



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I480053 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 04 月 11 日

(21)申請案號：099138236 (22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 11 月 05 日

(51)Int. Cl. : *A61K8/25 (2006.01)* *A61K8/27 (2006.01)*
A61K8/89 (2006.01) *A61Q17/04 (2006.01)*

(30)優先權：2009/11/06 日本 2009-255092
2009/11/25 日本 2009-267091

(71)申請人：花王股份有限公司 (日本) KAO CORPORATION (JP)
日本

(72)發明人：山田健一 YAMADA, KENICHI (JP)；福井崇 FUKUI, TAKASHI (JP)；針生泰史
HARYU, YASUSHI (JP)

(74)代理人：陳長文

(56)參考文獻：
JP 5-139930A JP 2000-297005A

審查人員：張榮興

申請專利範圍項數：11 項 圖式數：2 共 43 頁

(54)名稱

乳化化粧料

(57)摘要

本發明提供一種紫外線防禦效果、透明感、使用感及經時穩定性優異之乳化化粧料。本發明之乳化化粧料之特徵在於含有：(A)藉由具有碳數 1~20 之烷基或氟烷基、且與無機氧化物具有反應性之矽烷化合物或矽氮烷化合物對平均粒徑為 0.1~1 μm 、平均粒子厚度為 0.01~0.2 μm 及平均板狀比為 3 以上之氧化鋅粉末加以表面處理而成之粉末。

I480053

TW I480053 B

(無元件符號說明)

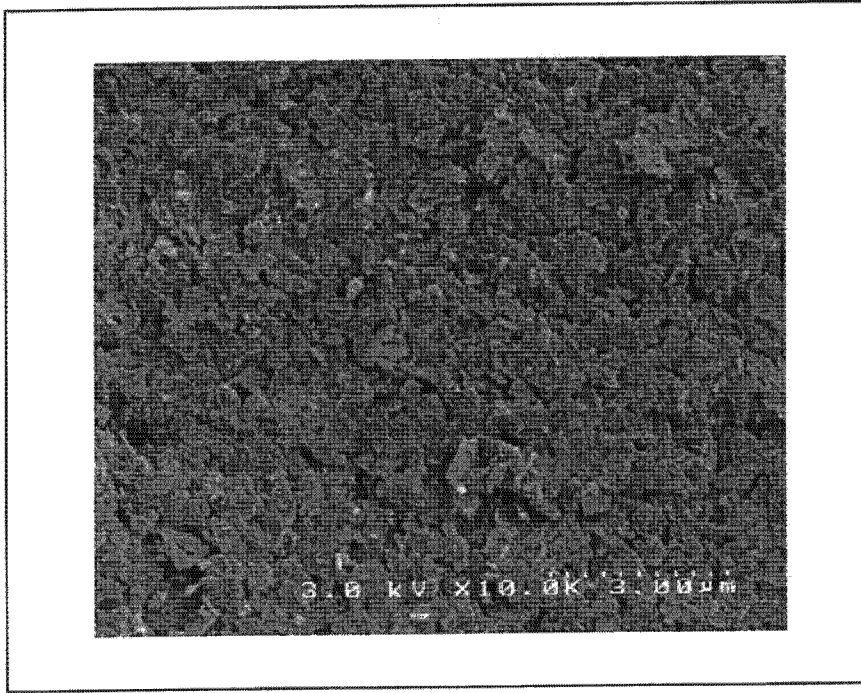


圖1

公告本

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：99138236

※申請日：99.11.5

※IPC 分類：A61K; A61Q

一、發明名稱：(中文/英文)

乳化化粧料

A61K8/25 (2006.01)

A61K8/27 (2006.01)

A61K8/89 (2006.01)

二、中文發明摘要：

A61Q17/04 (2006.01)

本發明提供一種紫外線防禦效果、透明感、使用感及經時穩定性優異之乳化化粧料。本發明之乳化化粧料之特徵在於含有：(A)藉由具有碳數1~20之烷基或氟烷基、且與無機氧化物具有反應性之矽烷化合物或矽氮烷化合物對平均粒徑為0.1~1 μm 、平均粒子厚度為0.01~0.2 μm 及平均板狀比為3以上之氧化鋅粉末加以表面處理而成之粉末。

三、英文發明摘要：

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 (1) 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

(無元件符號說明)

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種具有較高之紫外線防禦效果且經時穩定性、使用感優異之乳化化粧品。

【先前技術】

近年來，已指出UV-A區域(320~400 nm)之紫外線到達皮膚之深部，成為誘發光老化或皮膚癌之主要原因，對於化粧品而言，亦係對UV-A區域之紫外線防禦效果之要求不斷高漲。

先前以來，為防禦紫外線而使用氧化鈦或氧化鋅等無機粉體。該等中，氧化鋅不僅對UV-B區域(290 nm~320 nm)之遮蔽力相對較高，對UV-A區域之遮蔽力亦相對較高，故近年來多用於化粧品中。

為提高紫外線防禦效果，係使用平均粒徑為0.1 μm 以下之微粒子氧化鋅，但該微粒子氧化鋅容易凝聚，故分散性較差，大量調配時延展性較差，產生浮白現象，於使用性方面亦不實用。

為解決上述問題，例如有人提出有以下之防曬化粧品：其使用對0.1 μm 以下之微粒子氧化鋅以矽酸酐加以表面處理後進行聚矽氧處理之粉末、及特定之聚氧伸烷基改質聚矽氧烷，藉此粉末之分散性優異，紫外線防禦效果較高，穩定且透明性、使用感亦良好(參照專利文獻1)。然而，化粧品之順滑延展性不充分而使用感差，對汗或來自外部之水之耐水性不充分，於化粧品持久性之觀點而言不滿足要

求。

又，有人提出有藉由使用薄片狀氧化鋅粉末而透明性、紫外線防禦效果獲得改善之皮膚外用劑(參照專利文獻2)，但粉體之分散性不充分，於調配時之浮白現象或使用感之方面無法滿足要求。

作為解決上述問題者，例如有人提出有以下之化粧料：其以特定比率使用平均粒徑為 $0.1\sim 1\ \mu\text{m}$ 之薄片狀氧化鋅粉末、與平均粒徑為 $0.001\sim 0.1\ \mu\text{m}$ 之微粒子金屬氧化物，藉此具有優異之觸感，透明性較高，且紫外線防禦能力優異(參照專利文獻3)。

又，有人提出有以下之化粧料：其使用平均粒徑為 $0.1\sim 1\ \mu\text{m}$ 之薄片狀氧化鋅及短徑為 $0.05\sim 0.1\ \mu\text{m}$ 、長徑為 $0.01\sim 0.5\ \mu\text{m}$ 、粒子形狀為紡錘狀或針狀之微粒子氧化鈦，藉此於皮膚上之延展擴散性較好，且具有較高之透明性及紫外線防禦效果(參照專利文獻4)。

進而，有人提出有以下之油中水型乳化化粧料：其使用平均粒徑為 $0.1\sim 1\ \mu\text{m}$ 、平均粒子厚度為 $0.01\sim 0.2\ \mu\text{m}$ 、平均板狀比為3以上之薄片狀鋅、醚改質聚矽氧及聚矽氧油，藉此使用感及持續性優異(參照專利文獻5)。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

[專利文獻1]日本專利特開2001-58934號公報

[專利文獻2]日本專利第3073887號公報

[專利文獻3]日本專利第3964780號公報

[專利文獻4]日本專利特開平11-35440號公報

[專利文獻5]日本專利第2578037號公報

【發明內容】

本發明提供一種乳化化粧料，其特徵在於含有：(A)藉由具有碳數1~20之烷基或氟烷基、且與無機氧化物具有反應性之矽烷化合物或矽氮烷化合物對平均粒徑為0.1~1 μm 、平均粒子厚度為0.01~0.2 μm 及平均板狀比為3以上之氧化鋅粉末加以表面處理而成之粉末。

【發明之效果】

本發明之乳化化粧料具有較高之透明性及紫外線防禦效果，且經時穩定性良好，並且無黏膩感，具有濕潤感，使用感優異。

【實施方式】

然而，上述專利文獻3及4中記載之含粉體之化粧料於維持某種程度之透明性且獲得紫外線防禦效果之方面有效，但於製成乳化化粧料之情形時，存在其經時穩定性較差之問題。

又，專利文獻5中，雖可獲得某種程度之順滑延展性，但於油中水型乳化化粧料中之揮發成分揮發而逐漸形成化粧膜之階段中，有延展性或擴散性逐漸變差、於化粧料之塗佈中感到延展急遽厚重之情形。又，經時穩定性亦不滿足要求。

因此，本發明之目的在於提供一種紫外線防禦效果、透明感、使用感及經時穩定性優異之乳化化粧料。

本發明者為解決上述問題而進行了潛心研究，結果發現，在乳化化粧品中使用藉由具有碳數1~20之烷基或氟烷基、且與無機氧化物具有反應性之矽烷化合物或矽氮烷化合物對平均粒徑為0.1~1 μm 、平均粒子厚度為0.01~0.2 μm 及平均板狀比為3以上之氧化鋅粉末加以表面處理而成的粉末，藉此具有較高之透明性及紫外線防禦效果，且經時穩定性、使用感優異。

以下，對本發明之構成加以詳述。

本發明中使用之粉末(A)係藉由具有碳數1~20之烷基、且與無機氧化物具有反應性之矽烷化合物或矽氮烷化合物對平均粒徑為0.1~1 μm 、平均粒子厚度為0.01~0.2 μm 及平均板狀比為3以上之氧化鋅粉末(以下稱為薄片狀氧化鋅粉末)加以表面處理而成之粉末。

此處，平均粒徑係於穿透式電子顯微鏡照片中，對任意視場之任意粒子20個將長軸與短軸之相加平均值視為粒徑。平均粒子厚度係讀取穿透式電子顯微鏡照片之同視場中之厚度，藉由所讀取之所有粒子之厚度之算術平均而求出。平均板狀比係藉由(平均粒徑)/(平均粒子厚度)而求出，並將小數點以下四捨五入所得之值。

關於本發明中使用之薄片狀氧化鋅粉末之形狀，其平均粒徑為0.1~1 μm ，較好的是0.1~0.8 μm ，更好的是0.2~0.7 μm 。該平均粒徑未滿0.1 μm 時會發生凝聚而使分散性下降，超過1 μm 時透明性及紫外線吸收性下降。

平均粒子厚度為0.01~0.2 μm ，較好的是0.01~0.1 μm ，

更好的是 $0.01\sim0.05\ \mu\text{m}$ 。該平均粒子厚度未滿 $0.01\ \mu\text{m}$ 時薄片狀形態易崩裂，超過 $0.2\ \mu\text{m}$ 時於調配至化粧品中之情形時會產生不適感，故不實用。

平均板狀比為3以上，較好的是5以上，更好的是7以上。又，平均板狀比之上限較好的是30以下。該板狀比未滿3時透明性下降。

本發明中，較好的是於薄片狀氧化鋅粉末中進而含有+2價以上之微量元素。此處所謂「含有」，是指微量元素結合並保持於薄片狀氧化鋅粉末之表面或其內部。

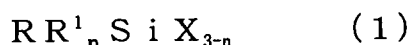
作為+2價以上之微量元素，可列舉鐵、鋅、鈣、錳、鎂、釷等金屬。該等可單獨使用亦可組合兩種以上使用，作為組合之例，可列舉鋅與鐵、鋅與鎂、鐵與鎂、鐵與鈣等。微量元素之含量就紫外線防禦能力之觀點而言，相對於薄片狀氧化鋅粉末所含有之鋅量100莫耳，較好的是 $0.005\sim1.0$ 莫耳，更好的是 $0.01\sim0.5$ 莫耳。

此處，添加元素含量係對將一定量之乾燥粉體溶解於6N鹽酸中並稀釋至一定容量之溶液實施ICP(Inductive Couple Plasma，感應耦合電漿)發光分析，藉此求出鋅濃度及其他添加元素濃度，進而以添加元素相對於鋅之莫耳比之形式求出。

作為本發明中使用之具有碳數1~20之烷基或氟烷基、且與無機氧化物具有反應性之矽烷化合物或矽氟烷化合物，可列舉：(1)具有碳數1~20之烷基或氟烷基之烷氧基矽烷化合物或鹵代矽烷化合物、(2)具有碳數1~20之烷基或氟

烷基之矽氮烷化合物。作為該等矽烷化合物及矽氮烷化合物之例，可列舉下述通式(1)所表示之矽烷化合物、通式(2)所表示之矽氮烷化合物。

[化1]



(n為0或1之整數，R表示碳數1~20之烷基或氟烷基(直鏈或支鏈均可)， R^1 表示碳數1~6之烷基，X表示鹵素原子或烷氧基)

[化2]



($R^2 \sim R^7$ 表示碳數1~20之烷基或氟烷基(直鏈或支鏈均可)，可分別獨立或相同)

上述通式(1)及(2)中，R、 $R^2 \sim R^7$ 所表示之烷基或全氟烷基中，更好的是碳數6~10之烷基或全氟烷基，較好的是己基、辛基、癸基、十八烷基、三氟丙基、十七氟癸基等。作為 R^1 ，可列舉甲基、乙基、丙基等。作為鹵素原子，可列舉氟原子、溴原子等。作為烷氧基，可列舉甲氧基、乙氧基、異丙氧基等碳數1~6之烷氧基。

作為具體之矽烷化合物，可列舉己基三甲氧基矽烷、辛基三甲氧基矽烷、癸基三甲氧基矽烷、十八烷基三甲氧基矽烷、辛基三乙氧基矽烷、三氟丙基三甲氧基矽烷、十七氟癸基三甲氧基矽烷等。該等中，特別好的是辛基三乙氧基矽烷、辛基三甲氧基矽烷。作為矽氮烷化合物之較好之

例，可列舉六甲基二矽氮烷、辛基二矽氮烷等，該等中特別好的是辛基二矽氮烷。該矽烷化合物或矽氮烷化合物具有可容易地均勻進行處理、且供給容易而成本低廉之特徵，進而將經該等化合物加以表面處理之粉末(A)調配於製品中時分散性等特性優異，故較好。

作為利用上述矽烷化合物或矽氮烷化合物之薄片狀氧化鋅粉末之處理方法，可列舉以下方法：於正己烷、環己烷、低級醇等有機溶劑中將矽烷化合物或矽氮烷化合物與薄片狀氧化鋅粉末混合，視情形進行微粉碎後，藉由加熱或減壓將有機溶劑去除，較佳為於80℃~250℃下進行加熱處理，利用上述方法等使矽烷化合物或矽氮烷化合物於薄片狀氧化鋅粉末之表面藉由反應性基(烷氧基、鹵素、胺基等)進行化學反應。

此外，亦可列舉以下方法：藉由日本專利特開2007-326902號公報所記載之方法，利用特定之聚矽氧烷化合物對薄片狀氧化鋅粉末進行包覆處理後，使上述矽烷化合物或矽氮烷化合物於水中進行表面處理。

又，亦可列舉以下方法：以二氧化矽、氧化鋁、氧化鋯、氧化鈦、氧化鐵、氧化鈾等無機氧化物將薄片狀氧化鋅粉末之表面預先包覆後，將矽烷化合物或矽氮烷化合物包覆於無機氧化物處理薄片狀氧化鋅粉末之表面。作為無機氧化物處理薄片狀氧化鋅粉末之製造方法，可列舉使用溶劑之濕式處理方法或機械化學法等先前公知之處理方法。例如可列舉以下方法：藉由WO98-17730號公報所記

載之方法於薄片狀氧化鋅粉末表面包覆聚矽氧化合物並進行煅燒，藉此獲得二氧化矽包覆處理薄片狀氧化鋅粉末。

矽烷化合物或矽氮烷化合物對薄片狀氧化鋅粉末之包覆量相對於所使用之薄片狀氧化鋅粉末之總量較好的是3~15質量%，更好的是5~10質量%。若在該範圍內，則於薄片狀氧化鋅粉末表面均勻包覆矽烷化合物或矽氮烷化合物，且不會發生矽烷化合物或矽氮烷化合物於薄片狀氧化鋅粉末表面凝聚或析出之情況。

本發明中使用之(A)經矽烷化合物或矽氮烷化合物進行了表面處理之薄片狀氧化鋅粉末較好的是相對於乳化化粧料之總量而含有0.5~20質量%，特別好的是含有1~18質量%。若在該範圍內，則粉末之分散性良好，亦可防止製劑之黏度上升。

本發明之乳化化粧料中，於具有較高之透明性及紫外線防禦效果、且可獲得優異之經時穩定性及使用感之方面而言，更好的是除了含有上述(A)粉末以外，含有(B)平均粒徑為0.01~1 μm 之氧化鋅粉末(以下稱為微粒子氧化鋅粉末)。

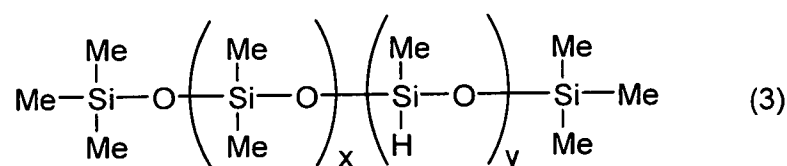
本發明中所用之(B)微粒子氧化鋅粉末之平均粒徑較好的是0.01~1 μm 之範圍，更好的是0.012~0.2 μm ，進而好的是0.015~0.1 μm 。若未滿0.01 μm 則粉體之活性較高，凝聚性較強，故實質上以二次粒子具有本發明之適用範圍以上之粒徑的粉體之形式行為之情形較多。又，若超過1 μm ，則有產生製劑容易不透明化等光學問題之情形。

關於本發明中使用之(B)微粒子氧化鋅粉末之形狀，可列舉球狀、棒狀、紡錘狀、針狀、不定形狀等，若平均粒徑在上述範圍，則可使用任意形狀者。然而，較好的是形狀與上述薄片狀氧化鋅粉末不同者，更好的是平均板狀比未滿3、進而合適的是2以下、特別合適的是1.5以下之微粒子氧化鋅。若在該範圍內，則與上述(A)矽烷化合物等表面處理薄片狀氧化鋅粉末併用時透明性亦較高，紫外線防禦效果亦良好。又，其形狀特別好的是球狀。該等微粒子氧化鋅粉末例如係作為FINEX-25、FINEX-50、FINEX-75(堺化學公司製造)，MZ500系列、MZ700系列(Tayca公司製造)，ZnO-350(Sumitomo Osaka Cement公司製造)而市售。

該等微粒子氧化鋅粉末較好的是進行與上述薄片狀氧化鋅粉末相同之使用矽烷化合物或矽氮烷化合物之表面處理、或其他先前公知之表面處理，例如藉由氟化合物處理、聚矽氧處理、聚矽氧樹脂處理、側位處理、矽烷偶合劑處理、鈦偶合劑處理、油劑處理、N-醯化離胺酸處理、聚丙烯酸處理、金屬皂處理、胺基酸處理、無機化合物處理、電漿處理、機械化學處理等事先進行表面處理。

例如可列舉使用甲基氫化聚矽氧烷或下述式(3)之甲基氫化聚矽氧烷-二甲基聚矽氧烷共聚物之表面處理、與上述薄片狀氧化鋅粉末相同之使用矽烷化合物或矽氮烷化合物之表面處理。該等中，較好的是與上述薄片狀氧化鋅粉末相同之使用矽烷化合物或矽氮烷化合物之表面處理。

[化3]



(x、y為整數， $1 \leq x+y \leq 60$)

本發明中使用之(B)微粒子氧化鋅粉末較好的是相對於乳化化粧料之總量而含有0.5~20質量%，特別合適的是1~18質量%。若在該範圍內，則粉末之分散性良好，亦可防止製劑之黏度上升。

本發明中，(A)經矽烷化合物等進行了表面處理之薄片狀氧化鋅粉末與(B)微粒子氧化鋅粉末之合計含量較好的是相對於乳化化粧料之總量而設定為1~30質量%，特別合適的是2~20質量%。若在該範圍內，則使用感優異，經時穩定性良好。

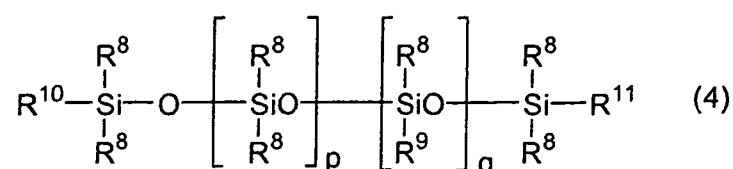
本發明中，(A)經矽烷化合物等進行了表面處理之薄片狀氧化鋅與(B)微粒子氧化鋅之調配比(質量比)為(A)/(B)=1/2~10/1，較合適的是7/13~9/1，進而合適的是3/5~5/2。若在該範圍內，則可獲得較高之透明性及紫外線防禦效果，經時穩定性亦優異，塗佈時可獲得順滑之觸感。

本發明中，就具有較高之透明性及紫外線防禦效果，且可獲得優異之經時穩定性、塗膜之順滑性、化粧效果之持續性之方面而言，更好的是除了上述(A)粉末以外，含有(C)聚醚改質聚矽氧。再者，上述成分(B)與成分(C)亦可併

用。

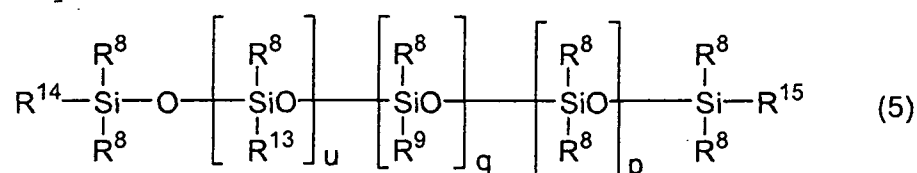
作為(C)聚醚改質聚矽氧，例如可列舉以下通式(4)~(6)所表示者。

[化4]



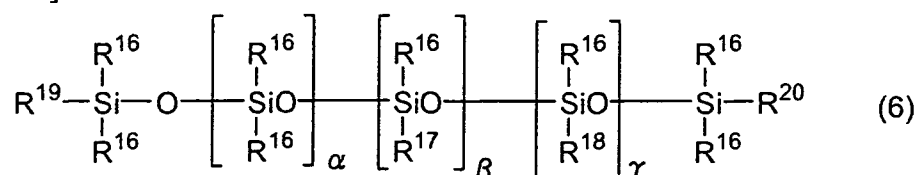
(式中， R^8 表示碳數1~5之烷基或苯基， R^9 表示式 $-(\text{CH}_2)_r-\text{O}-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_s-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_t-\text{R}^{12}$ (R^{12} 為氫原子或碳數1~5之烷基， r 為1~5之數， s 為1~50之數， t 為0~30之數)所表示之基， R^{10} 及 R^{11} 表示與 R^8 或 R^9 中之任一者相同之基， p 、 q 為整數且表示 $p=5\sim300$ 、 $q=1\sim50$ 。其中， R^8 全部為苯基之情況不存在)

[化5]



(式中， R^8 、 R^9 、 p 及 q 表示與上述相同之含意， R^{13} 表示碳數2~20之烷基， R^{14} 及 R^{15} 表示與 R^8 、 R^9 或 R^{13} 中任一者相同之基， u 為整數且表示 $u=1\sim30$ 。其中， R^8 全部為苯基之情況不存在)

[化6]



(式中， R^{16} 表示同種或不同種類之未經取代或經取代之碳數1~20之烷基或芳基， R^{17} 表示式 $-Q^1-O-(C_2H_4O)_x-(C_3H_6O)_yR^{21}$ (Q^1 為碳數1~4之烴基， R^{21} 為氫原子、碳數1~4之烷基或乙醯基， x 、 y 為整數且 $x=0\sim100$ 、 $y=0\sim100$ 、 $x+y\geq 1$)所表示之基或碳數1~10之氟取代烷基， R^{18} 表示式 $-Q^2-O-R^{22}$ (Q^2 為碳數1~4之烴基， R^{22} 為碳數8~30之烴基)所表示之基或式 $-Q^3-O-(C_2H_4O)_x-(C_3H_6O)_yR^{23}$ (Q^3 為碳數2~6之烴基， R^{23} 為氫原子、碳數1~5之烷基或乙醯基或磷酸基或硫酸基或其鹽， x 、 y 與上述相同)， R^{19} 及 R^{20} 表示與 R^{16} 、 R^{17} 或 R^{18} 中任一者相同之基， α 、 β 、 γ 為整數且表示 $\alpha=0\sim500$ 、 $\beta=1\sim500$ 、 $\gamma=1\sim500$)

再者，通式(4)~(6)所表示之聚醚改質聚矽氧亦可於不偏離其目的之範圍內於聚矽氧主鏈上具有分支結構，以聚醚以外之官能基例如全氟烷基進行共改質。

本發明中所使用之聚醚改質聚矽氧中，作為油中水型乳化化粧料較好的是HLB在4~7之範圍內的聚醚改質聚矽氧，特別好的是HLB在4~7之範圍內之全氟烷基-聚氧伸烷基共改質有機聚矽氧烷(例如，通式(5)中， R^{16} 為同種或不同種類之未經取代或經取代之碳數1~20之烷基或芳基， R^{17} 為碳數1~10之氟取代烷基， R^{18} 為式 $-Q^3-O-(C_2H_4O)_x-(C_3H_6O)_yR^{23}$ (Q^3 為碳數2~6之烴基， R^{23} 為氫原子、碳數1~5之烷基或乙醯基或磷酸基或硫酸基或其鹽， x 、 y 為整數且 $x=0\sim100$ 、 $y=0\sim100$ 、 $x+y\geq 1$)， R^{19} 及 R^{20} 為與 R^{16} 、 R^{17} 或 R^{18} 中任一者相同之基， α 、 β 、 γ 為整數且 $\alpha=0\sim500$ 、

$\beta=1\sim500$ 、 $\gamma=1\sim500$ 所表示之化合物)。全氟烷基-聚氧伸烷基共改質有機聚矽氧烷例如係作為FPD4970、FPD6131(均為信越化學工業公司製造)而市售。將該等之物性值示於表1中。

[表1]

	FPD4970	FPD6131
折射率(25°C)	1.4228	1.4168
黏度(cs)	700	1320
比重(25°C)	1.041	1.035
HLB	6.1	5.3

本發明中所使用之聚醚改質聚矽氧中，作為水中油型乳化化粧料較好的是HLB在8~18之範圍內之聚醚改質聚矽氧。

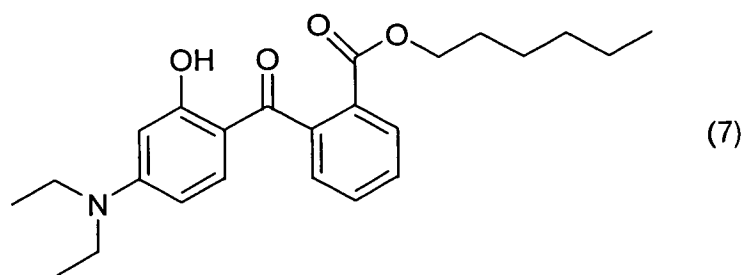
本發明之(C)聚醚改質聚矽氧較好的是相對於乳化化粧料之總量而含有0.1~5質量%，特別好的是0.3~3質量%。若聚醚改質聚矽氧的含量在該範圍內，則可形成保存穩定性優異、且使用感優異者。

本發明之乳化化粧料中，為進一步提高紫外線防禦能力，可含有(D)有機系紫外線吸收劑。作為本發明中所使用之有機系紫外線吸收劑，可列舉：2-羥基-4-甲氧基二苯基酮、2-羥基-4-甲氧基二苯基酮-5-磺酸、2,2'-二羥基-4,4'-二甲氧基二苯基酮、2,2'-二羥基-4,4'-二甲氧基-5,5'-二磺基二苯基酮二鈉、2,4-二羥基二苯基酮、2,2',4,4'-四

羥基二苯基酮、4-第三丁基-4'-甲氧基-二苯甲醯甲烷、2,4,6-三苯胺基-對-(碳-2'-乙基己基-1'-氧基)-1,3,5-三吡、鄰胺基苯甲酸蓋酯、2-(2-羥基-5-甲基苯基)苯并噻唑、2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)-苯甲酸己酯等。

於本發明之乳化化粧品中，於調配該等有機系紫外線吸收劑中之2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)-苯甲酸己酯之情形時，可獲得特別優異之紫外線防禦效果，並且無黏膩感而可獲得良好之使用感。該2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)-苯甲酸己酯係由下述式(7)所表示之有機系紫外線吸收劑，作為Uvinul A plus(BSAF公司製造)而市售。紫外線吸收以約354 nm作為最大吸收波長，為310~390 nm之範圍(UV-A區域)。

[化7]



本發明中，有機系紫外線吸收劑之含量較好的是相對於乳化化粧品之總量而設定為0.01~20質量%，特別合適的是0.05~10質量%。若在該範圍內，則紫外線防禦效果優異，經時穩定性良好。

其中，2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)-苯甲酸己酯之含量較好的是設定為0.01~8質量%，最合適的是0.05~3質

量%。

又，本發明中亦可使用將上述有機系紫外線吸收劑密封於聚合物粉末中者。聚合物粉末可為空心亦可非空心，平均粒徑只要在0.1~50 μm 之範圍內即可，粒度分佈可為寬廣亦可為狹窄。作為聚合物之種類，可列舉丙烯酸樹脂、甲基丙烯酸樹脂、苯乙烯樹脂、胺基甲酸酯樹脂、聚乙烯、聚丙烯、聚對苯二甲酸乙二酯、聚矽氧樹脂、尼龍、丙烯醯胺樹脂等。較好的是於該等聚合物粉末中以粉末質量之0.1~30質量%之範圍而包入有機系紫外線吸收劑之粉末。

本發明之乳化化粧料中，為進一步提昇使用感及經時穩定性，可含有各種(E)多糖類。

作為本發明中使用之多糖類，可列舉普魯蘭多糖、葡聚糖、環槐聚糖、昆布多糖、裂褶多糖、香菇多糖、阿拉伯半乳糖、大麥葡聚糖、地衣多糖、琥珀聚糖、木糖葡聚糖、刺槐豆膠、三仙膠、殼聚糖、石耳素、角叉菜膠、玻尿酸或其鹽等，較好的是玻尿酸、玻尿酸鹼金屬鹽、三仙膠。

玻尿酸係藉由自雞之雞冠之萃取、或對作為乳酸球菌之一種之 *Streptococcus Zooepidemicus*、*Streptococcus equi* 加以改質而使用之醱酵法等所得之高黏性黏多糖，作為玻尿酸FCH系列(Foodchemifa公司製造)、玻尿酸液HA系列(Kewpie公司製造)而市售。

本發明中，上述(E)多糖類之含量較好的是相對於乳化

化粧料之總量而設定為0.0001~5質量%，特別合適的是0.001~3質量%。於與薄片狀氧化鋅等一起使用之情形時亦係若在該範圍內則無黏膩感，經時穩定性亦良好。

本發明之乳化化粧料中，除了水、油性成分、乳化劑以外，只要於不損及本發明之效果之範圍內，則亦可進一步使用通常化粧料中所調配之低級醇、氟化合物、樹脂、增稠劑、防菌防腐劑、香料、保濕劑、鹽類、溶劑、抗氧化劑、螯合劑、中和劑、pH調整劑、驅蟲劑、生理活性成分等成分。此處，作為油性成分，可使用聚矽氧化合物、高級醇、油脂、酯油、煙油等。又，作為乳化劑，可使用各種界面活性劑。

作為本發明之乳化化粧料之用途，可作為化粧料而無特別限制地利用，可合適地用作洗髮精、潤絲精、護髮素等毛髮化粧料，洗顏料、清潔化粧料、防曬化粧料、面膜、按摩化粧料等皮膚化粧料。該等中，特別好的是應用於防曬化粧料、抗曬產品(suntan)、底粧化粧料、具有紫外線防禦能力之粉底等。

作為本發明之乳化化粧料之乳化型，不限於油中水型乳化、水中油型乳化等，可應用於各種乳化型。又，作為本發明之乳化化粧料之劑形，可應用成液狀、乳液狀、霜狀、膏狀、固體狀、多層狀等，進而亦可應用作片劑、噴霧劑、慕絲劑。

[實施例]

以下，藉由實施例對本發明加以更詳細說明，但本發明

不受該等實施例之限定。

說明時，對以下實施例中所用之表面處理粉末之製造方法加以說明。

製造例1(薄片狀氧化鋅之製造)

將硫酸鋅 1.6×10^{-1} 莫耳、硫酸鈉 3.8×10^{-2} 莫耳及作為微量元素之鹽之硫酸亞鐵 1.6×10^{-4} 莫耳溶解於 5×10^{-2} 莫耳硫酸水溶液315 ml中。繼而，一邊藉由均質攪拌機以6000 r.p.m.攪拌該溶液，一邊用15秒鐘投入2 N氫氧化鈉水溶液230 mL(pH值=12.8)，生成沈澱後，繼續攪拌10分鐘。其後，於100°C下熟化90分鐘，進行過濾、水洗，於230°C下乾燥約10小時，獲得紫外線吸收性粉末。藉由掃描式電子顯微鏡觀察如此而獲得之粉末，確認到薄片狀粒子(平均粒徑為0.25 μm ，平均粒子厚度為0.019 μm ，板狀比為13，鐵元素含量為0.11 mol%)。

製造例2(烷基矽烷表面處理薄片狀氧化鋅粉末之製造)

製作包含薄片狀氧化鋅粉末93質量份、辛基三乙氧基矽烷7質量份及甲苯之漿料，使用珠磨機(Shinmaru Enterprises公司製造Dyno-Mill)進行粉碎・解碎。繼而，將甲苯於減壓下加熱蒸餾去除後，使用送風氣流型乾燥機於150°C下加熱處理4小時，獲得辛基三乙氧基矽烷處理薄片狀氧化鋅粉末。

製造例3(聚矽氧表面處理薄片狀氧化鋅粉末之製造)

製作包含薄片狀氧化鋅粉末93質量份、甲基氫化聚矽氧烷(KF-99P，信越化學工業公司製造)7質量份及異丙醇之

漿料，充分攪拌・粉碎後，將溶劑於減壓下加熱蒸餾去除，於空氣中於150℃下進行4小時加熱處理，獲得甲基氫化聚矽氧烷表面處理薄片狀氧化鋅粉末。

製造例4(烷基矽烷表面處理微粒子氧化鋅粉末之製造)

製作包含微粒子氧化鋅粉末(大致球狀，平均粒徑0.02 μm)93質量份、辛基三乙氧基矽烷7質量份及甲苯之漿料，使用珠磨機(Shinmaru Enterprises公司製造Dyno-Mill)進行粉碎・解碎。繼而，將甲苯於減壓下加熱蒸餾去除後，使用送風氣流型乾燥機於150℃下加熱處理4小時，獲得辛基三乙氧基矽烷處理微粒子氧化鋅粉末。

製造例5(聚矽氧表面處理微粒子氧化鋅粉末之製造)

製作包含微粒子氧化鋅粉末(大致球狀，平均粒徑0.02 μm)95質量份、甲基氫化聚矽氧烷(KF-99P，信越化學工業公司製造)5質量份及異丙醇之漿料，充分攪拌・粉碎後，將溶劑於減壓下加熱蒸餾去除，於空氣中於150℃下進行4小時加熱處理，獲得甲基氫化聚矽氧烷表面處理微粒子氧化鋅粉末。

製造例6(聚矽氧表面處理微粒子氧化鈦粉末之製造)

製作包含微粒子氧化鈦粉末(大致球狀，平均粒徑0.017 μm)95質量份、甲基氫化聚矽氧烷(KF-99P，信越化學工業公司製造)5質量份及異丙醇之漿料，充分攪拌・粉碎後，將溶劑於減壓下加熱蒸餾去除，於空氣中於160℃下進行4小時加熱處理，獲得甲基氫化聚矽氧烷表面處理微粒子氧化鈦粉末。

試驗例 1

於製造例 2 及製造例 3 之粉末中添加環聚二甲基矽氧烷，以分散器進行分散，分別製作粉體含量為 10 質量 % 之試樣。藉由刮刀 (YD 型) 將該等試樣以膜厚 6 μm 塗佈於玻璃板上，獲得乾燥後之掃描式電子顯微鏡 (SEM) 像。

將各 SEM 像示於圖 1 (製造例 2) 及圖 2 (製造例 3) 中。由圖 1 及圖 2 明確可知，利用本發明中使用之烷基矽烷 (辛基三乙氧基矽烷) 表面處理薄片狀氧化鋅粉末所得之塗膜均勻地實現高包覆之塗膜，相對於此，利用聚矽氧 (甲基氫化聚矽氧烷) 表面處理薄片狀氧化鋅粉末所得之塗膜中，存在粉體凝聚之部分及微細之孔，無法獲得均勻之塗膜。

實施例 1~8、比較例 1~9

利用下述製法製備下述表 2 所記載之調配組成之油中水型乳化化粧料。對所得之乳化化粧料進行下述評價試驗。將評價結果匯總示於表 2 中。

(評價方法)

(1) 紫外線防禦效果

使用 SPF 分析儀 (Optometices 公司) 測定 SPF 值，按以下基準表示。

[UVB 防禦效果評價基準]

A：SPF 值為 40 以上

B：SPF 值為 30 以上、未滿 40

C：SPF 值為 20 以上、未滿 30

D：SPF 值未滿 20

[UVA防禦效果評價基準]

- a：T(UVA)未滿20%
- b：T(UVA)為20%以上、未滿25%
- c：T(UVA)為25%以上

此處，T(UVA)是由下式所定義。

[數1]

$$T(UVA)(\%) = \frac{\sum_{320}^{400} T_{\lambda} \times \Delta\lambda}{\sum_{320}^{400} \Delta\lambda}$$

$\left\{ \begin{array}{l} T_{\lambda} : \text{波長 } \lambda \text{ 下之透射率 } (\%) \\ \Delta\lambda : \text{測定波長間隔} \end{array} \right.$

(2)使用感

對各評價項目分別準備10名專門官能檢查員(其中，亦有視項目不同而官能檢查員重複之情形)，由官能檢查員實際使用製劑，對「有塗佈後之透明感」、「塗佈時之順滑性」按下述評價基準進行評價，根據所有官能檢查員的合計評分，按以下基準表示。

[官能檢查員評價基準]

評價基準	評分
感覺到效果高	5
感覺到效果	4
稍感覺到效果	3
略微感覺到效果	2
感覺不到效果	1

[使用感評價結果]

A：合計評分為40分以上

B：合計評分為35分以上、未滿40分

C：合計評分為25分以上、未滿35分

D：合計評分未滿25分

(3)經時穩定性

將各試樣於60℃之恆溫槽中保管1個月，觀察1個月後之狀態，使用以下判定基準進行判定。

[保存穩定性判定基準]

A：無變化

B：稍可見黏度變化

C：可見明顯之黏度變化

D：分離

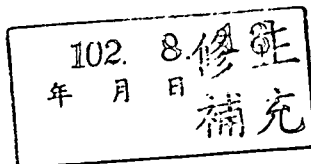
102年 8月 18日 修正 補充

第 099138236 號專利申請案
中文說明書替換頁(102 年 8 月)

[表 2]

成分		實施例										比較例							
		1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	
1	(A)烷基砂烷處理薄片狀氧化鋅(製造例2)	10	10	10	6	10	5	10	8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
2	薄片狀氧化鋅(製造例1)	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-	-	10	10	-	-	
3	聚砂烷處理薄片狀氧化鋅(製造例3)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-	-	-	10	10	
4	(B)烷基砂烷處理微粒子氧化鋅(製造例4)	-	5	-	10	10	-	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-	-	
5	(B)聚砂烷處理微粒子氧化鋅(製造例5)	-	-	5	-	-	10	1	5	-	-	15	-	10	-	5	5	-	
6	聚砂烷處理微粒子氧化鈦(製造例6)	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-	15	5	-	-	-	5	
7	二甲基聚砂烷	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	
8	甲基環聚砂烷	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	
9	(C)全氫烷基-聚氧伸烷基共改質聚砂氧(註1)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
10	山梨糖醇酐單硬脂酸酯	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
11	(D)對甲氧基肉桂酸-2-乙基酯	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	
12	(D)2-(4-二乙胺基-2-羥基苯甲酰基)-苯甲酸己酯	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
13	乙醇	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	
14	純化水	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	
調配比(薄片狀氧化鋅/微粒子氧化鈦)		-	2	2	0.6	1	0.5	10	1.6	-	-	-	-	2	2	2	-	-	
評價																			
使用感(塗佈時之順滑性) (塗佈後之透明性) 總時穩定性 UVA阻擋效果 UVB阻擋效果		B	A	A	B	A	B	B	A	B	B	D	D	D	C	C	C	B	
		A	A	A	A	A	C	C	A	D	C	B	B	B	D	D	D	C	
		A	A	B	A	A	B	A	B	D	C	B	C	C	D	D	D	C	
		b	a	a	a	a	b	a	a	a	c	b	b	c	c	c	b	c	c
		C	A	A	B	A	B	A	A	D	C	C	B	C	D	D	C	B	

註1：FPD-6131(信越化學工業公司製造)



(製造方法)

A：將成分(1)~(12)於 70℃ 下加熱溶解，均勻混合。

B：將成分(14)加熱至 70℃。

C：一邊攪拌 A，一邊緩緩添加 B 進行預乳化。

D：將 C 冷卻至 35℃ 為止，緩緩添加成分(13)進行攪拌，以均質攪拌機均勻混合後，進行脫氣、冷卻，獲得乳化化粧料。

由表 2 可知，本發明之含有(A)矽烷化合物處理薄片狀氧化鋅粉末之乳化化粧料具有較高之紫外線防禦效果，且經時穩定性、透明感及使用感亦良好。於粉體(A)中併用(B)微粒子氧化鋅之本發明乳化化粧料之效果特別顯著。

實施例 9~10、比較例 10~11

藉由下述製法製備下述表 3 所記載之調配組成之水中油型乳化化粧料。對所得之乳化化粧料根據上述評價基準進行使用感(無黏膩感、有濕潤感)、經時穩定性、紫外線防禦效果之相關評價。將評價結果匯總示於表 3 中。

[表 3]

成分		實施例			比較例		
		9	10	10	10	10	11
1	(A)	烷基矽烷處理薄片狀氧化鋅(製造例2)					
2	(B)	烷基矽烷處理微粒子氧化鋅(製造例4)					
3	(D)	對甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯					
4	(D)	2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)-苯甲酸己酯					
5		肉豆蔻酸異鯨蠟酯					
6		十甲基環五矽氧烷					
7		二甲基聚矽氧烷					
8		丙烯酸鈉-丙烯醯基二甲基牛磺酸鈉共聚物(註1)					
9		依地酸二鈉					
10	(E)	三仙膠					
11	(E)	玻尿酸					
12		純化水					
13		乙醇					
14		苯氧基乙醇					
15		對羥基苯甲酸酯					
評價							
使用感(無黏膩感)		A	A	A	B	D	
(濕潤感)		A	A	A	B	C	
經時穩定性		B	A	A	B	B	
UVA阻擋效果		a	a	a	c	b	
UVB阻擋效果		A	A	A	D	B	

註1：SIMULGEL EG(SEPPIC公司製造)



(製造方法)

A：將成分(1)~(7)於70℃下加熱溶解，均勻混合。

B：將成分(8)~(12)於70℃下均勻溶解混合。

C：一邊攪拌B，一邊緩緩添加A，進行預乳化。

D：將C冷卻至40℃為止，緩緩添加成分(13)~(15)進行攪拌，以均質攪拌機均勻混合後，進行脫氣、冷卻，獲得乳化化粧料。

於UV-A區域中具有吸收之紫外線吸收劑之2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)苯甲酸己酯於油劑或溶劑中之溶解性較差，若與金屬氧化物併用則有穩定性較差、黏膩感較強之問題，但藉由採用本發明之構成，可維持經時穩定性並且獲得良好之使用感。

實施例11~20、比較例12~18

藉由下述製法製備下述表4所記載之調配組成之油中水型乳化化粧料。對所得之乳化化粧料進行下述評價試驗。將評價結果匯總示於表4中。

(評價方法)

紫外線防禦效果及經時穩定性係與上述實施例1~10之方法同樣地評價。

(1)塗膜之順滑性之評價

[試驗方法]

使用手持式摩擦測定機(Trinity-Lab公司製造，Type：TL-201-Sa)測定平均動摩擦係數。

[測定法]

於模型皮膚(Bio-plate：Beaulax公司製造)上載置試驗樣品 4 mg/cm^2 並以均勻暈開之方式塗佈，於室溫下乾燥60分鐘，獲得試驗塗膜。利用摩擦計(TL201Ts：Trinity-Lab公司製造)於移動速度為 500 mm/分 、測定距離為 50 mm 行程、荷重為 200 g/cm^2 之條件下測定各樣品塗膜之平均動摩擦係數。又，數值越小則表示順滑性越優異，按下述基準表示。

[評價基準]

a：平均動摩擦係數未滿0.6

b：平均動摩擦係數為0.6以上、未滿0.7

c：平均動摩擦係數為0.7以上

(2)化粧持續性(撥水性・撥油性)、塗佈後之透明感之評價

對各評價項目分別準備10名專門官能檢查員(其中，亦有視項目不同而官能檢查員重複之情形)，由官能檢查員實際使用製劑，對「化粧持續性(撥水性・撥油性)」、「塗佈後之透明感」按下述評價基準進行評價，根據所有官能檢查員之合計評分按以下基準表示。

[官能檢查員評價基準]

評價基準	評分
感覺到效果高	5
感覺到效果	4
稍感覺到效果	3
略微感覺到效果	2
感覺不到效果	1

[使用感評價結果]

A：合計評分為40分以上

B：合計評分為35分以上、未滿40分

C：合計評分為25分以上、未滿35分

D：合計評分未滿25分

102年8月1日修正
補充

[表 4]

成分		實施例										比較例							
		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	12	13	14	15	16	17	18	
1	(A)烷基烷處理薄片狀氧化鋅(製造例2)	15	15	10	10	10	10	10	10	5	10	-	-	10	-	-	-	-	
2	薄片狀氧化鋅(製造例1)														10	10			
3	聚矽氧烷處理薄片狀氧化鋅(製造例3)																		
4	(B)烷基烷處理微粒子氧化鋅(製造例4)				5	5		10	10			15			5	5			
5	(B)聚矽氧烷處理微粒子氧化鋅(製造例5)						5			10	1								
6	聚矽氧烷處理微粒子氧化鋅(製造例6)			5									15				5	5	
7	二甲基聚矽氧烷	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	
8	甲基環聚矽氧烷	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	
9	(C)聚氧伸乙基-甲基聚矽氧烷共聚合物(註1)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
10	(C)全氧烷基-聚氧伸烷基共改質聚矽氧(註2)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
11	山梨糖醇酐單硬脂酸酯	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
12	(D)對甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	
13	(D)2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯基)-苯甲酸乙酯	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
14	乙醇	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	
15	純化水	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	
調配比(薄片狀氧化鋅/微粒子金屬氧化物)		-	-	2	2	2	2	0.6	1	0.5	10	-	-	-	2	2	2	2	
評價																			
使用感(塗膜之順滑性) (化粧持續性) (塗佈後之透明感) 經時穩定性 UVA阻擋效果 UVB阻擋效果		a	a	a	a	a	a	b	a	b	a	c	c	b	c	c	c	c	
		A	B	B	A	B	A	A	B	B	B	C	C	C	D	D	D	D	
		B	B	A	A	B	A	B	B	B	B	B	B	B	C	D	D	C	C
		A	B	B	A	B	B	A	A	B	A	A	A	D	D	D	B	D	D
		a	a	a	a	a	a	a	a	a	b	a	b	c	b	c	c	b	b
UVB阻擋效果		A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	C	A	C	D	D	C	C	

註 1 : BY22-008M 東麗道康寧公司製造
註 2 : FPD-6131 信越化學工業公司製造

(製造方法)

A：將成分(1)~(13)於70℃下加熱溶解，均勻混合。

B：將成分(15)加熱至70℃。

C：一邊攪拌A，一邊緩緩添加B進行預乳化。

D：將C冷卻至35℃為止，緩緩添加成分(14)進行攪拌，以均質攪拌機均勻混合後，進行脫氣、冷卻，獲得油中水型乳化化粧料。

實施例21~23、比較例19~21

藉由下述製法製備下述表5所記載之調配組成之油中水型乳化化粧料。對所得之乳化化粧料按上述評價基準進行使用感(塗膜之順滑性)、經時穩定性之相關評價。將評價結果匯總示於表5中。

[表 5]

	成分	實施例				比較例			
		21	22	23	19	20	21	22	23
1	(A)烷基矽烷處理薄片狀氧化鋅(製造例2)	10	10	15	-	-	-	10	
	薄片狀氧化鋅(製造例1)					10			
2	(B)烷基矽烷處理微粒子氧化鋅(製造例4)	5	5	-	-	5	15	5	
3	二甲基聚矽氧烷	5	5	5	5	5	5	5	
4	甲基環聚矽氧烷	30	30	30	30	30	30	30	
5	(C)全氟烷基-聚氧伸烷基共改質聚矽氧(註2)	1	1	1	1	1	1	1	
6	山梨糖醇酐單異硬脂酸酯	1	1	1	1	1	1	1	
7	(D)對甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯	-	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	
8	(D)2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲酯基)-苯甲酸己酯	-	1	1	1	1	1	1	
9	(D)2-氧基-3,3-二羥基丙烷羧酸辛酯(註3)			0.5					
10	(D)2,4-雙[4-(2-乙基己氧基)-2-羥基]苯基}-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三吡(註4)			0.5					
11	乙醇	5	5	5	5	5	5	5	
12	純化水	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	剩餘量	
調配比(薄片狀金屬氧化物/微粒子金屬氧化物)		2	2	-		2		2	
評價									
	使用感(塗膜之順滑性)	a	a	a	c	c	c	c	b
	經時穩定性	A	A	A	C	D	B	D	D

註3：Parsol 340，DSM Nutrition Japan公司製造
註4：Tinosorb S，汽巴精化公司製造

於UV-A區域中具有吸收之紫外線吸收劑之二乙基胺基羥基苯甲醯基苯甲酸己酯於油劑或溶劑中之溶解性較差，若與金屬氧化物併用，則有穩定性較差、黏膩感較強之問題，但本案發明中維持了經時穩定性，並且獲得了良好之使用感。

(製造方法)

A：將成分(1)~(10)於70℃下加熱溶解，均勻混合。

B：將成分(12)加熱至70℃。

C：一邊攪拌A，一邊緩緩添加B進行預乳化。

D：將C冷卻至35℃為止，緩緩添加成分(11)進行攪拌，以均質攪拌機均勻混合後，進行脫氣、冷卻，獲得油中水型乳化化粧料。

以下列舉本發明之乳化化粧料之配方例，均為具有較高之透明感及紫外線防止效果、且經時穩定性及使用感優異之乳化化粧料。

配方例1(防曬油中水型乳化霜)

(A)成分 (質量%)

1.烷基矽烷處理薄片狀氧化鋅(製造例2) 10.0

(B)成分

2.聚矽氧處理氧化鋅(製造例5) 5.0

(D)成分

3.二乙基胺基羥基苯甲醯基苯甲酸己酯 1.0

4.十甲基環五矽氧烷 25.0

5.二甲基聚矽氧烷 7.0

(SH200C Fluid 2cs 東麗道康寧公司製造)

(C)成分

6.聚醚改質聚矽氧	0.6
-----------	-----

(BY22-008M 東麗道康寧公司製造，純度換算)

(D)成分

7.對甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯	4.0
------------------	-----

8.山梨糖醇酐單異硬脂酸酯	1.0
---------------	-----

9.甲基苯基聚矽氧烷	3.0
------------	-----

(FZ-209 東麗道康寧公司製造)

10.異壬酸異壬酯	1.0
-----------	-----

11.角鯊烷	1.0
--------	-----

12.1,3-丁二醇	5.0
------------	-----

13.氧化鐵黃	0.5
---------	-----

14.氯化鈉	1.0
--------	-----

(E)成分

15.玻尿酸鈉	0.1
---------	-----

16.水解膠原蛋白	0.01
-----------	------

17.甘草次酸硬脂酯	0.1
------------	-----

18.苯氧基乙醇	0.3
----------	-----

19.香料	0.1
-------	-----

20.純化水	剩餘部分
--------	------

配方例2(防曬水中油型乳化底粧)

(A)成分 (質量%)

1.烷基矽烷處理薄片狀氧化鋅(製造例2) 10.0

(B)成分

2.聚矽氧處理氧化鋅(製造例5) 10.0

(D)成分

3.二乙基胺基羥基苯甲醯基苯甲酸己酯 1.0

(D)成分

4.對甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯 5.0

5.肉豆蔻酸辛基十二烷基酯 2.0

6.山梨糖醇酐硬脂酸酯 0.3

(C)成分

7.聚氧乙烯甲基聚矽氧烷共聚物 1.0

(聚矽氧KF-6017, 信越化學工業)

8.二甲基聚矽氧烷(6cs) 3.0

9.十甲基環五矽氧烷 10.0

10.角鯊烷 3.0

11.聚甲基矽倍半氧烷 5.0

(平均一次粒徑為4.5 μm)

12.乙醇 10.0

13.硬脂氧基PG羥基乙基纖維素磺酸鈉 0.5

(Poiz 310, 花王公司製造)

14.依地酸二鈉 0.02

15.甘油	5.0
16.1,3-丁二醇	5.0
17.西印度櫻桃萃取物	1.0
(商品名：西印度櫻桃萃取物BG25(丸善製藥公司製造))	
18.西梅萃取物	0.5
(商品名：西梅萃取液WC(丸善製藥公司製造))	

(E)成分

19.玻尿酸	0.5
20.香料	0.1
21.苯氧基乙醇	0.3
22.純化水	剩餘部分

配方例1(防曬油中水型乳化化粧料)

(A)成分 質量%

烷基矽烷處理薄片狀氧化鋅(製造例2)	10.0
--------------------	------

(B)成分

烷基矽烷處理微粒子氧化鋅(製造例4)	5.0
聚矽氧處理氧化鈦(製造例6)	5.0

(C)成分

PEG-9聚二甲基矽烷氧基乙基二甲基聚矽氧烷	2.0
(KF-6028 信越化學工業公司製造)	
二甲基聚矽氧烷(2.0cs)	10.0
甲基三(聚甲基矽氧烷)	20.0

(D)成分

甲氧基肉桂酸辛酯	7.5
----------	-----

(D)成分

2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)-苯甲酸己酯	1.0
有機改質膨土	0.5
異壬酸異壬酯	3.0
乙醇	5.0
防腐劑	適量
純化水	剩餘部分

配方例2(油中水型乳化霜)

(A)成分 質量%

烷基矽烷處理薄片狀氧化鋅(製造例2)	8.0
--------------------	-----

(B)成分

聚矽氧處理氧化鋅(製造例5)	5.0
----------------	-----

(D)成分

二乙基胺基羥基苯甲醯基苯甲酸己酯	1.0
十甲基環五矽氧烷	25.0
二甲基聚矽氧烷(6cs)	3.0

(SH200CFluid 2cs 東麗道康寧公司製造)

(C)成分

聚醚改質聚矽氧	0.6
---------	-----

(BY22-008M 東麗道康寧公司製造，純度換算)

(D)成分

對甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯	7.5
山梨糖醇酐單異硬脂酸酯	1.0
甲基苯基聚矽氧烷	3.0

(FZ-209 東麗道康寧公司製造)

異壬酸異壬酯	1.0
角鯊烷	1.0
3-丁二醇	7.0
木二糖	1.0

(商品名：木二糖混合物 北海道糖業公司製造)

奇異果萃取物	0.5
--------	-----

(商品名：Pharcolex kiwifruit Ichimaru Pharcos公司製造)

氯化鈉	1.0
-----	-----

(E)成分

玻尿酸鈉	0.1
水解膠原蛋白	0.01
甘草次酸硬脂酯	0.1
苯氧基乙醇	0.3
香料	0.1
純化水	剩餘部分

又，上述實施例及配方例中使用之香料之組成係示於表6中。

[表 6]

香料配方			
成分	質量%	成分	質量%
松油醇	10.00	香草醛	2.00
乙酸松油酯	2.00	乙基香草醛	0.10
二氫茉莉酮酸甲酯	60.00	麝香酮	0.50
甲基二氫茉莉酸酯	250.00	巴西酸亞乙酯	42.00
吲哚	0.05	4,6,6,7,8,8- 六 甲 基 - 1,3,4,6,7,8- 六 氫 環 五 苯 并 吡 喃	60.00
2-甲基-3-(3,4-亞甲基二氧 基-苯基)-丙醛	3.00	環十五內酯	20.00
羥基香茅醛	20.00	黃葵內酯	1.00
羥基香茅醇	10.00	γ -十一內酯	0.40
對第三丁基- α -甲基氫肉 桂醛	35.00	γ -癸內酯	0.10
4-(4-羥基-4-甲基-戊基)- 3-環己烯-1-甲醛	75.00	4-(4-羥基苯基)-2-丁酮	0.50
3-甲基-5-苯基戊醇	20.00	酮麝香	0.10
苯基乙醇	10.00	3-甲基吲哚	0.01
α -紫羅蘭酮	10.00	順式茉莉酮	0.05
β -紫羅蘭酮	20.00	乙酸苯基乙酯	0.10
γ -甲基紫羅蘭酮	10.00	香貓酮	0.20
二氫- β -紫羅蘭酮	25.00	γ -壬內酯	0.05
水楊酸苄酯	150.00	α -檀香醇	0.20
順式-3-己烯基水楊酸酯	30.00	β -檀香醇	0.20
丁香酚	0.80	丁香酚乙酸酯	0.10
肉桂醇	5.00	α -己基肉桂醛	20.00
肉桂醛	0.50	α -突厥酮	0.04
愈創萜醇乙酸酯	1.00	β -突厥酮	0.02
愈創萜醇	0.50	β -突厥烯酮	0.01
乙酸雪松烯酯	5.00	δ -突厥酮	0.01
柏木基甲基酮	30.00	玫瑰原精	0.50
6,7-二氫-1,1,2,3,3-五甲 基-4(5H)-茚滿	2.00	玫瑰油	4.50
香根草乙酸酯	10.00	檀木油	2.00
3-甲基-5-(2,3,3-三甲基-3- 環戊烯-1-基)-戊烷-2-醇	2.00	岩玫瑰原精	0.05
2-乙基-4-(2,3,3-三甲基-3- 環戊烯-1-基)-2-丁烯-1-醇	0.80	岩薔薇原精	0.01
異萜基環己醇	35.00	香根草油	0.50
洋茉莉醛	10.00	愈創木油	0.10
香豆素	2.00	合計	1000.00

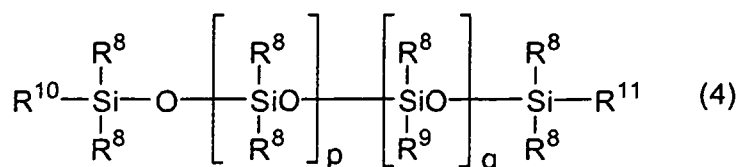
【圖式簡單說明】

圖 1 係顯示製造例 2 中獲得之烷基矽烷(辛基三乙氧基矽烷)表面處理薄片狀氧化鋅粉末之塗膜之掃描式電子顯微鏡像的圖。

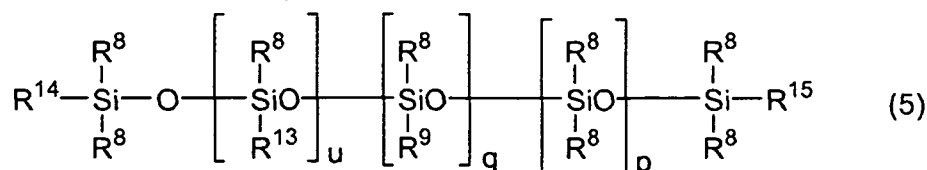
圖 2 係顯示製造例 3 中獲得之聚矽氧(甲基氫化聚矽氧烷)表面處理薄片狀氧化鋅粉末之塗膜之掃描式電子顯微鏡像的圖。

七、申請專利範圍：

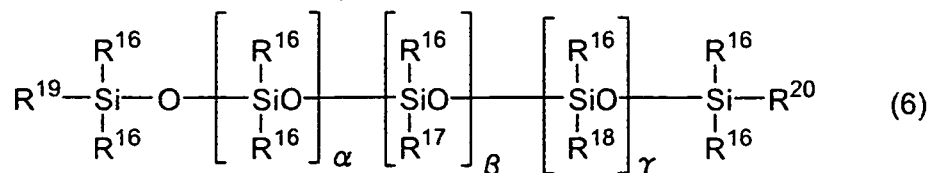
1. 一種乳化化粧料，其特徵在於含有：(A)藉由具有碳數6~10之烷基、且與無機氧化物具有反應性之矽烷化合物對平均粒徑為0.2~0.7 μm 、平均粒子厚度為0.01~0.05 μm 及平均板狀比為7~30之氧化鋅粉末加以表面處理而成之粉末；(B)平均板狀比未滿3之平均粒徑為0.01~1 μm 之氧化鋅粉末；以下通式(4)~(6)所示之(C)聚醚改質聚矽氧，



(式中， R^8 表示碳數1~5之烷基或苯基， R^9 表示式 $-(\text{CH}_2)_r-\text{O}-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_s-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_t-\text{R}^{12}$ (R^{12} 為氫原子或碳數1~5之烷基， r 為1~5之數， s 為1~50之數， t 為0~30之數)所表示之基， R^{10} 及 R^{11} 表示與 R^8 或 R^9 中之任一者相同之基， p 、 q 為整數且表示 $p=5\sim300$ 、 $q=1\sim50$ 。其中， R^8 全部為苯基之情況不存在)，



(式中， R^8 、 R^9 、 p 及 q 表示與上述相同之含意， R^{13} 表示碳數2~20之烷基， R^{14} 及 R^{15} 表示與 R^8 、 R^9 或 R^{13} 中任一者相同之基， u 為整數且表示 $u=1\sim30$ 。其中， R^8 全部為苯基之情況不存在)，



(式中， R^{16} 表示同種或不同種類之未經取代或經取代之碳數 1~20 之烷基或芳基， R^{17} 表示式 $-Q^1-O-(C_2H_4O)_x-(C_3H_6O)_yR^{21}$ (Q^1 為碳數 1~4 之烴基， R^{21} 為氫原子、碳數 1~4 之烷基或乙醯基， x 、 y 為整數且 $x=0\sim100$ 、 $y=0\sim100$ 、 $x+y\geq 1$) 所表示之基或碳數 1~10 之氟取代烷基， R^{18} 表示式 $-Q^2-O-R^{22}$ (Q^2 為碳數 1~4 之烴基， R^{22} 為碳數 8~30 之烴基) 所表示之基或式 $-Q^3-O-(C_2H_4O)_x-(C_3H_6O)_yR^{23}$ (Q^3 為碳數 2~6 之烴基， R^{23} 為氫原子、碳數 1~5 之烷基或乙醯基或磷酸基或硫酸基或其鹽， x 、 y 與上述相同)， R^{19} 及 R^{20} 表示與 R^{16} 、 R^{17} 或 R^{18} 中任一者相同之基， α 、 β 、 γ 為整數且表示 $\alpha=0\sim500$ 、 $\beta=1\sim500$ 、 $\gamma=1\sim500$)，

其中上述(A)與(B)之質量比(A/B)為7/13~9/1。

2. 如請求項1之乳化化粧料，其中上述矽烷化合物為選自己基三甲氧基矽烷、辛基三甲氧基矽烷、及辛基三乙氧基矽烷中之一種或兩種以上。
3. 如請求項1之乳化化粧料，其中上述矽烷化合物為選自辛基三乙氧基矽烷及辛基三甲氧基矽烷中之一種或兩種以上。
4. 如請求項1之乳化化粧料，其中上述(A)與(B)之質量比(A/B)為3/5~5/2。
5. 如請求項1之乳化化粧料，其中上述(C)為上述通式(4)~(5)所示之聚醚改質聚矽氧。
6. 如請求項5之乳化化粧料，其中上述(C)成分為通式(5)所

示之全氟烷基-聚氧伸烷基共改質有機聚矽氧。

7. 如請求項1之乳化化粧品，其中上述(A)成分之相對於乳化化粧品之總量之含有量為0.5~20質量%。
8. 如請求項5之乳化化粧品，其中上述(C)成分之相對於乳化化粧品之總量之含有量為0.1~5質量%。
9. 如請求項1之乳化化粧品，其進而含有(D)有機系紫外線吸收劑，該有機系紫外線吸收劑為選自由2-羥基-4-甲氧基二苯基酮、2-羥基-4-甲氧基二苯基酮-5-磺酸、2,2'-二羥基-4,4'-二甲氧基二苯基酮、2,2'-二羥基-4,4'-二甲氧基-5,5'-二磺基二苯基酮二鈉、2,4-二羥基二苯基酮、2,2',4,4'-四羥基二苯基酮、4-第三丁基-4'-甲氧基-二苯甲醯甲烷、2,4,6-三苯胺基-對-碳-2'-乙基己基-1'-氧基)-1,3,5-三吡啶、鄰胺基苯甲酸蓋酯、2-(2-羥基-5-甲基苯基)苯并噻唑及2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)-苯甲酸己酯所組成之群中之一種或兩種以上。
10. 如請求項9之乳化化粧品，其中上述(D)有機系紫外線吸收劑為2-(4-二乙基胺基-2-羥基苯甲醯基)-苯甲酸己酯。
11. 如請求項1之乳化化粧品，其進而含有(E)選自由玻尿酸、玻尿酸鹼金屬鹽及三仙膠中之一種或兩種以上之多糖類。

八、圖式：

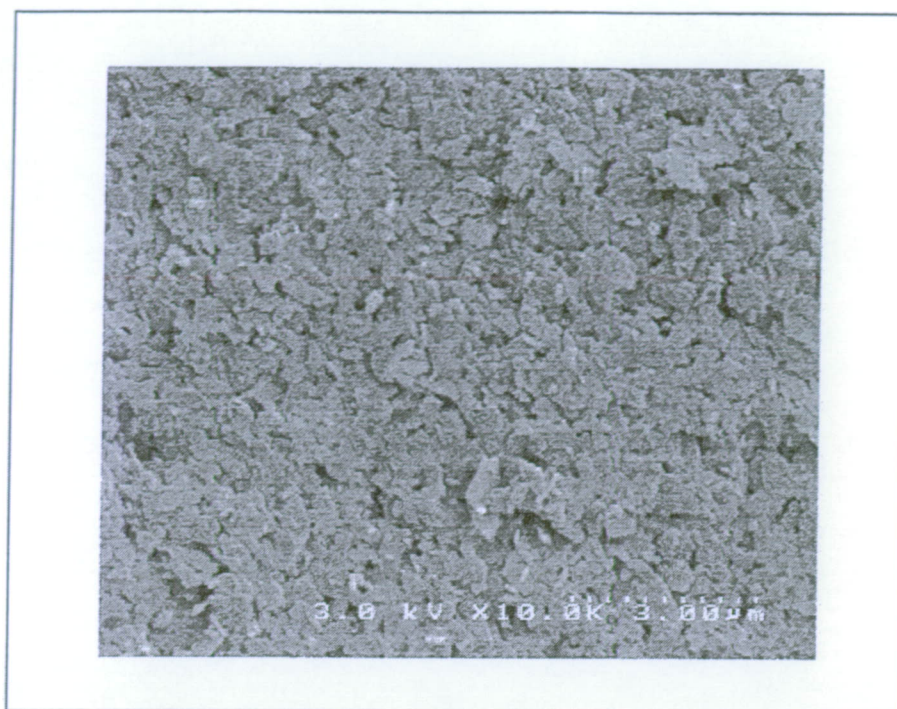


圖1

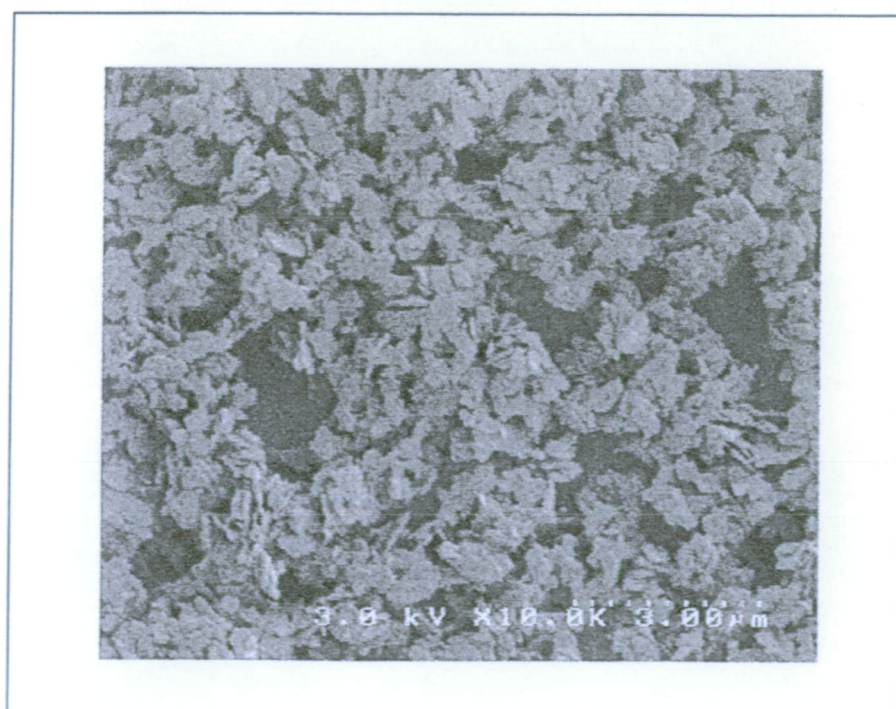


圖2