

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5239122号  
(P5239122)

(45) 発行日 平成25年7月17日(2013.7.17)

(24) 登録日 平成25年4月12日(2013.4.12)

(51) Int.Cl.		F I
C09C	3/12	(2006.01)
A61K	8/27	(2006.01)
A61K	8/29	(2006.01)
A61K	8/25	(2006.01)
A61K	8/891	(2006.01)

請求項の数 28 (全 29 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2006-58674 (P2006-58674)	(73) 特許権者	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成18年3月3日(2006.3.3)	(74) 代理人	100080089 弁理士 牛木 護
(65) 公開番号	特開2007-238645 (P2007-238645A)	(72) 発明者	亀井 正直 群馬県碓氷郡松井田町大字人見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
(43) 公開日	平成19年9月20日(2007.9.20)	(72) 発明者	橘 清美 東京都千代田区大手町2丁目6番1号 信 越化学工業株式会社内
審査請求日	平成20年2月25日(2008.2.25)	審査官	天野 宏樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 オルガノポリシロキサン粉体処理剤及び該処理剤により処理された粉体並びに該粉体を含有する化粧料

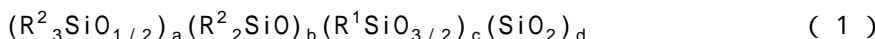
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

重量平均分子量が  $500 \sim 10,000$  であり、1分子当たり少なくとも1個の Si-H 結合を有し、 $(SiO_2)$  単位及び  $(R^1SiO_{3/2})$  単位のうちの少なくとも1つ(但し、 $R^1$  は水素原子、炭素数1~9のアルキル基、トリフルオロプロピル基及びフェニル基から選択される基である)を有するオルガノヒドロジェンポリシロキサンであって、M単位含有シランと、D単位含有シラン及び/又は環状シロキサンと、T単位含有シラン、T単位含有シロキサン及び/又はQ単位含有シランとを、酸触媒下で加水分解・縮合して得られるオルガノヒドロジェンポリシロキサンからなり、ここでM単位は  $(R^2_3SiO_{1/2})$  単位、D単位は  $(R^2_2SiO)$  単位、T単位は  $(R^1SiO_{3/2})$  単位、Q単位は  $(SiO_2)$  単位であり、

10

下記式(1)で表される粉体処理剤。



( $R^1$  及び  $R^2$  の各々は、互いに独立に、水素原子、炭素数1~9のアルキル基、トリフルオロプロピル基及びフェニル基から選択される基であり、aは2~20、bは5~100、cは0~5、及びdは0~3であり、但し  $c+d$  は1以上である)

【請求項2】

$R^1$  及び  $R^2$  の各々は、互いに独立に、水素原子、メチル基、エチル基、オクチル基、ノニル基、トリフルオロプロピル基及びフェニル基から選択される基である請求項1記載の粉体処理剤。

【請求項3】

20

分子量が  $1,350 \sim 3,696$  である、請求項 1 または 2 記載の粉体処理剤。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項記載の粉体処理剤で表面処理された A ) 粉体。

【請求項 5】

A ) 粉体が酸化亜鉛、酸化チタン、マイカ、セリサイト、タルク及びカオリンから選ばれる少なくとも 1 種である、請求項 4 記載の粉体。

【請求項 6】

請求項 4 又は 5 記載の A ) 粉体を含有する化粧品。

【請求項 7】

B ) 油剤をさらに含有する請求項 6 記載の化粧品。 10

【請求項 8】

前記 B ) 油剤の少なくとも一部が常温で液状である、請求項 7 記載の化粧品。

【請求項 9】

前記 B ) 油剤の少なくとも一部が、 $R^3_k SiO_{(4-k)/2}$  (ただし、 $R^3$  は水素原子、炭素数 1 ~ 30 のアルキル基、アリール基、アラルキル基及びフッ素置換アルキル基から選択される基であり、及び  $k$  は  $0 < k < 2.5$ ) で示される直鎖あるいは環状のシリコーン油である、請求項 7 又は 8 記載の化粧品。

【請求項 10】

前記 B ) 油剤の少なくとも一部が、フッ素含有基、又はアミノ基を有する油剤である、請求項 7 ~ 9 の何れか 1 項に記載の化粧品。 20

【請求項 11】

C ) 水をさらに含有する請求項 6 ~ 10 の何れか 1 項に記載の化粧品。

【請求項 12】

D ) アルコール性水酸基を有する化合物をさらに含有する請求項 6 ~ 11 の何れかに記載の化粧品。

【請求項 13】

前記 D ) アルコール性水酸基を有する化合物が、水溶性一価アルコール及び水溶性多価アルコールから選ばれる少なくとも 1 種である、請求項 12 記載の化粧品。

【請求項 14】

E ) 水溶性或いは水膨潤性の高分子をさらに含有する請求項 6 ~ 13 の何れか 1 項に記載の化粧品。 30

【請求項 15】

F ) 粉体、但し、請求項 4 又は 5 記載の A ) 粉体を除く、をさらに含有する請求項 6 ~ 14 の何れか 1 項に記載の化粧品。

【請求項 16】

前記 F ) 粉体の少なくとも一部が、ジメチルシリコーンが架橋されてなる架橋型シリコーン粉末、ポリメチルシルセスキオキサン粉末、疎水化シリカ粉末、又は表面がポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆された球状シリコーンゴム粉末である、請求項 15 記載の化粧品。

【請求項 17】 40

前記 F ) 粉体の少なくとも一部が、フッ素含有基を有する、請求項 15 又は 16 記載の化粧品。

【請求項 18】

G ) 界面活性剤をさらに含有する請求項 6 ~ 17 の何れか 1 項に記載の化粧品。

【請求項 19】

前記 G ) 界面活性剤が分子中にポリオキシアルキレン鎖を有する直鎖或いは分岐状のシリコーンである、請求項 18 記載の化粧品。

【請求項 20】

前記 G ) 界面活性剤の HLB が 2 ~ 8 である、請求項 18 又は 19 記載の化粧品。

【請求項 21】 50

H) 架橋型オルガノポリシロキサン、但し、請求項 16 に記載の架橋型シリコーン粉末を除く、をさらに含有する請求項 6 ~ 20 の何れか 1 項に記載の化粧料。

【請求項 22】

前記 H) 架橋型オルガノポリシロキサンが、 $0.65 \text{ mm}^2 / \text{秒}$  (25) ~  $10.0 \text{ mm}^2 / \text{秒}$  (25) の低粘度シリコーンを自重以上の量含んで膨潤する架橋型オルガノポリシロキサンである、請求項 21 記載の化粧料。

【請求項 23】

前記 H) 架橋型オルガノポリシロキサンが、その架橋部分の両末端に、炭素数 2 ~ 5 のアルキレン基を有する、請求項 21 又は 22 記載の化粧料。

【請求項 24】

前記 H) 架橋型オルガノポリシロキサンの架橋部分が、ポリオキシアルキレン基、ポリグリセリン残基、アルキル基、アルキレン基、アリール基、アリーレン基、フルオロアルキル基、及びフルオロアルキレン基の中から選択された少なくとも一つの基をさらに有する、請求項 21 ~ 23 の何れか 1 項に記載の化粧料。

【請求項 25】

I) アクリルシリコーン樹脂、及び、MQ、MDQ、MT、MDT、もしくは MDTQ で表される網状シリコーン樹脂から選ばれる少なくとも一種のシリコーン樹脂をさらに含有する請求項 6 ~ 24 の何れか 1 項に記載の化粧料。

【請求項 26】

前記 I) 少なくとも一種のシリコーン樹脂が、ピロリドン残基、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、アミノ基及びカルボキシル基の中から選択される少なくとも一つの基を有する、請求項 25 記載の化粧料。

【請求項 27】

前記化粧料が、スキンケア化粧料、メイクアップ化粧料、頭髮化粧料、制汗剤化粧料又は紫外線防御化粧料である請求項 6 ~ 26 のいずれか 1 項記載の化粧料。

【請求項 28】

前記化粧料が、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、ムース状、スプレー状、スティック状、又はペンシル状である、請求項 6 ~ 27 のいずれか 1 項記載の化粧料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はオルガノヒドロジェンポリシロキサン粉体処理剤に関し、詳細には、所定の枝分かれ構造を含むことによって、粉体との反応性が高い粉体処理剤、及び該処理剤で表面処理された粉体、及び該粉体を含む化粧料に関する。該化粧料は、良好な経時安定性を有し、サラサラとした感触を有し、肌に施与されて持ちのよい化粧を形成する。

【背景技術】

【0002】

酸化チタン、酸化亜鉛等の粉体は、基礎化粧品を始め、サンカット料、ファンデーション等の化粧料等の分野で広く用いられている。これらの粉体を化粧料に配合する際に、表面上の極性基を無くして水分の吸着等を防ぐと共に油性成分中への分散性を高める為に、オルガノポリシロキサンで表面処理することが知られている。

【0003】

例えば、下記式(4)で表されるメチルヒドロジェンポリシロキサン、ジメチルメチルヒドロジェンポリシロキサンがある(特許文献1~2)。

【0004】

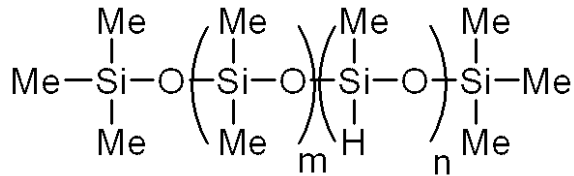
10

20

30

40

## 【化1】



(4)

該メチルヒドロジェンポリシロキサン、ジメチルメチルヒドロジェンポリシロキサンは、そのSiH基が粉体表面で反応することによって、粉体の表面活性を低下する。しかし、該粉体を化粧品に配合した場合に、他の原料を劣化させてしまうことがあり、また、表面活性の低下も十分ではない。

10

## 【0005】

分岐シロキサン構造を有する処理剤も知られている（特許文献3）。しかし、該分岐構造を付加するための触媒が残留し易く、保存中に増粘してしまう場合がある。

【特許文献1】特開2003-95655号公報

【特許文献2】特開2003-95839号公報

【特許文献3】特開2001-72891号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

そこで、本発明は、表面上の活性基と十分に反応し、且つ、保存安定性の良い表面処理剤を提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

## 【0007】

即ち、本発明は、重量平均分子量が300~100,000であり、1分子当たり少なくとも1個のSiH結合を有し、(SiO<sub>2</sub>)単位及び(R<sup>1</sup>SiO<sub>3/2</sub>)単位のうちの少なくとも1つ、但し、R<sup>1</sup>は水素原子、炭素数1~30の、アルキル基、フッ素置換アルキル基、アリール基及びアラルキル基から選択される基である、を有するオルガノヒドロジェンポリシロキサンからなる粉体処理剤である。

【発明の効果】

30

## 【0008】

上記本発明の表面処理剤は、直線構造のオルガノポリシロキサンと異なり、分岐構造を有し、二次元的な広がりを持って粉体を覆うため、粉体の表面活性低下能に優れる。また、未反応で残留するSiH基が少なく、保存中に水素ガスが発生することがない。さらに、末端が不飽和基変性されたシリコンとSiHとの付加反応を利用しないで調製されるので、残留する付加反応触媒等に因る水素ガスの発生及び増粘等の経時変化も無い。また、該表面処理剤で処理された粉体を含む化粧品は、粉体が良好に分散されており、経時安定性に優れ、肌に滑らかな使用感を与える。

【発明を実施するための最良の形態】

## 【0009】

40

本発明の表面処理剤は、重量平均分子量（ポリスチレン換算）が300~100,000、好ましくは500~10,000である。前記上限値を越えたオルガノヒドロジェンポリシロキサンは粘度が高く、それにより表面処理された粉体を含む化粧品は使用性が悪くなる。一方、前記下限値未満のオルガノヒドロジェンポリシロキサンでは、粉体表面に滑らかさを与えることが困難である。なお、重量平均分子量は、GPCにより測定することができる。

## 【0010】

好ましくは、本発明の表面処理剤は、25における粘度が1000mm<sup>2</sup>/秒以下であり、より好ましくは500mm<sup>2</sup>/秒以下、最も好ましくは50mm<sup>2</sup>/秒以下である。分子量が前記範囲内であっても、粘度範囲が前記値を超えるものは、粉体表面に滑らかさを与え

50

ることが困難である。なお、粘度の下限値については、特に限定はないが、上記分子量の下限値において、通常、 $1 \sim 10 \text{ mm}^2 / \text{秒}$ 程度である。

【0011】

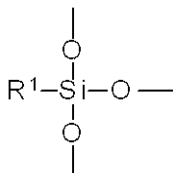
該オルガノヒドロジェンポリシロキサンは、一分子当たり少なくとも1個、好ましくは少なくとも3個のSiH結合を有する。SiH結合が上記下限値未満では、粉体表面との反応性が不足する。SiH結合の数の上限は、処理対象の粉体の活性に応じて決まるが、通常、一分子当たり5～50個である。また、SiH結合は、分子のいずれの部位に存在してもよいが、好ましくは、 $(R^2)_3SiO_{1/2}$ 及び $(R^2)_2SiO$ 単位に存在する。

【0012】

該オルガノヒドロジェンポリシロキサンは、 $(R^1SiO_{3/2})$ 単位（以下「T単位」という）及び式(3)で表される $(SiO_2)$ 単位（以下「Q単位」という）のうち少なくとも1つを有する。T単位のみ又はQ単位のみを有するものであってよいが、必ずそのいずれか1つは存在する。T単位は下記式(2)で、Q単位は(3)で夫々表される。式中、Oから伸びる結合手は、他のSi原子に結合している。好ましくは、T単位とQ単位の合計が10個以下である。より好ましくは、T単位が1～5個、Q単位が0～3個である。

【0013】

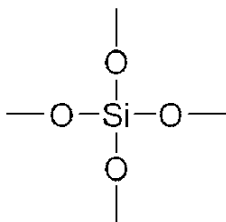
【化2】



(2)

【0014】

【化3】



(3)

上式中の $R^1$ は水素原子、炭素数1～30の、アルキル基、フッ素置換アルキル基、アリール基、及びアラルキル基で示される基から選択される基であり、T単位が分子中に複数個含まれる場合には、互いに異なっていてもよい。 $R^1$ としてはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基等のアルキル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基、フェニル基、トリル基等のアリール基、ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基、オレイロキシ基、アリロキシ基などのアルコール残基、トリフルオロプロピル基、ヘプタデカフルオロデシル基等のフッ素置換アルキル基などを挙げることができ、好ましくは、水素原子、メチル基、エチル基、オクチル基、ノニル基、フェニル基、トリフルオロプロピル基である。

【0015】

なお、上記T、Q単位を有する、所謂網状シリコーン樹脂は、従来、化粧品に配合されている。しかし、これは、皮膚もしくは頭髮上に皮膜を形成することが目的であり、粉体表面処理とは全く異なる。また、該目的を達成するために、他の化粧品用原料と同様、化粧

10

20

30

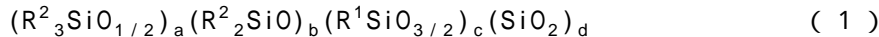
40

50

料中で変化してはならず、反応性基を有していない。

【0016】

好ましくは、本発明の粉体処理剤は下記式(1)で表される。



式(1)は、粉体処理剤が有する構成単位と、その数を表すものであり、各構成単位の並び方を表すものではない。該式において、 $(R^1SiO_{3/2})$ は上記T単位であり、 $(SiO_2)$ はQ単位である。R<sup>2</sup>は、互いに独立に、水素原子、炭素数1~30の、アルキル基、フッ素置換アルキル基、アリール基及びアラルキル基から選択される基である。R<sup>2</sup>としては、上述のR<sup>1</sup>と同様の基が例示され、好ましくはメチル基、エチル基、オクチル基、ノニル基、フェニル基、トリフルオロプロピル基である。各構成単位の個数を表すa~dのうち、T単位の個数を表すc及びQ単位の個数を表すdについては、上述のとおりである。a及びbについては、重量平均分子量が300~100000となる範囲で適宜選択することができ、典型的にはaは2~50、より典型的には2~20、bは0~1000、より典型的には5~100である。

10

【0017】

本発明のオルガノポリシロキサン処理剤は、下記方法で合成できる。例えばトリメチルメトキシシラン、トリメチルエトキシシラン、ヘキサメチルジシロキサンの、 $(R^2_3SiO_{1/2})$ 単位(以下「M単位」という)含有シラン、テトラメチルシクロテトラシロキサンの様なSi-H基含有シロキサン、トリス(トリメチルシロキシ)メチルシラン、トリメトキシメチルシラン、トリエトキシメチルシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、オクチルトリエトキシシランなどのT単位含有シラン及びシロキサン、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシランなどのQ単位含有シランと、所望により、シロキサン、ジメチルジメトキシシラン、ジエトキシジメチルシラン、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、トリス(トリフルオロプロピル)トリメチルシクロトリシロキサン、オクタフェニルシクロテトラシロキサンなどの $(R^2_2SiO)$ 単位(以下「D単位」という)含有シラン及び環状シロキサン、を適宜選択し、酸触媒下で加水分解させて縮合させることで調製することができる。

20

【0018】

本発明の処理剤による粉体処理は、湿式或いは乾式等公知の方法で行うことができる。例えば、以下の方法が挙げられる。

30

1. 粉体と粉体処理剤を混合したのち、ボールミル、ジェットミルなどの粉碎器を用いて、表面処理する方法。
2. 処理剤を溶剤と混合し、該混合物中に粉体を分散させた後、溶剤を乾燥し、表面処理する方法。
3. 目的の粉体の水系スラリー中に粉体処理剤を直接或いはエマルションの形態で添加し、表面に吸着させた後、乾燥し表面処理する方法。

【0019】

上記各表面処理において、本発明のオルガノポリシロキサン粉体処理剤は、粉体100重量部に対して0.1~30重量部となる量で用いることが好ましく、特に0.5~10重量部の範囲が好適である。

40

【0020】

本発明の粉体処理剤で表面することができる粉体としては、通常の化粧料に用いられるものであれば、その形状(球状、針状、板状等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができる。例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられる。

【0021】

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

50

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、パーミキュライト、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、シリカ等が挙げられる。

【0022】

有機粉体としては、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、デンプン末、ラウロイルリジン末、フェノール樹脂パウダー、エポキシ樹脂パウダー、セルロース、シルクパウダー等の、例えば水酸基等のSiH結合と反応し得る基を有する粉体、及びジメチルシリコンが架橋されてなる架橋型シリコン微粉末、ポリメチルシロキサン等の微粉末等のシリコン粉体が挙げられる。

10

【0023】

界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等が挙げられ、有色顔料の具体例としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、一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等が挙げられる。

20

【0024】

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；タール色素としては、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；天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体等が挙げられる。

30

【0025】

本発明の処理剤で表面処理された粉体、以下「A）粉体とする」、は、化粧料の原料として好適である。その配合量は、化粧料の種類及び剤形、粉体の性状に応じて調整することが好ましい。通常、化粧料の総質量に対して0.1～70重量%、典型的には1～50重量%、より典型的には1～40重量%配合される。

40

【0026】

本発明の化粧料には、その目的に応じて1種又は2種以上のB）油剤を配合することができる。通常の化粧料に使用されるものであれば、固体、半固体、液状、いずれの油剤も使用することができる。

例えば、天然動植物油脂類及び半合成油脂としては、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、カボックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、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、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

50

、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシク油、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、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、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、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等が挙げられる。但し、POEはポリオキシエチレンを意味する。

【0027】

炭化水素油として、オゾケライト、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、流動パラフィン、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；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る。

【0028】

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。

【0029】

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-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、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、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、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、リンゴ酸ジイソステアリル等；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。

【0030】

シリコーン油としては、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、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オルガノポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テト

10

20

30

40

50



ラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン、テトラメチルテトラフェニルシクロテトラシロキサン等の環状シロキサン、高重合度のガム状ジメチルポリシロキサン、ガム状の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シリコーンゴム、及びシリコーン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シリコーン、高級脂肪酸変性シリコーン、アルキル変性シリコーン、アミノ変性シリコーン、フッ素変性シリコーン、シリコーン樹脂及びシリコーンレジン溶解物等が挙げられる。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タン等が挙げられる。好ましくは、B)油剤の少なくとも一部が、 $R^3_k SiO_{(4-k)/2}$  (ただし、 $R^3$ は水素原子、炭素数1~30のアルキル基、アリール基、アルキル基及びフッ素置換アルキル基から選択される基であり、及びkは0~2.5)で示される直鎖あるいは環状のシリコーン油である。

これらのB)油剤の配合量は、剤系によっても異なるが、化粧品全体の1~98重量%の範囲が好適である。

#### 【0031】

本発明の化粧品には、その目的に応じてC)水を配合することも出来る。その配合量は、剤系によっても異なるが、化粧品全体の1~95重量%の範囲が好適である。

#### 【0032】

本発明の化粧品には、その目的に応じてD)アルコール性水酸基を有する化合物を1種又は2種以上、用いることもできる。

本発明において添加することのできるアルコール性水酸基を有する化合物としては、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等の多価アルコール等がある。配合量としては、化粧品全体の0.1~98重量%の範囲が好適である。

#### 【0033】

本発明の化粧品には、その目的に応じてE)水溶性或いは水膨潤性高分子を1種又は2種以上、用いることもできる。

例えば、アラビアゴム、トラガカント、ガラクトサン、キャロブガム、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインシード(マルメロ)、デンプン(コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ)、アルゲコロイド、トラントガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマーなど他の合成水溶性高分子、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、モンモリロナイト、バイデライト、ノントロナイト、サポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子などがある。また、これらの水溶性高分子には、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膚形成剤も含まれる。配合量としては、化粧品全体の0.1~25重量%の範囲が好適である。

#### 【0034】

本発明の化粧品には、その目的に応じて、前述のA)粉体以外のF)粉体を1種又は2種

10

20

30

40

50

以上、用いることもできる。

粉体としては、A) 表面処理粉体に使用される粉体と同様、通常の化粧品に使用されるものであれば、その形状(球状、針状、板状等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができる。例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられる。

【0035】

それぞれの例は前述したとおりであるが、これらの粉体は本発明の効果を妨げない範囲で、粉体を複合化したものや一般油剤、シリコン油、フッ素化合物、界面活性剤等で処理したものも使用することができ、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。また、配合量としては、化粧品全体の0.1~99重量%の範囲が好適である。特に、粉末固形化粧料の場合の配合量としては、化粧品全体の80~99重量%の範囲が好適である。

10

【0036】

本発明の化粧品には、その目的に応じて1種又は2種以上のG)界面活性剤を用いることもできる。このような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活性剤があるが、特に制限されるものではなく、通常の化粧品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。

【0037】

以下例示すると、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、脂肪酸エステルスルホン酸塩、脂肪酸アミドスルホン酸塩、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。

20

30

【0038】

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、ショ糖脂肪酸エステル、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リルエーテル、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、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等が挙げられ、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。また、配合量としては、化粧品全体の0.1~20重量%、特に好ましくは、0.2~10重量%の範囲が好適である。

40

【0039】

本発明の化粧品には、その目的に応じて1種又は2種以上のH)架橋型オルガノポリシロキサン、但し前記架橋型シリコン微粉末を除く、を用いることもできる。この架橋型オルガノポリシロキサンは、 $0.65 \text{ mm}^2 / \text{秒} (25)$  ~  $10.0 \text{ mm}^2 / \text{秒} (25)$

50

)の低粘度シリコーンに対し、自重以上の低粘度シリコーンを含んで膨潤することが好ましい。好ましくは、その両末端に、炭素数2～5のアルキレン基を有し、該アルキレン基は例えばジアリル化合物を、SiH基と反応させることによって、誘導することができる。また、好ましくは、ポリグリセリン残基、アルキル基、アルキレン基、アリール基、アリーレン基、フルオロアルキル基、及びフルオロアルキレン基の中から選択された少なくとも一つの基をさらに有する。架橋型オルガノポリシロキサンを用いる場合の配合量としては、化粧料の総量に対して0.1～50重量%が好ましく、更に好ましくは1～30重量%である。

#### 【0040】

本発明の化粧料には、その目的に応じて、アクリルシリコーン樹脂、及び、MQ、MDQ、MT、MDT、又はMDTQとして表される網状シリコーン樹脂、から選ばれる少なくとも1種のシリコーン樹脂を用いることができる。アクリルシリコーン樹脂は、アクリル/シリコーングラフト重合体又はブロック共重合体のいずれであってもよい。各単位、M、D、T、Qは、上で説明したとおりである。但し、これらの網状シリコーン樹脂は、SiH結合を有しない。好ましくは、アクリルシリコーン樹脂及び網状シリコーン樹脂は、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分及びフルオロアルキル部分、カルボン酸、及びアミノ基から選択される少なくとも1種を有する。アクリルシリコーン樹脂や網状シリコーン樹脂は、化粧料の総量に対して0.1～20重量%が好ましく、更に好ましくは1～10重量%である。

#### 【0041】

更に本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で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、樹脂、制汗剤、紫外線吸収剤、紫外線吸収散乱剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分(美白剤、細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等)、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物、毛髪用固形化剤等を添加することができる。

#### 【0042】

油溶性ゲル化剤としては、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、 $\gamma$ -ジ-n-ブチルアミン等のアミノ酸誘導體、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、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體、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ゲル化剤が挙げられる。

#### 【0043】

制汗剤としては、アルミニウムクロロハイドレート、塩化アルミニウム、アルミニウムセスキクロロハイドレート、ジルコニルヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムグリシン錯体等から選ばれる制汗剤が挙げられる。

#### 【0044】

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挙げられ、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。

10

20

30

40

50

## 【0045】

保湿剤としては、グリセリン、ソルビトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、グルコース、キシリトール、マルチトール、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド等がある。

## 【0046】

防菌防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

10

## 【0047】

酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン、フィチン酸等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、DL-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エドト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルリチン酸及びその塩、グリチルレチン酸及びグリチルレチン酸ステアリル、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

## 【0048】

美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸-ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、-ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ペラパミル、セファランチン、-オリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられる。

20

## 【0049】

ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート、ピリドキシントリパルミテート等のビタミンB6類、ビタミンB12及びその誘導体、ビタミンB15及びその誘導体等のビタミンB類、L-アスコルビン酸、L-アスコルビン酸ジパルミチン酸エステル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、L-アスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンC類、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール等のビタミンD類、-トコフェロール、-トコフェロール、-トコフェロール、酢酸d1--トコフェロール、ニコチン酸d1--トコフェロール、コハク酸d1--トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンH、ビタミンP、ニコチン酸、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、パントテン酸カルシウム、D-パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類、ピオチン等がある。

30

40

## 【0050】

アミノ酸類としては、グリシン、バリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シスチン、システイン、メチオニン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

## 【0051】

毛髪固定用高分子化合物としては、両性、アニオン性、カチオン性、非イオン性の各高分子化合物が挙げられ、ポリビニルピロリドン、ビニルピロリドン/酢酸ビニル共重合体等

50

の、ポリビニルピロリドン系高分子化合物、メチルビニルエーテル/無水マレイン酸アルキルハーフエステル共重合体等の酸性ビニルエーテル系高分子化合物、酢酸ビニル/クロトン酸共重合体等の酸性ポリ酢酸ビニル系高分子、(メタ)アクリル酸/アルキル(メタ)アクリレート共重合体、(メタ)アクリル酸/アルキル(メタ)アクリレート/アルキルアクリルアミド共重合体等の酸性アクリル系高分子化合物、N-メタクリロイルエチル-N,N-ジメチルアンモニウム・ - N-メチルカルボキシベタイン/アルキル(メタ)アクリレート共重合体、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレート/アクリル酸オクチルアミド共重合体等の両性アクリル系高分子化合物が挙げられる。また、セルロースまたはその誘導体、ケラチンおよびコラーゲンまたはその誘導体等の天然由来高分子化合物も好適に用いることができる。

10

## 【0052】

本発明において化粧料とは、化粧水、乳液、クリーム、クレンジング、パック、オイルリキッド、マッサージ料、洗浄剤、脱臭剤、ハンドクリーム、リップクリーム等のスキンケア化粧料、メイクアップ下地、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料、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料、制汗剤、日焼け止め乳液や日焼け止めクリームなどの紫外線防御化粧料等が挙げられる。

## 【0053】

またこれらの化粧料の形状としては、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、ペンシル状等、種々の形態を選択することができる。

20

## 【0054】

## 実施例

以下に、本発明を実施例によって更に詳述するが本発明はこれによって限定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「重量%」を意味する。

## 【0055】

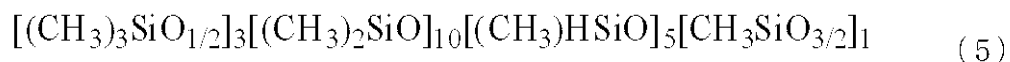
## 実施例 1 .

反応器にトリス(トリメチルシロキシ)メチルシラン 31重量部、オクタメチルシクロテトラシロキサン 74重量部、テトラメチルシクロテトラシロキサン 30重量部を仕込み濃硫酸 8.3重量部を添加して、5時間、室温で攪拌した。得られた反応混合物を水洗した後、未反応シラン及びシロキサンを溜去し、下記平均組成式(5)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンを得た。

30

## 【0056】

## 【化4】



この生成物は無色透明な液状であり、粘度は $2.5 \text{ mm}^2 / \text{ s}$  (25 )であった。

## 【0057】

## 実施例 2 .

反応器にヘキサメチルジシロキサン 32.4重量部、オクチルトリエトキシシラン 55.2重量部、オクタメチルシクロテトラシロキサン 22.2重量部、テトラメチルシクロテトラシロキサン 60重量部を仕込み濃硫酸 19.3重量部、水5.4重量部を添加し、10時間室温で攪拌した。得られた反応混合物を水洗した後、未反応シラン及びシロキサンを溜去し、下記平均組成式(6)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンを得た。

40

## 【0058】

## 【化5】



50

この生成物は無色透明な液状あり、粘度は  $4.2 \text{ mm}^2 / \text{秒}$  (25) であった。

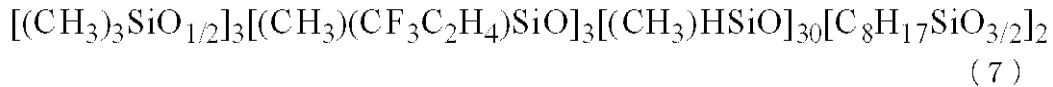
【0059】

実施例 3 .

反応器にヘキサメチルジシロキサン 32.4 重量部、オクチルトリエトキシシラン 55.2 重量部、テトラメチルシクロテトラシロキサン 180 重量部、トリス(トリフルオロプロピル)トリメチルシクロトリシロキサン 37.8 重量部 を仕込み濃硫酸 15 重量部、水 5.4 重量部を添加し、10 時間室温で攪拌した。得られた反応混合物を水洗した後、未反応シラン及びシロキサンを溜去し、下記平均組成式(7)で表されるオルガノヒドロジェンポリシロキサンを得た。

【0060】

【化 6】



この生成物は、無色透明な液状であり、粘度は  $3.4 \text{ mm}^2 / \text{秒}$  (25) であった。

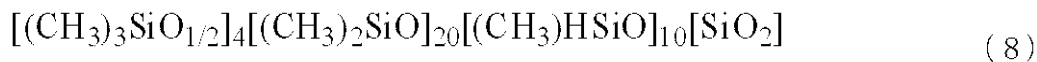
【0061】

実施例 4 .

反応器にヘキサメチルジシロキサン 32.4 重量部、テトラエトキシシラン 20.8 重量部、オクタメチルシクロテトラシロキサン 148 重量部、テトラメチルシクロテトラシロキサン 60 重量部 を仕込み濃硫酸 13 重量部、水 7.2 重量部を添加し、10 時間室温で攪拌した。得られた反応混合物を水洗した後、未反応シラン及びシロキサンを溜去し、下記平均組成式(8)で表されるオルガノヒドロジェンポリシロキサンを得た。

【0062】

【化 7】



この生成物は無色透明な液状であり、粘度は  $3.2 \text{ mm}^2 / \text{秒}$  (25) であった。

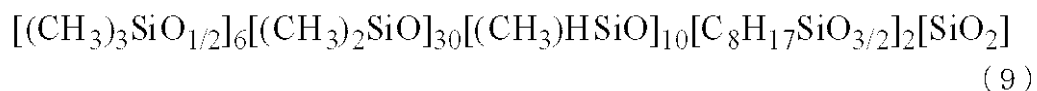
【0063】

実施例 5

反応器にヘキサメチルジシロキサン 48.6 重量部、オクチルトリエトキシシラン 55.2 重量部、テトラメチルシクロテトラシロキサン 60 重量部、オクタメチルシクロテトラシロキサン 222 重量部 を仕込み濃硫酸 19 重量部、水 5.4 重量部を添加し、10 時間室温で攪拌後、水洗した後、未反応シラン及びシロキサンを溜去し、下記平均組成式(9)で表されるオルガノヒドロジェンポリシロキサンを得た。

【0064】

【化 8】



この生成物は、無色透明な液状であり、粘度は  $5.8 \text{ mm}^2 / \text{秒}$  (25) であった。

【0065】

実施例 6 ~ 11、比較例 1 ~ 2

実施例 1 ~ 3 で得られたオルガノポリシロキサン粉体処理剤、及び、直鎖状ジメチルメチルヒドロジェンポリシロキサン(処理剤 1)を用いて、下表 1 の配合(重量部)にて、下記方法により、粉体を処理した。

【0066】

10

20

30

40

【表 1】

表面処理 粉 体	粉 体		処 理 剤			
	微粒子酸 化チタン	セリサイ ト	実施例 1	実施例 2	実施例 3	処理剤 1
実施例 6	98		2			
実施例 7	98			2		
実施例 8	98				2	
実施例 9		95	5			
実施例 10		95		5		
実施例 11		95			5	
比較例 1	98					2
比較例 2		95				5

10

処理剤 1 : K F 9 9 0 1 (ジメチルメチルハイドロジェンポリシロキサン)

信越化学工業(株)製

【0067】

粉体の表面処理法

減圧乾燥及び加熱処理した(150、20mmHg、1時間)酸化チタン98部又はセリサイト95部を反応器に仕込み、上記の処理剤2部又は5部をトルエンに、約5倍希釈した溶液を徐々に加えながら攪拌した。さらに昇温してトルエンを溜去し、150にて3時間さらに攪拌した。

20

【0068】

次に、得られた表面処理粉体の表面活性、耐水性、水素発生量を測定し、その結果を表2に示す。

【0069】

【表 2】

表面処理粉体	表面活性 ( $\Delta E$ )	耐水性 (h r)	水素発生量 (cc/g)
実施例 6	0.8	3.0	0.5
実施例 7	0.9	3.5	0.4
実施例 8	1.0	3.5	0.4
実施例 9	0.2	3.0	1.0
実施例 10	0.3	3.5	0.9
実施例 11	0.3	3.5	0.9
比較例 1	1.8	3.0	1.9
比較例 2	1.2	2.5	2.5

30

40

【0070】

測定方法

(1) 表面活性: 処理粉体40部を60部のヒマシ油と混練し、その一定量をガラス板に挟み込み、紫外線を一定時間照射した。照射前と照射後の夫々の粉体の色を、色差計で測定し、色差( $E$ )を測定した。粉体の表面活性が高いほど、色差は大きくなる。

(2) 耐水性: 処理粉体の一定量をアルミ皿(50mm)にプレスし、得られた粉体ディスク表面の中央付近に、1,3-ブチレングリコール:水=1:1の混合溶液を滴下し、該滴がディスク内に染み込んで、無くなるまでの時間を測定した。該時間が長い程、耐水性である。

50

(3) 水素発生量：残存するSi-H基量を測定するために、一定量の粉体をトルエンに分散し、該分散物に20% KOHアルカリ溶液を滴下した。発生した水素を補集し、その体積を測定した。

【0071】

表2に示すように、酸化チタンの場合、実施例6, 7, 8は比較例1に比べて、セリサイトの場合も、実施例9, 10, 11は、比較例2に比べて色差が小さく、本発明の処理剤は直鎖状ジメチルメチルヒドロジェンポリシロキサンに比べて表面活性をより低下することが分かった。比較例1, 2は、耐水性については問題なかったが、水素発生量が多く、未反応のSi-H基がかなり残っていたことがわかった。これに対して、実施例6~11は耐水性もかなり高く、また水素発生量も少ない。

【0072】

実施例12~14、比較例3

実施例6~11及び比較例1, 2で得られた表面処理粉体を使用して、下表の処方にてファンデーションを作成し評価を行った。

【0073】

【表3】

	成分	配合(部)			
		実施例12	実施例13	実施例14	比較例3
1	実施例6の酸化チタン	12	—	—	—
2	実施例9のセリサイト	35	—	—	—
3	実施例7の酸化チタン	—	12	—	—
4	実施例10のセリサイト	—	35	—	—
5	実施例8の酸化チタン	—	—	12	—
6	実施例11のセリサイト	—	—	35	—
7	比較例1の酸化チタン	—	—	—	12
8	比較例2のセリサイト	—	—	—	35
9	レシチン処理タルク	35.1	35.1	35.1	35.1
10	レシチン処理球状ナイロン粉末	5	5	5	5
11	ベンガラ	0.4	0.4	0.4	0.4
12	黄酸化鉄	2	2	2	2
13	アンバー	0.4	0.4	0.4	0.4
14	黒酸化鉄	0.1	0.1	0.1	0.1
15	ジメチルポリシロキサン (6mm <sup>2</sup> /秒(25℃))	7	7	7	7
16	トリオクタン酸グリセリル	1.5	1.5	1.5	1.5
17	ジペンタエリトリット脂肪酸エステル	1.5	1.5	1.5	1.5

(製造方法)

A：成分1~14を均一になるように混合して、粉碎した。

B：Aで得られた粉体混合物に、成分15~17を加えて、さらに混練した。

C：Bの生成物をプレス成型してパウダーファンデーションを得た。

【0074】

得られたファンデーションについて、女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、使用性の良さ、伸びの軽さ、にじみのなさ、化粧持ちの良さについて、下記に示される基準に従って評価を行なった。

	使用性・化粧持ちの良さ	伸びの軽さ	にじみのなさ
5点	良い	軽い	良好
4点	やや良い	やや軽い	やや良好
3点	普通	普通	普通

10

20

30

40

50



2点	やや悪い	やや重い	やや不良
1点	悪い	重い	不良

パネル全員の点の平均を求め、下記の基準に従ってファンデーションを評価した。  
 評価基準

得られた平均点が 4 . 5 点以上			
得られた平均点が 3 . 5 点以上 4 . 5 点未満			
得られた平均点が 2 . 5 点以上 3 . 5 点未満			
得られた平均点が 1 . 5 点以上 2 . 5 点未満			×
得られた平均点が 1 . 5 点未満			× ×

10

【 0 0 7 5 】

結果は表 4 に示した通りである。

【 0 0 7 6 】

【表 4】

	実施例 1 2	実施例 1 3	実施例 1 4	比較例 3
使用性の良さ	○	○	○	○
伸びの軽さ	◎	○	○	○
にじみのなさ	○	◎	◎	△
化粧持ちの良さ	◎	◎	◎	△

20

表 4 から明らかなように、実施例 1 2 , 1 3 及び 1 4 のファンデーションは比較例 3 に比べ、伸びが軽く、化粧持ちが良いことが分かった。

また、比較例 3 を(製造方法)の B が終了した状態で、容器に密封し、30日経過後の状態を調べたところ、未反応の Si - H 基による脱水素反応により、容器が膨れていることが観察された。

【 0 0 7 7 】

以下に、種々の化粧料の実施例を示す。表面処理粉体は、特に断りのない限り、実施例 6 と同様の処理方法により調製した。経時変化については、50 で約 60 日後の状態を目視観察して、初期状態と相違が無いことを確認した。

30

【 0 0 7 8 】

実施例 1 5 : 水中油型クリーム

(成分)	重量(%)
1 . エタノール	1 7 . 0
2 . プロピレングリコール	3 . 0
3 . ポリエーテル変性シリコーン(注 1)	0 . 5
4 . トリオクタン酸グリセリル	2 . 0
5 . オルガノポリシロキサン(実施例 1)処理セリサイト	3 . 0
6 . ハイブリッドシリコーン複合粉体(注 2)	5 . 0
7 . カルボキシビニルポリマー(1%水溶液)	2 0 . 0
8 . キサンタンガム(2%水溶液)	6 . 0
9 . トリエタノールアミン	0 . 2
1 0 . 防腐剤	適量
1 1 . 香料	適量
1 2 . 精製水	6 0 . 8

40

(注 1) ポリエーテル変性シリコーン ; K F - 6 0 1 1 (信越化学工業(株)製)

(注 2) ハイブリッドシリコーン複合粉体 ; K S P - 1 0 0 (信越化学工業(株)製)

(製造方法)

A : 成分 1 ~ 6 を混合した。

50

B：成分7～12を混合した。

C：工程Aで得た混合物を工程Bで得た混合物に加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られた水中油型クリームは、キメが細かく経時安定性に優れ、皮膚上での伸びが良く、べたつきのない、さっぱりとした使用感を与えた。

【0079】

実施例16：水中油型クリーム

(成分)	重量(%)	
1. 架橋型ジメチルポリシロキサン(注1)	10.0	10
2. トリオクタン酸グリセリル	5.0	
3. ジプロピレングリコール	7.0	
4. グリセリン	5.0	
5. メチルセルロース(2%水溶液)(注2)	7.0	
6. ポリアクリルアミド系乳化剤(注3)	2.0	
7. オルガノポリシロキサン(実施例2)処理マイカチタン	1.0	
8. 防腐剤	適量	
9. 香料	適量	
10. 精製水	63.0	

(注1) 架橋型ジメチルポリシロキサン；KSG-16(信越化学工業(株)製)

(注2) メチルセルロース；メトローズSM-4000(信越化学工業(株)製)

(注3)：ポリアクリルアミド系乳化剤；セピゲル305(SEPIC製) 20

(製造方法)

A：成分3～10を混合した。

B：成分1～2を混合した。

C：工程Aで得た混合物に工程Bで得た混合物を加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られた水中油型クリームは、キメが細かく経時安定性に優れ、皮膚上での伸びが良く、べたつきのない、さっぱりとした使用感を与えた。

【0080】

実施例17：油中水型クリーム

(成分)	重量(%)	
1. ジメチルポリシロキサン(6mm <sup>2</sup> /秒(25))	6.0	30
2. メチルフェニルポリシロキサン	4.0	
3. スクワラン	5.0	
4. ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3.0	
5. ポリエーテル変性シリコーン(注1)	3.0	
6. 疎水化微粒子酸化チタン(注2)	2.0	
7. 硫酸マグネシウム	0.7	
8. グリセリン	10.0	
9. 防腐剤	適量	
10. 香料	適量	
11. 精製水	残量	40

(注1) ポリエーテル変性シリコーン；KF6012(信越化学工業(株)製)

(注2) 疎水化処理微粒子酸化チタン粉体；平均粒径0.05μmの微粒子酸化チタンを10重量%になるように水に分散させ、次いでSiO<sub>2</sub>換算で酸化チタンに対して2重量%に相当する10重量%ケイ酸ナトリウム溶液(SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>Oモル比=0.5)を加えて十分攪拌した後、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算で酸化チタンに対して7.5重量%に相当する10重量%硫酸アルミニウム溶液を徐々に添加し、酸化チタンの表面にケイ酸の水和物及びアルミナの水和物を沈着させた。反応終了後、ろ過・洗浄・乾燥した後、ジェットミルで粉砕した。これをヘンシェルミキサーに移し、十分攪拌しつつオルガノポリシロキサン粉体処理剤(実施例3)を2重量%添加し、混合攪拌した後、120で焼成処理を行った。

(製造方法)

A：成分 1～5 を混合し、成分 6 を添加して混合した。

B：成分 7～9 及び 11 を混合した。

C：攪拌下、工程 A で得た混合物に工程 B で得た混合物を添加して乳化し、成分 10 を添加し、油中水型クリームを得た。

得られた油中水型クリームは、キメが細かく、経時安定性に優れ、皮膚上での延びが良く、べたつきのない、さっぱりとした使用感を与えた。

【0081】

実施例 18：油中水型クリーム

(成分)	重量 (%)	
1. アルキル変性架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注 1)	6.0	10
2. 流動パラフィン	13.5	
3. マカデミアナッツ油	5.0	
4. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注 2)	0.5	
5. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注 3)	3.0	
6. オルガノポリシロキサン (実施例 4) 処理微粒子酸化チタン	2.0	
7. クエン酸ナトリウム	0.2	
8. プロピレングリコール	8.0	
9. グリセリン	3.0	
10. 防腐剤	適量	
11. 香料	適量	20
12. 精製水	58.8	

(注 1) アルキル変性架橋型ポリエーテル変性シリコーン；KSG-31 (信越化学工業 (株) 製)

(注 2) アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン；KF-6026 (信越化学工業 (株) 製)

(注 3) ハイブリッドシリコーン複合粉体；KSP-100 (信越化学工業 (株) 製) (製造方法)

A：成分 1～6 を混合した。

B：成分 7～12 を混合した。

C：工程 B で得た混合物を工程 A で得た混合物に加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られた油中水型クリームは、キメが細かく、経時安定性に優れ、皮膚上での延びが良く、べたつきのない、さっぱりとした使用感を与えた。

【0082】

実施例 19：油中水型クリーム

(成分)	重量 (%)	
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	16.0	40
2. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> / 秒 (25 ))	4.0	
3. ポリエーテル変性シリコーン (注 1)	5.0	
4. POE (5) オクチルドデシルエーテル	1.0	
5. モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (20E.O.)	0.5	
6. 無水ケイ酸処理酸化亜鉛 (注 2)	2.0	
7. オルガノポリシロキサン (実施例 2) 処理微粒子酸化チタン	10.0	
8. 流動パラフィン	2.0	
9. マカデミアナッツ油	1.0	
10. オウゴンエキス (注 3)	1.0	
11. ゲンチアナエキス (注 4)	0.5	
12. エタノール	5.0	
13. 1, 3 - ブチレングリコール	2.0	
14. 防腐剤	適量	
15. 香料	適量	

16. 精製水 残 量  
 (注1) ポリエーテル変性シリコーン；KF6017（信越化学工業（株）製）  
 (注2) 無水ケイ酸処理酸化亜鉛；酸化亜鉛を50%内包した粒子径0.01~10μmのシリカ；サンスフェアSZ-5（旭硝子製）  
 (注3) オウゴンエキス；50% 1,3-ブチレングリコール水で抽出したもの  
 (注4) ゲンチアナエキス；20% エタノール水で抽出したもの

（製造方法）

A：成分6~9を混合した。

B：成分1~5を混合して、工程Aで得た混合物を加えた。

C：成分10~14及び16を混合した後、Bで得た混合物を加えて乳化した。

10

D：Cで得た混合物を冷却し、成分15を加えてクリームを得た。

以上のようにして得られた油中水型クリームは、キメが細かく、経時安定性に優れ、又、のびが軽くて、みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えた。

【0083】

実施例20：アイライナー

（成分） 重量（%）

- |                                 |      |    |
|---------------------------------|------|----|
| 1. デカメチルシクロペンタシロキサン             | 39.0 |    |
| 2. ポリエーテル変性シリコーン（注1）            | 3.0  |    |
| 3. 網状シリコーン樹脂（注2）                | 15.0 |    |
| 4. ジオクタデシルジメチルアンモニウム塩変性モンモリロナイト | 3.0  | 20 |
| 5. オルガノポリシロキサン（実施例4）処理黒酸化鉄      | 10.0 |    |
| 6. 1,3-ブチレングリコール                | 5.0  |    |
| 7. デヒドロ酢酸ナトリウム                  | 適量   |    |
| 8. 防腐剤                          | 適量   |    |
| 9. 精製水                          | 残量   |    |

（注1）ポリマー変性シリコーン；KF-6017（信越化学工業（株）製）

（注2）網状シリコーン樹脂；KF-7312J（信越化学工業（株）製）

（製造方法）

A：成分1~4を混合し、成分5を加えて混合した。

B：成分6~9を混合した。

30

C：工程Bで得た混合物を工程Aで得た混合物に徐添して乳化し、アイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、得られたアイライナーは、粉っぽさがなく、経時安定性に優れ、又、のびが軽くて、みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えた。施与されたアイライナーは、耐水性、耐汗性が良好で化粧持ちが良かった。

【0084】

実施例21：ファンデーション

（成分） 重量（%）

- |   |      |    |
|---|------|----|
| 1. デカメチルシクロペンタシロキサン                     | 45.0 |    |
| 2. ジメチルポリシロキサン（6mm <sup>2</sup> /秒（25）） | 5.0  |    |
| 3. ポリエーテル変性シリコーン（注1）                    | 2.0  | 40 |
| 4. オクタデシルジメチルベンジルアンモニウム塩変性モンモリロナイト      | 4.0  |    |
| 5. オルガノポリシロキサン（実施例1）処理酸化チタン             | 10.0 |    |
| 6. オルガノポリシロキサン（実施例1）処理タルク               | 6.0  |    |
| 7. オルガノポリシロキサン（実施例1）処理マイカ               | 6.0  |    |
| 8. オルガノポリシロキサン（実施例1）処理ベンガラ              | 1.6  |    |
| 9. オルガノポリシロキサン（実施例1）処理黄酸化鉄              | 0.7  |    |
| 10. オルガノポリシロキサン（実施例1）処理黒酸化鉄             | 0.2  |    |
| 11. ジプロピレングリコール                         | 5.0  |    |
| 12. パラオキシ安息香酸メチルエステル                    | 0.3  |    |
| 13. 2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール            | 0.2  | 50 |

14 . 塩酸	0 . 1
15 . 香料	適 量
16 . 精製水	残 量

(注1) ポリエーテル変性シリコーン ; KF - 6017 (信越化学工業(株)製)  
(製造方法)

A : 成分1 ~ 4 を加熱しながら混合し、成分5 ~ 10 を添加して均一になるよう混合した。

B : 成分11 ~ 14 及び16 を加熱して溶解した(水系のpHは9.0)。

C : 攪拌下、工程Aで得た混合物に、工程Bで得た水溶液を徐添して乳化し、冷却した後成分15 を添加しファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、キメが細かく、経時安定性に優れた。のび広がりが軽く、さっぱりとした使用感を与えた。

【0085】

実施例22 : アイシャドウ

(成分)	重量(%)	
1 . デカメチルシクロペンタシロキサン	15 . 0	
2 . ジメチルポリシロキサン(6mm <sup>2</sup> /秒(25))	10 . 0	
3 . ポリエーテル変性分岐状シリコーン(注1)	2 . 0	
4 . PEG(10)ラウリルエ-テル	0 . 5	
5 . オルガノポリシロキサン(実施例2)処理酸化クロム	6 . 2	20
6 . オルガノポリシロキサン(実施例2)処理群青	4 . 0	
7 . オルガノポリシロキサン(実施例2)処理チタン被覆マイカ	6 . 0	
8 . 塩化ナトリウム	2 . 0	
9 . プロピレングリコール	8 . 0	
10 . 防腐剤	適 量	
11 . 香料	適 量	
12 . 精製水	残 量	

ポリエーテル変性分岐状シリコーン ; KF 6028 (信越化学工業(株)製)

(製造方法)

A : 成分1 ~ 4 を混合し、成分5 ~ 7 を添加して均一に分散した。

B : 成分8 ~ 10 及び12 を溶解した。

C : 攪拌下、工程Aで得た分散物に工程Bで得た溶液を徐添して乳化し、成分11 を添加してアイシャドウを得た。

以上のようにして得られたアイシャドウは、粉っぽさがなく、経時安定性に優れ、延びが良く、油っぽさの無いさっぱりとした使用感を与えた。施与されたアイシャドウは、耐水性、耐汗性が良好で化粧持ちが良かった。

【0086】

実施例23 : 口紅

(成分)	重量(%)	
1 . キャンデリラワックス	8 . 0	40
2 . ポリエチレンワックス	8 . 0	
3 . 長鎖アルキル含有アクリルシリコーン樹脂(注1)	12 . 0	
4 . メチルフェニルポリシロキサン(注2)	3 . 0	
5 . イソノナン酸イソトリデシル	20 . 0	
6 . イソステアリン酸グリセリル	16 . 0	
7 . トリイソステアリン酸ポリグリセリル	28 . 5	
8 . オルガノポリシロキサン(実施例4)処理赤色202	0 . 8	
9 . オルガノポリシロキサン(実施例4)処理ベンガラ	1 . 5	
10 . オルガノポリシロキサン(実施例4)処理黄酸化鉄	1 . 0	
11 . オルガノポリシロキサン(実施例4)処理黒酸化鉄	0 . 2	50

- 12．オルガノポリシロキサン（実施例4）処理酸化チタン 1.0  
 13．防腐剤 適量  
 14．香料 適量  
 （注1）長鎖アルキル含有アクリルシリコーン樹脂；K P - 5 6 1（信越化学工業（株）製）

（注2）メチルフェニルポリシロキサン；K F - 5 4（信越化学工業（株）製）  
 （製造方法）

A：成分1～6及び7の一部を加熱混合、溶解した。

B：成分8～14及び7の残部を均一混合し、工程Aで得た溶液に加えて均一にし、型に流し込んで冷却、口紅を得た。

得られた口紅は、粉っぽさが無く、経時安定性に優れ、のびが軽くて、さっぱりした使用感を与えた。施与された口紅は、非常にツヤがあり、耐水性が良好で化粧持ちが良かった。

10

【0087】

実施例24：口紅

実施例23の成分8．オルガノポリシロキサン(実施例4)をオルガノポリシロキサン(実施例5)に変えた以外は実施例23と同様に口紅を得た。

得られた口紅は、粉っぽさが無く、経時安定性に優れ、のびが軽くて、さっぱりした使用感を与えた。施与された口紅は、非常にツヤがあり、耐水性が良好で化粧持ちが良かった。

20

【0088】

実施例25：アイライナー

（成分）	重量（％）	
1．デカメチルシクロペンタシロキサン	6.0	
2．ジメチルポリシロキサン（6mm <sup>2</sup> /秒（25））	5.0	
3．ホホバ油	2.0	
4．ポリエーテル変性シリコーン（注1）	1.0	
5．アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン（注2）	1.0	
6．アクリルシリコーン樹脂（注3）	15.0	
7．オルガノポリシロキサン（実施例3）処理黒酸化鉄	20.0	30
8．エタノール	5.0	
9．腐剤	適量	
10．精製水	残量	

（注1）ポリエーテル変性シリコーン；K F 6 0 1 7（信越化学工業（株）製）

（注2）アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン；K F 6 0 2 6（信越化学工業（株）製）

（注3）アクリルシリコーン樹脂；K P 5 4 5（信越化学工業（株）製）

（製造方法）

A：成分1～6を混合し、成分7を添加して混合した。

B：成分8～10を混合した。

C：攪拌下、工程Aで得た混合物に工程Bで得た混合物を徐添して乳化した。

得られたアイライナーは、粉っぽさがなく、経時安定性に優れ、又、のびが軽くて、みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えた。施与されたアイライナーは、耐水性、耐汗性が良好で化粧持ちが良かった。

40

【0089】

実施例26：液状乳化ファンデーション

（成分）	重量（％）	
1．ジメチルポリシロキサン（6mm <sup>2</sup> /秒（25））	4.5	
2．デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0	
3．スクワラン	4.0	50

4 . ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3 . 0	
5 . ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセライド	2 . 0	
6 . -モノイソステアリルグリセリルエーテル	1 . 0	
7 . ポリエーテル変性シリコーン (注1)	1 . 0	
8 . アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注2)	0 . 5	
9 . ジステアリン酸アルミニウム塩	0 . 2	
10 . オルガノポリシロキサン (実施例2) 処理酸化チタン	5 . 0	
11 . オルガノポリシロキサン (実施例2) 処理セリサイト	2 . 0	
12 . オルガノポリシロキサン (実施例2) 処理タルク	3 . 0	
13 . オルガノポリシロキサン (実施例2) 処理ベンガラ	0 . 4	10
14 . オルガノポリシロキサン (実施例2) 処理黄酸化鉄	0 . 7	
15 . オルガノポリシロキサン (実施例2) 処理黒酸化鉄	0 . 1	
16 . 硫酸マグネシウム	0 . 7	
17 . グリセリン	3 . 0	
18 . 防腐剤	適量	
19 . 香料	適量	
20 . 精製水	残量	

(注1) ポリエーテル変性シリコーン ; K F 6 0 1 7 (信越化学工業(株)製)

アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン ; K F 6 0 2 6 (信越化学工業(株)製)

(製造方法)

20

A : 成分1 ~ 9を加熱混合し、成分10 ~ 15を添加して均一にした。

B : 成分16 ~ 18及び20を加熱して溶解した。

C : 攪拌下、工程Aで得た混合物にBで得た溶液を徐添して乳化し、冷却して成分19を添加し液状乳化ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた液状乳化ファンデーションは、粘度が低く、キメが細かく、経時安定性に優れた。また、皮膚上での伸びが良く、しっとりとして、さっぱりとした使用感を与えた。施与されたファンデーションは、耐汗性がよく、化粧持ちが良かった。

【0090】

実施例27 : 液状ファンデーション

(成分)	重量 (%)	30
1 . デカメチルシクロペンタシロキサン	16 . 0	
2 . ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> / 秒 (25 ))	8 . 0	
3 . パラメトキシケイ皮酸オクチル	3 . 0	
4 . 12 - ヒドロキシステアリン酸	1 . 0	
5 . フッ素変性シリコーン (注1)	15 . 0	
6 . フッ素アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注2)	5 . 0	
7 . 球状ポリメチルシルセスキオキサン粉体 (注3)	3 . 0	
8 . オルガノポリシロキサン (実施例3) 処理微粒子酸化チタン	8 . 0	
9 . オルガノポリシロキサン (実施例3) 処理雲母チタン	1 . 0	
10 . オルガノポリシロキサン (実施例3) 処理酸化チタン	5 . 0	40
11 . オルガノポリシロキサン (実施例3) 処理ベンガラ	0 . 9	
12 . オルガノポリシロキサン (実施例3) 黄酸化鉄	2 . 0	
13 . オルガノポリシロキサン (実施例3) 黒酸化鉄	1 . 0	
14 . エタノール	15 . 0	
15 . グリセリン	3 . 0	
16 . 硫酸マグネシウム	1 . 0	
17 . 防腐剤	適量	
18 . 香料	適量	
19 . 精製水	残量	

(注1) フッ素変性シリコーン ; F L - 5 0 (信越化学工業(株)製)

50

(注2) フッ素アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン；F P D - 4 6 9 4 (信越化学工業(株)製)

(注3) 球状ポリメチルシルセスキオキサン粉体；K M P 5 9 0 (信越化学工業(株)製)

(製造方法)

A：成分7～13を混合した。

B：成分1～6を70 に加熱混合したものに、工程Aで得た混合物を加えて分散させた。

C：成分14～17及び19を混合して40 に加温した。

D：工程Cで得た混合物を工程Bで得た分散物に添加して乳化した後冷却したものに、成分18を加え、液状ファンデーションを得た。

10

得られた液状ファンデーションは、経時安定性に優れ、皮膚上での伸びが軽い上さっぱりとした使用感を与えた。施与されたファンデーションは、耐汗性に優れ、化粧持ちがよかった。

【0091】

実施例28：アイライナー

(成分)

	重量(%)	
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 <sup>2</sup> /秒(25))	5.0	
3. オルガノポリシロキサン(実施例1)処理黒酸化鉄	20.0	20
4. 網状シリコーン樹脂(注1)	10.0	
5. ビタミンEアセテート	0.2	
6. ホホバ油	2.0	
7. ベントナイト	3.0	
8. ポリエーテル変性シリコーン(注2)	2.0	
9. エタノール	3.0	
10. 1,3-ブチレングリコール	5.0	
11. 防腐剤	適量	
12. 精製水	残量	

(注1) 網状シリコーン樹脂；K F - 7 3 1 2 J (信越化学工業(株)製)

30

(注2) ポリエーテル変性シリコーン；K F 6 0 1 7 (信越化学工業(株)製)

(製造方法)

A：成分1～2、4～8を混合し、成分3を加えて均一になるように分散した。

B：成分9～11及び13を混合した。

C：工程Bで得た混合物を工程Aで得た分散物に徐添して乳化した後冷却し、アイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、経時安定性に優れ、のびが軽くてさっぱりとした使用感を与えた。施与されたアイライナーは、耐水性、耐汗性が良好で化粧持ちが良かった。

【0092】

40

実施例29：ファンデーション

(成分)

	重量(%)	
1. デカメチルシクロペンタシロキサン	27.0	
2. メチルフェニルポリシロキサン	3.0	
3. トリオクタン酸グリセリル	10.0	
4. ポリエーテル変性シリコーン(注1)	1.0	
5. モノイソステアリン酸ポリグリセリル	3.0	
6. 疎水化処理混合粉体(注2)	18.0	
7. ベンガラ	1.2	
8. 黄酸化鉄	2.6	50



9 . 黒酸化鉄	0 . 2	
10 . 1 , 3 - ブチレングリコール	7 . 0	
11 . 塩化ナトリウム	0 . 5	
12 . 防腐剤	適 量	
13 . 香料	適 量	
14 . 精製水	残 量	
(注1) ポリエーテル変性シリコン ; KF6017 (信越化学工業(株)製)		
(注2) 疎水化処理混合粉体		
a . 微粒子酸化チタン	8 . 0	
b . 微粒子酸化亜鉛	4 . 0	10
c . タルク	3 . 0	
d . マイカ	3 . 0	
(製造方法)		
A : 成分 a ~ d を混合し、それらの粉体の総重量に対し、1重量%のオルガノポリシロキサン(実施例1)添加した後、加熱して表面処理した。		
B : 成分 1 ~ 5 を混合して加温して溶解し、成分 6 ~ 9 を均一に分散した。		
C : 成分 10 ~ 12 及び 14 を混合した後、工程 B で得た分散物に加えて乳化した。		
D : 工程 C で得た乳化物を冷却し、成分 13 を加えてファンデーションを得た。		
以上のようにして得られたファンデーションは、経時安定性に優れ、のびが軽く、つやのある、化粧持ちのよい仕上がりを与えた。		
		20
【0093】		
実施例30 : ブラッシング剤スプレー		
(成分)	重量 (%)	
1 . ミリスチン酸イソプロピル	1 . 0	
2 . 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	0 . 05	
3 . オルガノポリシロキサン(実施例1)処理微粒子酸化亜鉛	3 . 0	
4 . エタノール	25 . 0	
5 . 香料	適 量	
6 . 噴射剤	残 量	
(製造方法)		
A : 成分 1 ~ 5 を混合した。		
B : 工程 A で得た今後物をエアゾール用缶に詰めた後、成分 6 を充填し、ブラッシング剤を得た。		
以上のようにして得られたブラッシング剤スプレーは、粉が良く分散されており、櫛通りが良く、ツヤのある、持続性に優れた仕上がりを与えた。		
		30
【0094】		
実施例31 : リンス		
(成分)	重量 (%)	
1 . ジステアリン酸エチレングリコール	3 . 0	
2 . セタノール	2 . 0	40
3 . モノステアリン酸プロピレングリコール	3 . 0	
4 . ジメチルポリシロキサン(100mm <sup>2</sup> /秒(25))	3 . 0	
5 . モノステアリン酸グリセリン	4 . 0	
6 . ポリオキシエチレン(3)ステアレート	4 . 0	
7 . 塩化アセチルトリメチルアンモニウム	5 . 0	
8 . ポリオキシエチレン(20)セチルエーテル	2 . 0	
9 . オルガノポリシロキサン(実施例1)処理酸化亜鉛	2 . 0	
10 . 1 , 3 - ブチレングリコール	5 . 0	
11 . 防腐剤	適 量	
12 . 香料	適 量	50

13. 精製水 残量  
 (製造方法)  
 A: 成分1~9を混合した。  
 B: 成分10~11及び13を加熱しながら混合した。  
 C: 工程Aで得た混合物と工程Bで得た混合物を混合した後、冷却し、成分12を添加してリンスを得た。

得られたリンスは、経時安定性に優れ、毛髪に優れたツヤ、櫛通りの良さを与えた。

【0095】

実施例32: リンスインシャンプー

(成分)	重量(%)	
1. ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン(30%)	15.0	10
2. ポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム(27%)	4.0	
3. ポリオキシエチレン(150)ジステアレート	0.5	
4. カチオン化セルロース(4%)	0.5	
5. グリセリン	3.0	
6. ジメチルポリシロキサン(100万mm <sup>2</sup> /秒(25))	1.0	
7. ジメチルポリシロキサン(100mm <sup>2</sup> /秒(25))	3.0	
8. オルガノポリシロキサン(実施例1)処理マイカ	2.0	
9. 防腐剤	適量	
10. 香料	適量	20
11. 精製水	残量	

(製造方法)

A: 成分1~5、9及び11を加熱して混合した。

B: 成分6~8を混合して、分散する。

C: 工程Aで得た混合物と工程Bで得た分散物を混合した後、冷却、成分10を添加してリンスインシャンプーを得た。

得られたリンスインシャンプーは、経時安定性に優れ、毛髪に優れたツヤ、櫛通りの良さを与えた。

【0096】

実施例33: トリートメント

(成分)	重量(%)	
1. ジステアリン酸エチレングリコール	1.0	30
2. 流動パラフィン	10.0	
3. スクワラン	5.0	
4. ステアリルアルコール	1.5	
5. ジメチルポリシロキサン(10mm <sup>2</sup> /秒(25))	3.0	
6. ステアリン酸	6.0	
7. ポリオキシエチレン(3)ステアリルアルコール	4.5	
8. ポリオキシエチレン(150)セチルエーテル	2.0	
9. オルガノポリシロキサン(実施例4)処理セリサイト	1.5	
10. 1,3-ブチレングリコール	6.0	
11. 防腐剤	適量	
12. 香料	適量	
13. 精製水	残量	

(製造方法)

A: 成分1~9を加熱しながら混合した。

B: 成分10~11及び13を混合して、分散する。

C: 工程Aで得た混合物と工程Bで得た分散物を添混合した後、冷却、成分12を添加してトリートメントを得た。

得られたトリートメントは、経時安定性に優れ、べたつきがなく、毛髪に優れたツヤ、

50

櫛通りの良さを与えた。

【 0 0 9 7 】

実施例 3 4 : 油中水型タイプ制汗剤

(成分)	重量 (%)	
1 . 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注 1 )	7 . 0	
2 . デカメチルシクロペンタシロキサン	1 0 . 0	
3 . トリオクタン酸グリセリル	7 . 0	
4 . ジプロピレングリコール	5 . 0	
5 . クエン酸ナトリウム	0 . 2	
6 . アルミニウム・ジルコニウムテトラクロロロハイドレイト	1 8 . 0	10
7 . オルガノポリシロキサン (実施例 2 ) 処理酸化亜鉛	5 . 0	
8 . フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注 2 )	2 . 0	
9 . 香料	適 量	
8 . 精製水	4 5 . 8	

(注 1 ) 架橋型ポリエーテル変性シリコーン ; K S G - 2 1 ( 信越化学工業 ( 株 ) 製 )

(注 2 ) フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体 ; K S P - 2 0 0 ( 信越化学工業 ( 株 ) 製 )

(製造方法)

A : 成分 1 ~ 3 を混合した。

B : 成分 4 ~ 1 0 を混合した。

C : 工程 B で得た混合物を工程 A で得た混合物に加えて乳化した。

得られた油中水型タイプの制汗剤は、経時安定性に優れ、のびが軽く、さっぱりとした使用感を与えた。

【 0 0 9 8 】

実施例 3 5 : ロールオンタイプ制汗剤

(成分)	重量 (%)	
1 . 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注 1 )	2 0 . 0	
2 . ジメチルポリシロキサン ( $6 \text{ mm}^2 / \text{秒} ( 2 5 )$ )	1 0 . 0	
3 . 架橋型ジメチルポリシロキサン (注 2 )	1 5 . 0	
4 . デカメチルシクロペンタシロキサン	3 0 . 0	30
5 . アルミニウム・ジルコニウムテトラクロロロハイドレイト	2 0 . 0	
6 . オルガノポリシロキサン (実施例 1 ) 処理酸化亜鉛	5 . 0	
7 . 香料	適 量	

(注 1 ) 架橋型ポリエーテル変性シリコーン ; K S G - 2 1 ( 信越化学工業 ( 株 ) 製 )

(注 2 ) 架橋型ジメチルポリシロキサン ; K S G - 1 5 ( 信越化学工業 ( 株 ) 製 )

(製造方法)

A : 成分 1 ~ 4 を混合した。

B : 工程 A で得た混合物に成分 5 ~ 7 を加え、分散した。

得られたロールオンタイプの制汗剤は、経時安定性に優れ、のびが軽く、さっぱりとした使用感を与えた。

【 0 0 9 9 】

実施例 3 6 : 日焼け止め乳液

(成分)	重量 (%)	
1 . デカメチルシクロペンタシロキサン	2 0 . 0	
2 . メチルフェニルポリシロキサン	3 . 0	
3 . モノイソステアリン酸ソルビタン	1 . 0	
4 . ポリエーテル変性シリコーン (注 1 )	0 . 5	
5 . トリメチルシロキシケイ酸 (注 2 )	1 . 0	
6 . パラメトキシケイ皮酸オクチル	4 . 0	
7 . オルガノポリシロキサン (実施例 1 ) 処理微粒子酸化チタン	8 . 0	50

8 . ソルビトール	2 . 0
9 . 塩化ナトリウム	2 . 0
10 . 防腐剤	適 量
11 . 香料	適 量
12 . 精製水	残 量

(注1) ポリエーテル変性シリコーン ; K F 6 0 1 5 (信越化学工業(株)製)

(注2) トリメチルシロキシケイ酸 ; X - 2 1 - 5 2 5 0 (信越化学工業(株)製)

(製造方法)

A : 成分 1 ~ 6 を加熱しながら混合し、成分 7 を分散した。

B : 成分 8 ~ 10 及び 12 を加熱しながら混合した。

C : 攪拌下、工程 A で得た分散物に工程 B で得た混合物を徐添して乳化し、冷却して成分 11 を添加し日焼け止め乳液を得た。

得られた日焼け止め乳液は、経時安定性に優れ、キメが細かく、のび広がりが軽く、べたつきがなく、肌上での持ちが良いため、紫外線防止効果を持続させることができる。

【0100】

実施例 37 : サンカットクリーム

(成分)

	重量 (%)	
1 . デカメチルシクロペンタシロキサン	17 . 5	20
2 . アクリルシリコーン樹脂 (注1)	12 . 0	
3 . トリオクタン酸グリセリル	5 . 0	
4 . パラメトキシケイ皮酸オクチル	6 . 0	
5 . 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注2)	5 . 0	
6 . アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注3)	1 . 0	
7 . オルガノポリシロキサン (実施例 2) 処理酸化亜鉛	20 . 0	30
8 . 塩化ナトリウム	0 . 5	
9 . 1, 3 - ブチレングリコール	2 . 0	
10 . 防腐剤	適 量	
11 . 香料	適 量	
12 . 精製水	残 量	

(注1) アクリルシリコーン樹脂 ; K P 5 4 5 (信越化学工業(株)製)

(注2) 架橋型ポリエーテル変性シリコーン ; K S G 2 1 (信越化学工業(株)製)

(注3) アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン ; K F 6 0 2 6 (信越化学工業(株)製)

(製造方法)

A : 成分 1 の一部に成分 2 を加えて均一な混合物にし、成分 7 を添加してビーズミルにて分散した。

B : 成分 1 の残部及び 3 ~ 6 を混合し、混合した。

C : 成分 8 ~ 10 及び 12 を混合して溶解する。

D : 工程 B で得た混合物に工程 C で得た溶液を加えて乳化し、工程 A で得た分散物及び成分 11 を添加してサンカットクリームを得た。

得られたサンカットクリームは、経時安定性に優れ、べたつきがなく、のび広がりが軽く、肌上での持ちも優れており、日焼け効果を持続させることができる。

【産業上の利用可能性】

【0101】

本発明のオルガノポリシロキサン粉体処理剤は、粉体表面活性を効果的に低減することができ、また、経時で水素ガスを発生することもないので、化粧品用の粉体の処理に好適である。

## フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I
A 6 1 K	8/92 (2006.01)	A 6 1 K 8/92
A 6 1 K	8/34 (2006.01)	A 6 1 K 8/34
A 6 1 K	8/894 (2006.01)	A 6 1 K 8/894
A 6 1 K	8/898 (2006.01)	A 6 1 K 8/898
A 6 1 K	8/897 (2006.01)	A 6 1 K 8/897
A 6 1 Q	1/02 (2006.01)	A 6 1 Q 1/02
A 6 1 Q	1/12 (2006.01)	A 6 1 Q 1/12
A 6 1 Q	5/00 (2006.01)	A 6 1 Q 5/00
A 6 1 Q	15/00 (2006.01)	A 6 1 Q 15/00
A 6 1 Q	17/04 (2006.01)	A 6 1 Q 17/04
A 6 1 Q	19/00 (2006.01)	A 6 1 Q 19/00
C 0 9 C	1/04 (2006.01)	C 0 9 C 1/04
C 0 9 C	1/36 (2006.01)	C 0 9 C 1/36
C 0 9 C	1/40 (2006.01)	C 0 9 C 1/40
C 0 9 C	1/42 (2006.01)	C 0 9 C 1/42

(56) 参考文献 特開 2 0 0 2 - 3 6 3 4 4 5 ( J P , A )  
 特公平 0 5 - 0 0 4 1 2 9 ( J P , B 2 )  
 特開 2 0 0 0 - 3 1 9 5 4 2 ( J P , A )  
 特開平 0 7 - 1 9 6 8 1 5 ( J P , A )  
 特開平 0 8 - 0 7 3 8 0 9 ( J P , A )  
 特開平 1 0 - 1 9 5 2 1 7 ( J P , A )  
 特開 2 0 0 0 - 1 9 1 7 8 7 ( J P , A )  
 特開 2 0 0 1 - 0 7 2 8 9 1 ( J P , A )  
 特開 2 0 0 2 - 0 3 8 0 1 6 ( J P , A )  
 米国特許出願公開第 2 0 0 4 / 0 2 3 4 4 7 7 ( U S , A 1 )

(58) 調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)  
 C 0 9 C 1 / 0 4 、 1 / 3 6 、 1 / 4 0 、 1 / 4 2  
 C 0 9 C 3 / 1 2