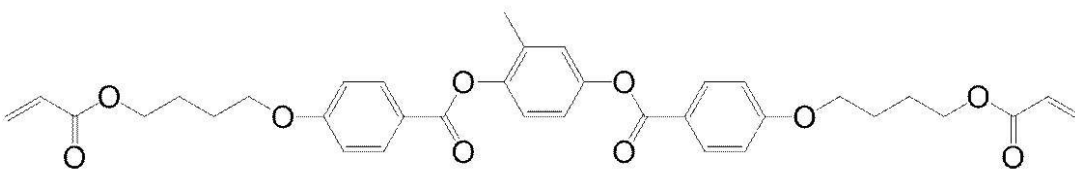
下記液晶化合物1、液晶化合物2、フッ素系水平配向剤、キラル剤、重合開始剤、溶媒メチルエチルケトンを混合し、下記組成の塗布液を調製した。得られた塗布液を、コレステリック液晶性混合物である塗布液(R1)とした。

・下記液晶化合物(1)	80質量部
・下記液晶化合物(2)	20質量部
・下記フッ素系水平配向剤1	0.1質量部
・下記フッ素系水平配向剤2	0.007質量部
・右旋回性キラル剤：LC756(BASF社製)	6.6質量部
・重合開始剤：IRGACURE819(チバジャパン社製)	3質量部
・溶媒(メチルエチルケトン)	溶質濃度が30質量%となる量

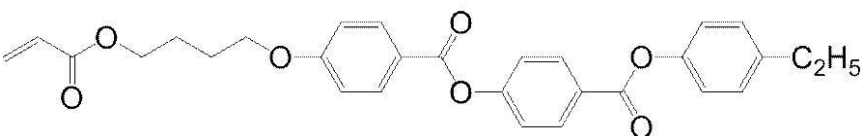
【0103】

【化12】

液晶化合物(1)



液晶化合物(2)



【0104】

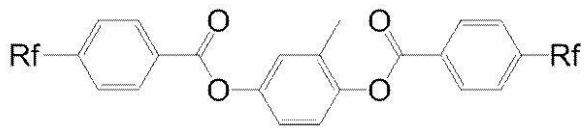
10

20

30

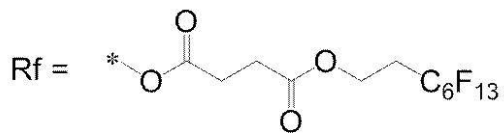
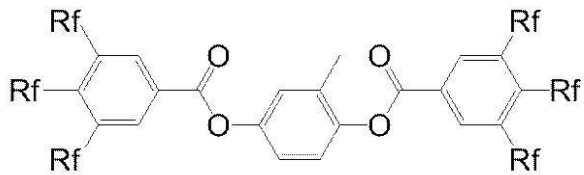
40

【化 1 3】  
フッ素系水平配向剤 1



10

フッ素系水平配向剤 2



20

【 0 1 0 5 】

< コレステリック液晶性混合物 ( L 1 ) の調製 >

液晶化合物 1、液晶化合物 2、フッ素系水平配向剤、キラル剤、重合開始剤、溶媒メチルエチルケトンを混合し、下記組成の塗布液を調製した。得られた塗布液を、コレステリック液晶性混合物である塗布液 ( L 1 ) とした。

・液晶化合物 ( 1 )	8 0 質量部	
・液晶化合物 ( 2 )	2 0 質量部	30
・フッ素系水平配向剤 1	0 . 1 質量部	
・フッ素系水平配向剤 2	0 . 0 0 7 質量部	
・下記左旋回性キラル剤 ( A )	1 0 . 1 質量部	
・重合開始剤 : I R G A C U R E 8 1 9 ( チバジャパン社製 )	3 質量部	
・溶媒 ( メチルエチルケトン )	溶質濃度が 3 0 質量 % となる量	

【 0 1 0 6 】

【化 1 4】

左旋回性キラル剤 ( A )



40

【 0 1 0 7 】

< 光反射層の製造に用いる他の塗布液の調製 >

( 下塗り層用塗布液の調製 )

50

下記に示す組成の下塗り層用塗布液 ( S 1 ) を調製した。

下塗り層用塗布液 ( S 1 ) の組成 :

- ・アクリルエステル樹脂ジュリマー E T - 4 1 0  
( 東亜合成 ( 株 ) 製、固形分濃度 3 0 % ) 5 0 質量部
- ・メタノール 5 0 質量部

【 0 1 0 8 】

( 光反射層形成用塗布液の調製 )

下記に示す組成の配向層用塗布液 ( H 1 ) を調製した。

配向層用塗布液 ( H 1 ) の組成 :

- ・変性ポリビニルアルコール P V A 2 0 3 ( クラレ社製 ) 1 0 質量部 10
- ・グルタルアルデヒド 0 . 5 質量部
- ・水 3 7 1 質量部
- ・メタノール 1 1 9 質量部

【 0 1 0 9 】

< 塗布、乾燥及びフィルムの形成 >

P E Tフィルム ( 下塗り層無し、富士フィルム ( 株 ) 製、厚み : 5 0 μ m、大きさ 3 2 0 m m × 4 0 0 m m ) の表面上に、下塗り層用塗布液 ( S 1 ) を、ワイヤーバーを用いて、乾燥後の膜厚が 0 . 2 5 μ m になるように塗布した。その後、1 5 0 で 1 0 分間加熱し、乾燥、固化し、下塗り層を形成した。次いで、形成した下塗り層の上に、配向層用塗布液 ( H 1 ) を、ワイヤーバーを用いて、乾燥後の膜厚が 1 . 0 μ m になるように塗布した。その後、1 0 0 で 2 分間加熱し、乾燥、固化し、配向層を形成した。配向層に対し、ラビング処理 ( レーヨン布、圧力 : 0 . 1 k g f、回転数 : 1 0 0 0 r p m、搬送速度 : 1 0 m / m i n、回数 : 1 往復 ) を施した。

20

【 0 1 1 0 】

次いで、上記にて調製したコレステリック液晶性混合物である塗布液 ( R 1 ) を用い、下記の手順にてコレステリック液晶相を固定し、可視光反射層であるコレステリック液晶相を固定してなる液晶膜を製造した。

( 1 ) 前記塗布液 ( R 1 ) を、ワイヤーバーを用いて、乾燥後の膜の厚みが 2 . 1 5 μ m になるように、前記 P E Tフィルム上に形成した下塗り層と配向層の上に、室温にて塗布した。

30

( 2 ) 室温にて 3 0 秒間乾燥させて溶剤を除去した後、9 0 の雰囲気中で 2 分間加熱し、その後 3 5 でコレステリック液晶相とした。次いで、フージョン U V システムズ ( 株 ) 製無電極ランプ「Dバルブ」( 9 0 m W / c m ) にて、出力 6 0 % で 6 ~ 1 2 秒間 U V 照射し、コレステリック液晶相を固定し、P E Tフィルム上にコレステリック液晶相を固定してなるコレステリック液晶フィルム ( F 1 ) を作製した。フィルム ( F 1 ) を黒い紙の上に置くと青色の選択反射色が確認された。

【 0 1 1 1 】

< 液晶粒子の作製 >

( 1 ) 塗布液 ( L 1 ) を、ワイヤーバーを用いて、乾燥後の膜の厚みが 2 . 1 5 μ m になるように、前記フィルム ( F 1 ) 上に、室温にて塗布した。

40

( 2 ) 室温にて 3 0 秒間乾燥させて溶剤を除去した後、9 0 の雰囲気中で 2 分間加熱し、その後 3 5 でコレステリック液晶相とした。次いで、フージョン U V システムズ ( 株 ) 製無電極ランプ「Dバルブ」( 9 0 m W / c m ) にて、出力 6 0 % で 6 ~ 1 2 秒間 U V 照射し、コレステリック液晶相を固定し、P E Tフィルム上にコレステリック液晶相を 2 層固定してなるコレステリック液晶積層フィルムを作製した。作製したコレステリック液晶積層フィルム ( G 1 ) は顕著な欠陥やスジがなく面状は良好であった。また、コレステリック液晶積層フィルムを黒い紙の上に置くと強い青色の選択反射色が確認された。

【 0 1 1 2 】

以下の手順にてこのコレステリック液晶積層フィルムから積層された 2 層のコレステリック液晶層を P E Tフィルムより剥離・粉碎・分級・洗浄・乾燥することで、化粧品に配

50

合可能な粉末の形態のコレステリック液晶積層体 (G1) を得た。

作製したコレステリック液晶積層フィルムからコレステリック液晶が2層積層してなるコレステリック液晶積層体を、フィルム基材より剥離した。剥離したコレステリック液晶積層体を破碎してフレーク状にし、更に粉碎し微粒子のサイズまで碎くことで粉末形状にした。

コレステリック液晶積層体の粒子サイズは、ふるいを使い分級した。さらに、フラスコ中に粉末を入れて40に加温した酢酸ブチル中で1時間攪拌し、1μmの濾紙で濾過し、濾紙上の残渣として粉末を取り出した。この攪拌及び濾過の作業を3回繰り返し、最後に室温で1晩放置して乾燥させたものを、製造例1で得たコレステリック液晶積層体 (G1) とした。

#### 【0113】

<コレステリック液晶積層体の評価>

得られたコレステリック液晶粒子 (G1) 300個の形状を、光学顕微鏡を用いて観察した結果、平均厚みが4.3μm、平均円相当直径が100μmであった、得られたコレステリック液晶積層体の選択反射波長を、紫外可視近赤外分光光度計V-670 (日本分光 (株) 製) を用いて確認したところ、反射光の主波長が465nmであった。得られた (A) 液晶粒子 (G1) の反射光の主波長、平均円相当径 (表7には、「粒子径」と記載)、厚みを表7に示す。

#### 【0114】

塗布液 (R1)、塗布液 (L1) に用いたキラル剤のHTPを上述した式に従って算出した結果、それぞれ、 $55\mu\text{m}^{-1}$ 、 $37\mu\text{m}^{-1}$  となり、どちらもHTPは $30\mu\text{m}^{-1}$  以上であった。

式：

$$\text{HTP} = 1 \div \{ (\text{らせんピッチ長} (\mu\text{m})) \times (\text{固形分中のキラル剤の質量\%濃度}) \}$$

(ただし、らせんピッチ長 (μm) は (選択反射波長 (μm)) ÷ (固形分の平均屈折率) で算出され、固形分の平均屈折率は1.5と仮定して算出した。)

#### 【0115】

[製造例2：緑色に着色した液晶積層粒子の作製]

製造例1において、コレステリック液晶性混合物 (R1) のフッ素系水平配向剤2の配合量を0.003質量部とし、キラル剤LC756の配合量を6.1重量部とし、乾燥後の膜の厚みを2.35μmに変更した以外は製造例1と同様にして、単層のコレステリック液晶層を有するコレステリック液晶フィルム (F2) を作製した。

さらに、製造例1において、コレステリック液晶性混合物 (L1) のフッ素系水平配向剤2の配合量を0.00質量部とし、左旋回性キラル剤 (A) の配合量を9.2重量部とし、乾燥後の膜の厚みを2.35μmに変更した以外は製造例1と同様にして、2層のコレステリック液晶層が積層したコレステリック液晶フィルムを作製し、続いて製造例1と同様にして、コレステリック液晶積層フィルムから積層された2層のコレステリック液晶層をPETフィルムより剥離・粉碎・分級・洗浄・乾燥することで、製造例2のコレステリック液晶積層体 (G2) を得た。

#### 【0116】

[製造例3：赤色に着色したコレステリック液晶積層粒子の作製]

製造例1において、コレステリック液晶性混合物 (R1) のフッ素系水平配向剤2の配合量を0.003質量部とし、キラル剤LC756の配合量を4.6重量部とし、乾燥後の膜の厚みを3.05μmに変更した以外は製造例1と同様にして、単層のコレステリック液晶層を有するコレステリック液晶フィルム (F3) を作製した。

さらに、製造例1において、コレステリック液晶性混合物 (L1) のフッ素系水平配向剤2の配合量を0.00質量部とし、左旋回性キラル剤 (A) の配合量を6.9重量部とし、乾燥後の膜の厚みを3.05μmに変更した以外は製造例1と同様にして、2層のコレステリック液晶層が積層したコレステリック液晶フィルムを作製し、続いて製造例1と同様にして、コレステリック液晶積層フィルムから積層された2層のコレステリック液晶

10

20

30

40

50

層をPETフィルムより剥離・粉碎・分級・洗浄・乾燥することで、製造例3のコレステリック液晶積層体(G3)を得た。

【0117】

[比較製造例1：青色に着色したコレステリック液晶単層粒子の作製]

製造例1の手順において、PET支持体上に下塗り塗布、配向膜塗布、第一の液晶形成、の段階まで行ったフィルム(コレステリック液晶フィルム(F1))からコレステリック液晶単層体を剥離、粉碎、分級して、比較製造例1の青色に着色したコレステリック液晶単層体を得た。

【0118】

[比較製造例2：緑色に着色したコレステリック液晶単層粒子の作製]

製造例1の手順において、PET支持体上に下塗り塗布、配向膜塗布、第一の液晶形成、の段階まで行ったフィルム(コレステリック液晶フィルム(F2))からコレステリック液晶単層体を剥離、粉碎、分級して、比較製造例2の緑色に着色したコレステリック液晶単層粒子を得た。

10

【0119】

[比較製造例3：赤色に着色したコレステリック液晶単層粒子の作製]

製造例1の手順において、PET支持体上に下塗り塗布、配向膜塗布、第一の液晶形成、の段階まで行ったフィルム(コレステリック液晶フィルム(F3))からコレステリック液晶単層体を剥離、粉碎、分級して、比較製造例3の赤色に着色したコレステリック液晶単層粒子を得た。

20

製造例2～3、比較製造例1～3で得られた(A)液晶粒子の反射光の主波長、平均円相当径、厚みを、(A)液晶粒子(G1)と同様に測定し、結果を下記表7に示す。

【0120】

[油性化粧品]

[実施例1：コンシーラー]

下記表1に記載の処方にて、成分1～10を80 に加熱して溶解した後、均一混合した。これに成分11～14を加え、ロールミルにて80 で15分間混練し、均一分散させ、続いて成分15及び16とともに80 に再融解し、脱泡した後に金型に流し込み室温(25 )まで冷却し、コンシーラーを得た。

【0121】

30

【表 1】

	原料名	配合量(質量)
1	パラフィンワックス	5.0
2	ポリエチレンワックス	3.0
3	マイクロクリスタリンワックス	5.0
4	カルナバロウ	3.0
5	キャンデリラロウ	3.0
6	リンゴ酸ジイソステアリル	15.0
7	流動パラフィン	10.0
8	オリーブ油	5.0
9	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	19.8
10	ジブチルヒドロキシトルエン	0.0
11	酸化チタン	20.0
12	ベンガラ	0.5
13	黄酸化鉄	2.5
14	黒酸化鉄	0.2
15	マイカ	3.0
16	製造例3で得た液晶積層粒子	5.0

10

20

## 【0122】

なお、上記表1に記載の各化合物の詳細は以下の通りである。

11．酸化チタン（石原産業（株）社製、タイパークCR-50、平均粒子径：0.25 μm）

15．マイカ（メルク社製、RonaFlair SilkMica、平均粒子径：50 μm）

## 【0123】

[比較例1：コンシーラー]

実施例1の原料16を赤色干渉雲母チタン（Timiron Super Red、メルク社（製））に置き換えてコンシーラーを得た。

[比較例2：コンシーラー]

実施例1の原料16を比較製造例3で得た赤色に着色したコレステリック単層粒子に置き換えてコンシーラーを得た。

## 【0124】

[実施例2：口紅]

下記表2に記載の処方にて、成分1～12を均一に80 で30分間溶解混合し、成分13～16を加え、混練後80 に再溶解した。これに成分17を加え80 で30分間均一に分散混合し、脱気して金型に流し込み、冷却固化後、容器に収納して口紅を得た。

30

40

## 【0125】

【表 2】

	原料名	配合量(質量)
1	パラフィン	5.0
2	エチレンプロピレンコポリマー	3.0
3	マイクロクリスタリンワックス	2.0
4	水添ポリイソブテン	10.0
5	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	30.0
6	ラウロイルグルタミン酸(フィトステリル/オクチルドデシル)	10.0
7	トリイソステアリン酸ジグリセリル	5.0
8	イソノナン酸イソトリデシル	5.0
9	$\alpha$ -オレフィンオリゴマー	10.0
10	トリ(カプリル/カプリン酸)グリセリル	10.0
11	ジイソステアリン酸ジグリセリル	0.5
12	トコフェロール	0.1
13	赤色202号	0.3
14	黄色4号アルミニウムレーキ	0.2
15	ベンガラ	0.4
16	酸化チタン	1.0
17	製造例3で得た液晶積層粒子	7.5

10

20

## 【0126】

なお、上記表2に記載の各化合物の詳細は以下の通りである。

16. 酸化チタン(石原産業(株)社製、タイプークCR-50、平均粒子径: 0.25  $\mu\text{m}$ )

## 【0127】

[比較例3: 口紅]

実施例2の原料17を赤色干渉雲母チタン(Timiron Super Red、メルク社(製))に置き換えて、口紅を得た。

30

[比較例4: 口紅]

実施例2の原料17を比較製造例3で得た赤色に着色したコレステリック単層粒子に置き換えて、口紅を得た。

## 【0128】

[実施例3: リップグロス]

下記表3に記載の処方にて、成分1~7を80 で30分間均一に溶解混合し、成分8~10を加え、混練後80 に再溶解した。これに成分11を加え80 で30分間均一に分散混合し、脱気して容器に充填しリップグロスを得た。

## 【0129】

40

【表 3】

	原料名	配合量(質量)
1	パルミチン酸デキストリン	5.0
2	水添ポリイソブテン	40.0
3	リンゴ酸ジイソステアリル	20.0
4	スクワラン	5.0
5	ヒドロキシステアリン酸オクチル	16.2
6	ラウロイルグルタミン酸(フィトステリル/オクチルドデシル)	10.0
7	トコフェロール	0.1
8	無水ケイ酸(アエロジル200V、日本エアロジル社製)	1.0
9	赤色202号	0.1
10	黄色4号アルミニウムレーキ	0.1
11	製造例3で得た液晶積層粒子	2.5

10

## 【0130】

## [比較例5：リップグロス]

実施例3の原料11を赤色干渉雲母チタン(Timiron Super Red、メルク社(製))に置き換えてリップグロスを得た。

20

## [比較例6：リップグロス]

実施例3の原料11を比較製造例3で得た赤色に着色したコレステリック単層粒子に置き換えて、リップグロスを得た。

## 【0131】

## [乳化化粧品]

## [実施例4：リキッドファンデーション]

下記表4に示す処方にて、成分1～8を80の温度で30分間混合し、均一に溶解し、これに、成分9～11を粉碎したものを加えた。また、成分12及び13を混合し、80に加熱したものを加え、成分14及び15と混合し、室温まで混合冷却し、リキッドファンデーションを得た。

30

## 【0132】



【表 4】

	原料名	配合量(質量)
1	ジイソステアリン酸ソルビタン	1.0
2	ジメチコンポリオール	1.0
3	シクロメチコン	15.0
4	ジメチコン	5.0
5	ミネラルオイル	7.0
6	メトキシケイ皮酸オクチル	3.0
7	マイクロクリスタリンワックス	1.0
8	タルク	5.0
9	酸化チタン	10.0
10	製造例3で得た液晶積層粒子	2.5
11	ジメチコン表面処理ベンガラ	0.5
12	ジメチコン表面処理黄酸化鉄	2.0
13	ジメチコン表面処理黒酸化鉄	0.3
14	グリセリン	4.0
15	水	42.7

10

20

## 【0133】

なお、上記表4に記載の各化合物の詳細は以下の通りである。

8．タルク（浅田製粉（株）社製、TALKJA-46R、平均粒子径：7～11 $\mu$ m）

9．酸化チタン（石原産業（株）社製、タイパークCR-50、平均粒子径：0.25 $\mu$ m）

## 【0134】

[比較例7：リキッドファンデーション]

実施例4の原料10を赤色干渉雲母チタン（Timiron Super Red、メルク社（製））に置き換えて、リキッドファンデーションを得た。

30

[比較例8：リキッドファンデーション]

実施例4の原料10を比較製造例3で得た赤色に着色したコレステリック単層粒子に置き換えて、リキッドファンデーションを得た。

## 【0135】

[粉末化粧品]

[実施例5：パウダーファンデーション]

下記表5に記載の処方において成分1～3を25で10分間混合溶解した。これとは別に成分4～12を25で10分間均一混合し、これに、上記成分1～3を溶解した溶解物を加えて均一分散し、粉碎し、化粧品基材を得た。得られた化粧品基材を金皿に充填後、加圧成型し、固形粉末ファンデーションを得た。

40

## 【0136】

【表 5】

	原料名	配合量(重量)
1	ジメチルポリシロキサン(KSP-300、信越化学工業(株)製)	2.0
2	イソノナン酸イソノニル	6.0
3	パラメキシケイ皮酸2-エチルヘキシル	2.0
4	ジメチコン表面処理ベンガラ	0.5
5	ジメチコン表面処理黄酸化鉄	2.0
6	ジメチコン表面処理黒酸化鉄	0.3
7	ジメチコン表面処理酸化チタン	15.0
8	無水ケイ酸(アエロジル200V、日本エアロジル社製)	1.0
9	ジメチコン表面処理マイカ	25.0
10	ジメチコン表面処理タルク	43.6
11	製造例3で得た液晶積層粒子	2.5
12	メチルパラベン	0.2

10

## 【0137】

なお、上記表5に記載の各化合物の詳細は以下の通りである。

7. ジメチコン表面処理酸化チタン(大東化成(株)社製、SI-06 CR-50、平均粒子径: 0.25 μm)

9. ジメチコン表面処理マイカ(大東化成(株)社製、SI-06 MAICA Y-2300、平均粒子径: 19 μm)

10. ジメチコン表面処理タルク(大東化成(株)社製、SI-06 TALKJA-46R、平均粒子径: 7 μm ~ 11 μm)

## 【0138】

[比較例9: パウダーファンデーション]

実施例5の原料11を赤色干渉雲母チタン(Timiron Super Red、メルク社(製))に置き換えてパウダーファンデーションを得た。

[比較例10: パウダーファンデーション]

実施例5の原料11を比較製造例3で得た赤色に着色したコレステリック単層粒子に置き換えて、パウダーファンデーションを得た。

## 【0139】

[実施例6: アイシャドウ]

下記表6に記載処方において、成分1、2を25で15分間混合溶解した。これとは別に成分3~12を25で10分間均一混合し、これに、上記成分1、2を溶解した溶解物を加えて均一分散し、粉碎し、化粧料基材を得た。得られた化粧料基材100質量部に対し、揮発性溶媒(イソドデカン)を50質量部混合し、金皿に充填後、溶剤を加熱乾燥により除去し、固形粉末アイシャドウを得た。

## 【0140】

20

30

40

【表 6】

	原料名	配合量(重量)
1	メチルフェニルポリシロキサン	2.0
2	トリ(カプリル/カプリン酸)グリセリル	9.0
3	マイカ	13.2
4	ステアリン酸アルミニウム	2.0
5	赤色202号	0.5
6	黄色4号アルミニウムレーキ	3.0
7	製造例1で得た液晶積層粒子	35.0
8	シリカ被覆アルミニウム末	10.0
9	酸化チタン被覆ガラス末	20.0
10	銀被覆ガラス末	5.0
11	トコフェロール	0.1
12	メチルパラベン	0.2

10

## 【0141】

[比較例11：アイシャドウ]

実施例6の原料7を青色干渉雲母チタン(Timiron Super Blue、メルク社(製))に置き換えてアイシャドウを得た。

20

[比較例12：アイシャドウ]

実施例6の原料7を比較製造例1で得た青色に着色したコレステリック単層粒子に置き換えて、アイシャドウを得た。

## 【0142】

[実施例7：アイシャドウ]

実施例6の原料7を製造例2で得たコレステリック液晶積層粒子に置き換えた以外は同様にして、固形粉末アイシャドウを得た。

[実施例8：アイシャドウ]

実施例6の原料を製造例3で得たコレステリック液晶積層粒子に置き換えた以外は同様にして、固形粉末アイシャドウを得た。

30

## 【0143】

[比較例13：アイシャドウ]

実施例7の原料7を青色干渉雲母チタン(Timiron Super Green、メルク社(製))に置き換えてアイシャドウを得た。

[比較例14：アイシャドウ]

実施例7の原料7を青色干渉雲母チタン(Timiron Super Red、メルク社(製))に置き換えてアイシャドウを得た。

## 【0144】

[比較例15：アイシャドウ]

実施例7の原料7を比較製造例2で得た緑色に着色したコレステリック単層粒子体に置き換えてアイシャドウを得た。

40

[比較例16：アイシャドウ]

実施例7の原料7を比較製造例3で得た赤色に着色したコレステリック単層体に置き換えてアイシャドウを得た。

## 【0145】

[評価結果]

得られた液晶粒子のパール剤としての性能、実施例、及び比較例で得たメイクアップ化粧料の性能を以下の方法にて評価した。

## 【0146】

50

[ 1 . パール剤としての評価 ]

< コレスティック液晶粒子の彩度の測定 >

一方の面（表面）に市販のアクリル系粘着シート（偏光板貼り合わせ用、商品名 S K - 2 0 5 7（綜研化学（株）製）を用いて形成された透明な粘着層を有し、他方の面（裏面）を黒インクにより完全に裏面反射がなくなるまで塗り潰したガラス基板（3 c m × 5 c m）を用意する。

【 0 1 4 7 】

上記ガラス基板の透明粘着層を有する側の表面上に、製造例 1 ~ 3 , 比較製造例 1 ~ 3 でえ得たコレスティック積層体粒子、及び市販のパール剤を、それぞれラテックス手袋を着用した人差し指を使って、それ以上粉末が付着しなくなるまで均一に塗布する。塗布した後のガラス板を、分光光度計（U V - 2 5 5 0、（株）島津製作所製）に積分球（I S R - 2 2 0 0）を付属して、拡散反射測定条件にて波長 3 8 0 n m ~ 7 8 0 n m までの分光反射率を 1 n m 刻みで測定し、C 光源を仮定したときの反射光の C I E 1 9 7 6 L \* a \* b \* 空間における a \* 値、b \* 値を算出し、彩度 C \* 値を以下の式より算出する。

$$(式) \quad 彩度 C * = \{ ( a * \times a * ) + ( b * \times b * ) \} ^ { 1 / 2}$$

結果を下記表 7 に示す。

【 0 1 4 8 】

【表 7】

	反射光の主波長(nm)	粒子径(μm)	厚み(μm)	彩度
製造例1で得た青色液晶積層粒子	465	100	4.3	57
製造例2で得た緑色液晶積層粒子	505	100	4.7	30
製造例3で得た赤色液晶積層粒子	650	100	6.1	39
比較製造例1で得た青色液晶単層粒子	465	100	2.2	36
比較製造例2で得た緑色液晶単層粒子	505	100	2.4	19
比較製造例3で得た赤色液晶単層粒子	650	100	3.0	23
Timiron Super Blue、メルク社(製)	427	10~60	-	19
Timiron Super Green、メルク社(製)	490	10~60	-	13
Timiron Super Red、メルク社(製)	※	10~60	-	12

※700nm以上

【 0 1 4 9 】

製造例 1 ~ 3 で得た本発明に係るコレスティック液晶粒子は、赤色で彩度 5 7、青色で彩度 3 0、緑色で彩度 4 0 となり、比較製造例 1 ~ 3 で得たコレスティック液晶単層粒子、及び市販の干渉系の同色のパール剤と比較して彩度が高く、目視でも鮮やかさに優れたものであった。

【 0 1 5 0 】

[メイクアップ化粧品としての評価]

メイクアップ化粧品をモニター 5 名に使用してもらい、パール剤としての鮮やかさ、華やかさについて官能評価を行った。

実施例 1 ~ 7 のメイクアップ化粧品は、いずれも、パール剤の彩度が高いため、鮮やかで華やかな仕上がりとなり、大変好ましいとの評価を 5 名中、4 名、好ましいとの評価を 1 名から得た。

一方、比較例のうち、干渉雲母チタンをパール剤として配合した比較例のメイクアップ化粧品（比較例 1、3、5、7、9、11、13 ~ 14）は、パール剤配合の効果は見られたが、実施例と比較すると色が薄いため、その効果が弱く、大変好ましいとの評価は 0 名であり、やや好ましいとの評価が 2 名、好ましくないと回答したものが 3 名であった。

また、比較製造例 1 ~ 3 で得たコレステリック液晶単層粒子を配合した比較例のメイクアップ化粧品（比較例 2、4、6、8、10、12、15 ~ 16）は干渉雲母チタンをパール剤として配合した比較例よりは鮮やかさが高く好ましい印象であったが、実施例のものと比較すると鮮やかさに劣るものであり、大変好ましいとの評価は 0 名であり、好ましいとの評価が 1 名、やや好ましいとの評価が 3 名、好ましくないと回答したものが 1 名であった。

【符号の説明】

【0151】

10 右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層、及び左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層を有する積層体であって、反射光の主波長が 400 nm ~ 700 nm の範囲にあるコレステリック液晶粒子（液晶粒子）

10

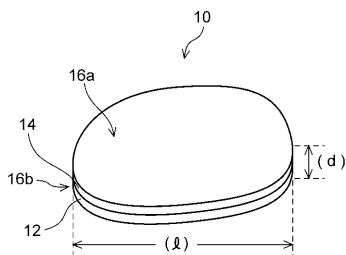
12 右旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層（光反射層（右））

14 左旋回性のコレステリック液晶相を固定化してなる光反射層（光反射層（左））

16 b 積層断面

16 a 積層面

【図 1】



---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I テーマコード(参考)  
A 6 1 Q 1/12 (2006.01) A 6 1 Q 1/12

(72)発明者 沖 和宏

神奈川県足柄上郡開成町牛島577番地 富士フイルム株式会社内

Fターム(参考) 4C083 AA121 AA122 AB172 AB222 AB231 AB232 AB242 AB272 AB372 AB431  
AB432 AC011 AC012 AC022 AC122 AC242 AC341 AC342 AC351 AC352  
AC371 AC372 AC391 AC392 AC421 AC422 AC441 AC442 AC472 AC482  
AC792 AC812 AC841 AC842 AC851 AC852 AD022 AD091 AD092 AD152  
AD162 AD172 AD242 AD492 AD662 CC12 CC13 CC14 DD44 EE07  
FF01 FF05