

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2020年2月20日(20.02.2020)



(10) 国際公開番号

WO 2020/036065 A1

(51) 国際特許分類:

A61K 8/891 (2006.01) *A61K 8/41* (2006.01)
A61K 8/29 (2006.01) *A61Q 1/02* (2006.01)
A61K 8/34 (2006.01) *A61Q 17/04* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2019/029958

(22) 国際出願日: 2019年7月31日(31.07.2019)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:

特願 2018-152803 2018年8月15日(15.08.2018) JP

(71) 出願人: ダウ・東レ株式会社 (**DOW TORAY CO., LTD.**) [JP/JP]; 〒1408617 東京都品川区東品川二丁目2番24号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 菊 永 さ ゆ り (**KIKUNAGA Sayuri**); 〒2990108 千葉県市原市千種海岸2番2 ダウ・東レ株式会社内 Chiba (JP). ファン ソン タイン (**PHAN SON THANH**); 〒2990108 千葉県市原市千種海岸2番2 ダウ・東レ株式会社内 Chiba

(JP). 神崎 康枝 (**KANZAKI Yasue**); 〒2990108 千葉県市原市千種海岸2番2 ダウ・東レ株式会社内 Chiba (JP). 宮野 淳 (**MIYANO Jun**); 〒1408617 東京都品川区東品川二丁目2番24号 ダウ・東レ株式会社内 Tokyo (JP). 堀 誠司 (**HORI Seiji**); 〒2990108 千葉県市原市千種海岸2番2 ダウ・東レ株式会社内 Chiba (JP).

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

(54) **Title:** AQUEOUS DISPERSION COMPOSITION AND USE OF SAME

(54) 発明の名称: 水性分散体組成物およびその使用

(57) **Abstract:** [Problem] To provide: an aqueous dispersion composition in which a hydrophobic powder is stably and uniformly dispersed in an aqueous phase, and which has excellent handling properties, while enabling the achievement of sufficient functions such as water repellency, water resistance and sebum resistance in cases where this aqueous dispersion composition is blended into a cosmetic composition and the like; a use of this aqueous dispersion composition (especially, a use as a starting material for a cosmetic composition); and a method for producing a cosmetic composition. [Solution] An aqueous dispersion composition which contains at least (A) a carboxylic acid-modified silicone that is in a liquid state at 50 °C, (B) a hydrophobic powder, (C) a basic substance and (D) water, while optionally containing (E) one or more alcohols that are selected from among polyhydric alcohols and ethyl alcohol, and which is configured such that: 80% by mass or more of the entire composition is composed of the components (A)-(E); the component (B) is contained in an amount of from 10% by mass to 70% by mass of the entire composition; and the component (A) is contained in an amount of from 5 parts by mass to 30 parts by mass relative to 100 parts by mass of the component (B). A cosmetic composition starting material and the like, each of which is composed of this aqueous dispersion composition.

(57) 要約: [課題]疎水性粉体が水相中に安定かつ均一に分散しており、取扱作業性に優れ、化粧料等に配合した場合に十分な撥水性、耐水性、耐皮脂性などの機能を発現可能な水性分散体組成物およびその用途(特に化粧料原料)および化粧料の製造方法を提供する。[解決手段](A) 50℃で液状のカルボン酸変性シリコン、(B)疎水性粉体、(C)塩基性物質、(D)水を少なくとも含み、任意でさらに、(E)多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類を含んでもよく、組成物全体の80質量%以上が上記の成分(A)~(E)からなり、上記の成分(B)を組成物全体の10~70質量%の範囲で含有し、かつ上記の成分(A)を成分(B)100質量部に対して5~30質量部の範囲で含有する、水性分散体組成物およびそれからなる化粧料原料等。

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称： 水性分散体組成物およびその使用

技術分野

[0001] 本発明は、特に化粧料原料として有用な疎水性粉体の水性分散体組成物およびその使用に関する。

背景技術

[0002] 無機粉体、例えば数10～100nmの粒子径を持つ微粒子酸化亜鉛や酸化チタンなどは、その特性から日焼け止め化粧料や屋外用インキ、食品包装材料などに添加剤等として多く使用されている。これらの粉体は未処理の状態であると、表面が親水性であるために汗や雨などで流れてしまうおそれがある。このため、特に化粧品などの用途ではシラン、シリコーン等の疎水性表面処理剤、金属石鹼などで粒子表面に疎水化処理を施して利用することが多い。

[0003] 一方、これらの疎水化処理粉体は一次粒子が凝集しやすいために化粧料や塗料に添加する場合に凝集粒子を形成し、その分散性が不十分となる場合がある。特に、微粒子酸化亜鉛や微粒子酸化チタン等の機能性を有する疎水性無機微粒子にあっては、発火性／可燃性の溶媒の使用を避けて、水系の化粧料や塗料に対して配合安定性および取扱作業性を改善することができ、可視光透明性や紫外線遮蔽性を十分に引き出す目的で、水性分散体を形成することが提案されている（特許文献1）。

[0004] しかしながら、これら公知の水系分散体は、特に、疎水性無機微粒子の均一分散性が十分ではなく、組成物全体が増粘して取扱作業性が低下したり、当該水系分散体を配合した化粧料等が十分な撥水性、耐水性、耐皮脂性などの機能を発揮できない場合があり、更なる改善が望まれている。なお、特許文献1には、カルボン酸変性シリコーンについて記載も示唆もされていない。

[0005] 一方、本件出願人らは、特許文献2において、疎水性粉体を水相中に良好に分散させて化粧料の安定化を図るためにアルカリ性条件下にてカルボン酸変

性シリコーンを使用することが提案している。しかしながら、当該文献に開示されているのは化粧料それ自体の製造方法であって、特に油剤を含まない水性組成物であって、疎水化微粒子酸化チタン、疎水化微粒子酸化亜鉛等を、カルボン酸変性シリコーンを分散剤として用いて水性分散体を形成することおよびその具体的な方法、組成およびその技術的效果についてはなんら記載も示唆もされていない。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2018-024881号公報

特許文献2：特開2015-203026号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 本発明は、上記課題を解決すべくなされたものであり、疎水性粉体が水相中に安定かつ均一に分散しており、取扱作業性に優れ、化粧料等に配合した場合に十分な撥水性、耐水性、耐皮脂性などの機能を発現可能な水性分散体組成物を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 上記課題を解決すべく、鋭意検討の結果、本発明者らは、(A) 50℃で液状のカルボン酸変性シリコーン、(B) 疎水性粉体、(C) 塩基性物質、(D) 水を少なくとも含み、任意でさらに、(E) 多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類を含んでもよく、組成物全体の80質量%以上が上記の成分(A)～(E)からなり、上記の成分(B)を組成物全体の10～70質量%の範囲で含有し、かつ、上記の成分(A)を成分(B)100質量部に対して5～30質量部の範囲で含有する、水性分散体組成物により上記課題を達成できることを見出し、本発明に到達した。特に、上記の成分(A)であるカルボン酸変性シリコーンが、後述する特定構造のカルボン酸変性シリコーンであり、室温(25℃)で液状で

ある場合、上記課題は、極めて好適に解決されうる。

[0009] すなわち、本発明の課題の解決は、

「[1] (A) 50℃で液状のカルボン酸変性シリコン、

(B) 疎水性粉体、

(C) 塩基性物質、

(D) 水

を少なくとも含み、任意でさらに、

(E) 多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類

を含んでもよく、

組成物全体の80質量%以上が上記の成分(A)～(E)からなり、

上記の成分(B)を組成物全体の10～70質量%の範囲で含有し、かつ

上記の成分(A)を成分(B)100質量部に対して5～30質量部の範囲で含有する、水性分散体組成物。

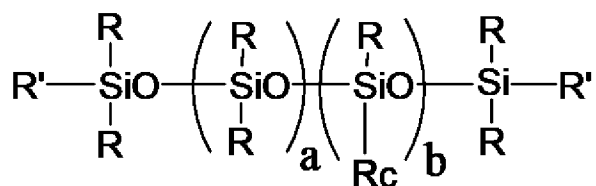
[2] 組成物全体の90質量%以上が上記の成分(A)～(E)からなることを特徴とする、[1]の水性分散体組成物。

[3] 前記成分(D)の含有量が組成物全体に対して10～80質量%の範囲であることを特徴とする、[1]または[2]に記載の水性分散体組成物。

[4] 油剤を実質的に含まないことを特徴とする、[1]～[3]のいずれか1項に記載の水性分散体組成物。

[5] 前記(A)カルボン酸変性シリコンが、下記構造式(1)：

[化1]



(1)

(式中、

R_c は、一般式： $-R^1-(OR^2)_p-(O)_w-R^3-COOH$ (R^1 は炭素数 2 ～ 22 の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を表し、 R^2 は炭素数 2 ～ 4 の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を表し、 R^3 は結合手 (—) 又は炭素数 1 ～ 22 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基を表し、 p は 0 ～ 200 の数を表し、 w は 0 又は 1 の数を表す) で示されるカルボキシル基含有有機基を表し、

R は、同一又は異なり、炭素数 1 ～ 22 のアルキル若しくはアルコキシ基又はフェニル基を表し、

R' は、 R_c 又は R であり、

a 、 b は各々 0 又は正の数であり、 $a + b$ は 0 ～ 30 の範囲の数であり、 b が 0 のとき、 R' の少なくとも一方は R_c である。) で表される、[1] ～ [4] のいずれか 1 項に記載の水性分散体組成物。

[6] 前記 (A) カルボン酸変性シリコーンが、上記構造式 (1) において、 $a + b$ は 2 ～ 20 の範囲の数であり、 a/b は 0.3 ～ 3.0 の範囲である、室温 (25℃) で液状のカルボン酸変性シリコーンであることを特徴とする、[5] に記載の水性分散体組成物。

[7] 組成物全体の pH が 6.5 ～ 14.0 の範囲にあることを特徴とする、[1] ～ [6] のいずれか 1 項に記載の水性分散体組成物。

[8] 化粧料原料である、[1] ～ [7] のいずれか 1 項に記載の水性分散体組成物。

[9] [1] ～ [7] のいずれか 1 項に記載の水性分散体組成物の使用を特徴とする、化粧料の製造方法。」

により達成される。

発明の効果

[0010] 本発明により、疎水性粉体が水相中に安定かつ均一に分散しており、取扱作業性に優れ、化粧料等に配合した場合に十分な撥水性、耐水性、耐皮脂性などの機能を発現可能な水性分散体組成物を提供することができる。さらに、当該水性分散体組成物からなる化粧料原料および当該水性分散体組成物の使用により特徴付けられる化粧料の製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]実施例1、実施例2および比較例1の水性分散体組成物の紫外線領域における光透過率を示す図である。

[図2]実施例1、実施例2および比較例1の水性分散体組成物の可視光領域における光透過率を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

[0012] 以下、本発明の水性分散体組成物について、詳細に説明する。本発明において、水性分散体組成物とは、水系媒体中に疎水性粉体が分散した組成物であり、一般に流動性を有するため、「水系スラリー」と呼ばれることもある。また、本発明における水系媒体は、水、水と均一に混和可能な多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類、塩基性物質等の塩類を含む水性の分散媒を指し、油剤等の水と混和せずに独立した油相を形成可能な油剤／油性化粧料原料を実質的に含まないことが特に好ましい。なお、実質的に含まないとは、当該成分を組成物中に意図的に添加しない程度の量であることが好ましく、組成物全体の5質量%未満、1質量%未満、乃至、0.1質量%以下から検出限界未満の範囲であることが特に好ましい。また、本発明における水性分散体組成物は、組成全体の80質量%以上、好適には90質量%以上が後述する成分(A)～(E)からなり、油相を形成可能な油剤を実質的に含まない組成であるので、化粧料原料として有用である一方、水中油型エマルジョン等を含む化粧料の組成とは、その組成面で区別可能である。

[0013] [水性分散体組成物]

本発明の水性分散体組成物は、(A) 50℃で液状のカルボン酸変性シリコーン、(B) 疎水性粉体、(C) 塩基性物質、(D) 水を少なくとも含み、任意でさらに、

(E) 多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類を含んでもよく、組成物全体の80質量%以上が上記の成分(A)～(E)からなり、上記の成分(B)を組成物全体の10～70質量%の範

囲で含有し、かつ、上記の成分（A）を成分（B）100質量部に対して5～30質量部の範囲で含有する、水性分散体組成物であり、好適には、組成物全体の90質量%以上が上記の成分（A）～（E）からなり、かつ、成分（D）である水の含有量が組成物全体に対して10～80質量%の範囲である。また、上記のとおり、本発明の水性分散体組成物は、水系媒体中に疎水性粉体が分散した組成物であり、油相を形成可能な油剤を実質的に含まないことが好ましい。以下、各成分およびその配合量について説明する。

[0014] [（A）カルボン酸変性シリコーン]

成分（A）は、少なくとも1種の、50℃で液状のカルボン酸変性シリコーンであり、50℃及び1気圧下で液状であればよく、例えば、室温（25℃）において固体であってもよい。

[0015] 本発明において、カルボン酸変性シリコーンは、（B）疎水性粉体の分散剤として機能する成分であり、疎水性粉体に対して一定の量的範囲で使用し、（C）塩基性物質と併用することで、水相中に疎水性粉体が均一かつ安定に分散した水性分散体組成物を形成可能である。

[0016] 本発明の化粧料に含まれるカルボン酸変性シリコーンは、50℃で液状である限り、少なくとも1つのカルボキシル基含有有機基が側鎖又は末端に導入されたオルガノシロキサンであれば特に限定されない。好ましくは、カルボキシル基含有有機基はオルガノシロキサンの側鎖に導入される。

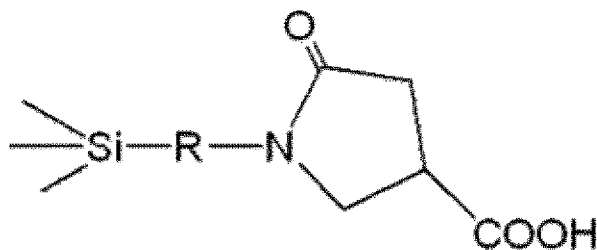
[0017] したがって、カルボン酸変性シリコーンとしては、シリコーン主鎖にカルボキシル基含有有機基がグラフトしたもの、シリコーン主鎖の片末端にカルボキシル基含有有機基が付加したもの、シリコーン主鎖の両末端にカルボキシル基含有有機基が付加したもの、シリコーン主鎖の両末端にカルボキシル基含有有機基が付加し、更にカルボキシル基含有有機基がグラフトしたもの、シリコーン主鎖にシリコーン鎖（シリアルキレン結合により結合したシロキサンマクロモノマーを含む）とカルボキシル基含有有機基がグラフトしたもの、シリコーン主鎖又は末端に、カルボシロキサンデンドリマー構造を有するシロキサン変性基とカルボキシル基含有有機基を有するもの、任意で更に

、炭素原子数6以上の長鎖のアルキル基を有するもの等が挙げられる。最も好適には、シリコン主鎖にカルボキシル基含有有機基がグラフトしたものが挙げられる。

[0018] カルボキシル基とケイ素原子の間には連結基が存在してもよく、当該連結基としては、ヘテロ原子を有してもよいアルキレン基、ポリオキシアルキレン基等の2価以上の有機基が挙げられるが、特に制限されるものではない。また、 n 価の連結基（ n は3以上の数）により、 $(n-1)$ 個のカルボキシル基がケイ素原子に結合したカルボン酸変性シリコンであってもよい。具体的には、以下の連結基を介してカルボキシル基をシリコンの主鎖又は側鎖に有するシリコンが、本発明のカルボン酸変性シリコンに包含される。

[0019] 特表平11-504665号公報に記載の、下記のケイ素結合カルボキシル基含有有機基を有するオルガノポリシロキサン：

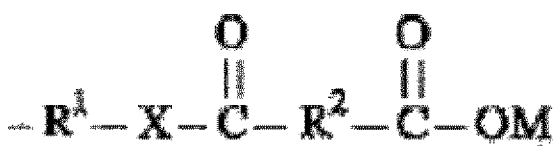
[化2]

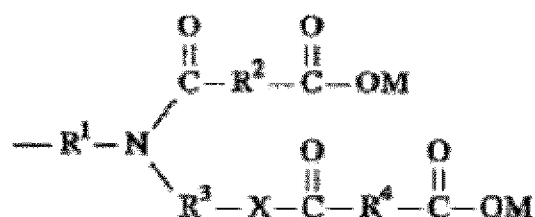


（式中、 R は C_1-C_{12} アルキレン基、 C_1-C_{12} アルキレンオキシ基、酸素原子、硫黄原子、 $-NH-$ 、 $-NR'-$ （ R' は C_1-C_6 アルキル基）又はこれらの組み合わせを含む二価基を示す）、

特開2002-114849号公報に記載の、以下のいずれかのカルボキシル基含有有機基を有するオルガノポリシロキサン：

[化3]

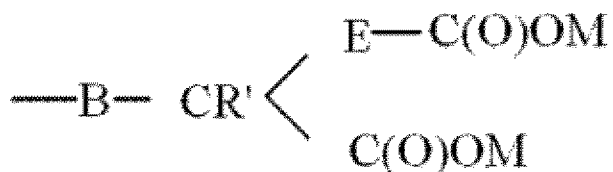




(式中、 $R^1 \sim R^{24}$ は、同一又は異なって、ヘテロ原子を含む置換基を有していてもよい、炭素数2～22の直鎖若しくは分岐鎖状のアルキレン基、アルケニレン基又はアリーレン基を示し、Xは $-O-$ 又は $-NH-$ を示し、Mは水素原子を示す)、

特表 2005-524747 号公報に記載の以下のカルボキシル基含有有機基を有するオルガノポリシロキサン：

[化4]



(式中、Bは、2～30個の炭素原子を有し、任意に、1～30個の炭素原子を有する1個以上のアルキル基によって置換されたアルキレン残基を表し、

R' は、水素原子、又は 1 ～ 30 個の炭素原子を有するアルキル基を表し、
E は、存在しないか、又は 1 ～ 5 個の炭素原子、好ましくは 1 ～ 3 個の炭素
原子を有し、任意に、1 ～ 30 個の炭素原子を有する 1 個以上のアルキル基
によって置換されたアルキレン残基であり；M は、水素原子である）、

特開 2009-263643 号公報に記載の、以下の平均組成式で表されるカルボキシル基含有有機基を有するオルガノポリシロキサン：

[化5]

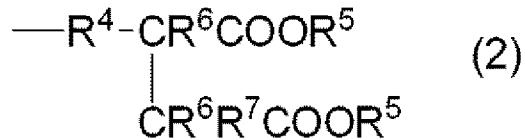


[式中、R¹は炭素原子数1～30のアルキル基、炭素原子数1～30のフロ
ロアルキル基、炭素原子数6～30のアリール基及び炭素原子数6～30の

アラルキル基から選択される基であり、

R²は下記式(2)で表される基であり、cが0の場合にはR²は該オルガノポリシロキサンの少なくとも一の末端に結合されており、

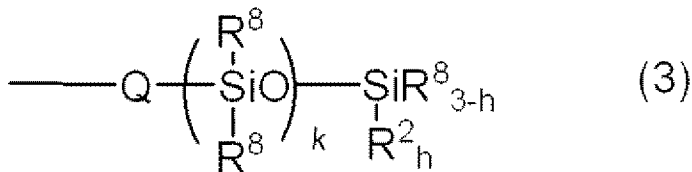
[化6]



(式中、R⁴は炭素原子数2～20の、酸素原子を有する若しくは有しない2価の炭化水素基であり、R⁵は水素原子であり、R⁶は、互いに独立に、水素原子又は炭素原子数1～6のアルキル基であり、R⁷は水素原子又は炭素原子数1～6のアルキル基である)

R³は下記式(3)で表される基であり、

[化7]



(式中、R²は上記のとおりであり、R⁸は、互いに独立に、炭素原子数1～30のアルキル基、炭素原子数1～30のフロロアルキル基、炭素原子数6～30のアリール基及び炭素原子数6～30のアラルキル基から選択される基であり、QはC_dH_{2d}(但し、dは1～5の整数、好ましくは2～4の整数)又は酸素原子であり、kは0～500、好ましくは1～100、より好ましくは5～60の整数であり、hは0～3の整数であり、好ましくは0である)。

[0020] 本発明において使用されるカルボン酸変性シリコーンとして、特に好適には、シリコーン主鎖の側鎖又は末端の少なくとも1つのケイ素原子が一般式： $\text{—R}^1\text{—(OR}^2\text{)}_p\text{—(O)}_w\text{—R}^3\text{—COOH}$ (式中、R¹は炭素数2～22の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を表し、R²は炭素数2～4の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を表し、R³は結合手(—)又は炭素数1～22の直鎖若しくは分岐鎖のアルキ

レン基を表し、 p は0～200の数を表し、 w は0又は1の数を表す)で表わされるカルボキシル基含有有機基に結合したものが挙げられる。

[0021] 前記カルボキシル基含有有機基を表す一般式において、 R^1 は炭素数2～22の直鎖又は分岐鎖の、好ましくは炭素数2～12、特に好ましくは炭素数2～10の直鎖のアルキレン基であり、例えばエチレン、プロピレン、トリメチレン、ブチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、ヘプタメチレン、オクタメチレン、ノナメチレン、デカメチレン、ウンデカメチレン、ドデカメチレン、トリデカメチレン、テトラデカメチレン、ペンタデカメチレン、ヘキサデカメチレン基等が挙げられる。

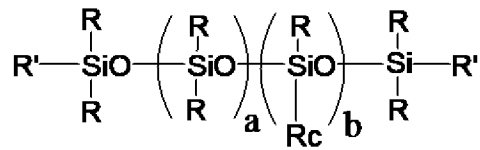
[0022] また、 R^2 の炭素数2～4の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基としては、例えばエチレン、プロピレン、トリメチレン、ブチレン基が挙げられ、特にエチレン基が好ましい。

[0023] R^3 の炭素数1～22の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基としては、例えばメチレン、エチレン、エチルエチレン、プロピレン、トリメチレン、テトラメチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、ヘプタメチレン、オクタメチレン、ノナメチレン、デカメチレン、ウンデカメチレン、ドデカメチレン、トリデカメチレン、テトラデカメチレン、ペンタデカメチレン、ヘキサデカメチレン等の基を挙げることができ、中でも炭素数1～12、特に R^1 と R^3 の炭素数の和が2～22となるものが好ましい。

[0024] p は0～200の数を示すが、0～20の数が好ましく、特に0～10の数が好ましい。また、 w は0又は1の数を示すが、好ましくは0である。なお、 p 、 w が共に0であるとき、当該カルボキシル基含有有機基は、構造式-(C_nH_{2n})-COOHで示され、1個のカルボキシル基が、炭素数3～44の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を介してケイ素原子に結合する構造を有することが好ましい。なお、式中、 n は3～44の数であり、3～20の数であることが好ましく、特に、3～16の数であることが好ましい。

[0025] 本発明において使用されるカルボン酸変性シリコーンとして、例えば、下記構造式(1)：

[化8]



(1)

(式中、 R_c は、前記一般式： $-R^1-(OR^2)_p-(O)_w-R^3-COOH$ で示されるカルボキシル基含有有機基を表し、 R は、同一又は異なり、炭素数1～22のアルキル若しくはアルコキシ基又はフェニル基を表し、 R' は、 R_c 又は R であり、 a 、 b は各々0以上の範囲の数であり、 $a+b$ は0～1000の範囲の数である。但し、 $b=0$ のとき、 R' の少なくとも一方は R_c である。)で表されるオルガノポリシロキサンが挙げられる。特に、特開平8-109263号公報に開示されたカルボン酸変性シリコーン、国際公開第2009/22621号等を開示されたカルボン酸変性シリコーンの一部（シロキサンデンドロン構造を有するもの以外）は、前記構造式(1)で表され、且つ、本発明において好適に使用されるカルボン酸変性シリコーンに含まれる。

[0026] 構造式(1)で表されるカルボン酸変性シリコーンであってより好適なものとしては、 $a+b$ が0～500の範囲の数であり、特に $b>0$ であって、シリコーン主鎖に前記一般式： $-R^1-(OR^2)_p-(O)_w-R^3-COOH$ で示されるカルボキシル基含有有機基がグラフトしたカルボン酸変性シリコーン又は $b=0$ であって、シリコーン主鎖の両末端の R' が、一般式： $-R^1-(OR^2)_p-(O)_w-R^3-COOH$ で示されるカルボキシル基含有有機基であるカルボン酸変性シリコーンが挙げられる。本発明において、特に好適なカルボン酸変性シリコーンは、側鎖部分に多数のカルボキシル基含有有機基を有するものであり、 $b>a$ であることが好ましく、より好適には、 $b>0$ かつ $a=0$ である。 $b>a$ とは、側鎖部分の半数より多くのシロキサン単位がカルボキシル基含有有機基を有するものであり、 $a+b$ が1～500の範囲の数であることが好ましい。また、 $a=0$ のとき、 $b>0$ であれば、側鎖部分のシロキサン単位は全てカルボキシル基含有有機基を有するものであり、 b が1～200の範囲の数又は1～50

の範囲の数であることが最も好ましい。

[0027] 構造式（１）において、Rは、メチル基、アルコキシ基又はフェニル基であることが好ましいが、炭化水素油等の有機系油剤あるいは有機系化粧料原料（特に、UV吸収剤）との配合安定性の観点から、一部に炭素原子数6～22の長鎖アルキル基を有するものであっても良い。カルボキシル基含有有機基による変性率は、特に制限されるものではないが、 $a + b$ が0～500の範囲の数であれば、シリコーン主鎖の両末端にカルボキシル基含有有機基が結合する場合を含め、分子中に平均して2～100の前記カルボキシル基含有有機基を有することが好ましい。

[0028] 本発明において、かかるカルボン酸変性シリコーンは、公知の方法、例えばSi-H基を有するジメチルポリシロキサンと不飽和カルボン酸エステル化合物を白金触媒下で付加反応し、更にケン化により、カルボン酸にする方法；Si-H基を有するジメチルポリシロキサンと不飽和カルボン酸シリルエステル又はアリルオキシカルボン酸シリルエステルを白金触媒下で付加反応し、反応後加水分解にて目的物を得る方法；並びにビス（ヒドロキシカルボニルエチル）テトラメチルジシロキサンと環状シロキサン及び酸性触媒を用いて平衡化反応し、両末端カルボン酸変性シリコーンを得る方法（シリコーンハンドブック、伊藤邦雄編、日刊工業新聞社、166～167頁）等により製造することができる。

[0029] また、本発明においては、構造式（１）で表されるカルボン酸変性シリコーンとして、カルボン酸変性シリコーンの市販品をそのまま、又は溶媒を除去して使用することもでき、その具体例としてはBY16-880、BY16-750、FZ-3516（ダウ・東レ株式会社製）、TSF 4770、TSF 4771（株式会社モメンティブパフォーマンスマテリアルズ製）、X-22-162A、X-22-162C、X-22-3701E、X-22-3710（信越化学工業（株）製）等が挙げられる。

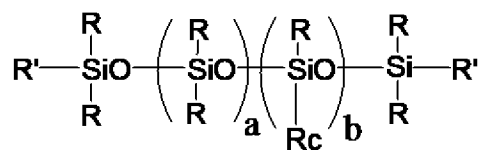
[0030] 本発明における技術的効果の見地から、前記（A）カルボン酸変性シリコーンは、室温（25℃）で液状であることが好ましい。なお、前記（A）カル

ボン酸変性シリコーンは室温（25℃）及び1気圧下で液状であればよい。室温（25℃）で液状のカルボン酸変性シリコーンは、（B）疎水性粉体に対する分散効果に優れ、かつ、水性分散体組成物を形成する際に加熱操作が不要である等の利点がある。

[0031] 前記（A）カルボン酸変性シリコーンは、上記構造式（1）において、 $a + b$ は2～20の範囲の数であり、 a/b は0.3～3.0の範囲である、室温（25℃）で液状のカルボン酸変性シリコーンであることが特に好ましい。かかる構造を有するカルボン酸変性シリコーンを用いることで、水相中への（B）疎水性粉体の均一分散性が更に向上し、これに伴って、当該カルボン酸変性シリコーンを配合した水性分散体組成物を化粧品原料として用いる場合、十分な撥水性、耐水性、耐皮脂性などの機能を効果的に実現できる利点がある。また、水相中への（B）疎水性粉体の均一な分散状態が、長期間にわたって維持されるという利点がある。

[0032] 最も好適には、前記（A）カルボン酸変性シリコーンは、
下記構造式（2）：

[化9]



（2）

（式中、

R_c は、一般式： $-\text{R}^1-(\text{OR}^2)_p-(\text{O})_w-\text{R}^3-\text{COOH}$ （ R^1 は炭素数2～22の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を表し、 R^2 は炭素数2～4の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を表し、 R^3 は結合手（-）又は炭素数1～22の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基を表し、 p は0～200の数を表し、 w は0又は1の数を表す）で示されるカルボキシル基含有有機基を表し、

R は、同一又は異なり、炭素数1～22のアルキル若しくはアルコキシ基又はフェニル基を表し、

R' は、 R^c 又は R であり、

a 、 b は各々正の数であり、 $a \geq 2$ が好ましく、また、 $b \geq 2$ が好ましく、 $a + b$ は 2 ～ 20 の範囲の数であり、2 ～ 15 が好ましく、2 ～ 10 がより好ましく、

a/b は 0.3 ～ 3.0 の範囲であり、0.3 ～ 2.5 が好ましく、0.3 ～ 2.0 がより好ましく、0.5 ～ 2.0 が更により好ましい。) で表されるものである。

[0033] 構造式 (2) 中の前記カルボキシル基含有有機基を表す一般式において、 R^1 は炭素数 2 ～ 22 の直鎖又は分岐鎖の、好ましくは炭素数 2 ～ 12、特に好ましくは炭素数 2 ～ 10 の直鎖のアルキレン基であり、例えばエチレン、プロピレン、トリメチレン、ブチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、ヘプタメチレン、オクタメチレン、ノナメチレン、デカメチレン、ウンデカメチレン、ドデカメチレン、トリデカメチレン、テトラデカメチレン、ペンタデカメチレン、ヘキサデカメチレン基等が挙げられる。

[0034] また、 R^2 の炭素数 2 ～ 4 の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基としては、例えばエチレン、プロピレン、トリメチレン、ブチレン基が挙げられ、特にエチレン基が好ましい。

[0035] R^3 の炭素数 1 ～ 22 の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基としては、例えばメチレン、エチレン、エチルエチレン、プロピレン、トリメチレン、テトラメチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、ヘプタメチレン、オクタメチレン、ノナメチレン、デカメチレン、ウンデカメチレン、ドデカメチレン、トリデカメチレン、テトラデカメチレン、ペンタデカメチレン、ヘキサデカメチレン等の基を挙げることができ、中でも炭素数 1 ～ 12、特に R^1 と R^3 の炭素数の和が 2 ～ 22 となるものが好ましい。

[0036] p は 0 ～ 200 の数を示すが、0 ～ 20 の数が好ましく、特に 0 ～ 10 の数が好ましい。また、 w は 0 又は 1 の数を示すが、好ましくは 0 である。なお、 p 、 w が共に 0 であるとき、当該カルボキシル基含有有機基は、構造式-(C_nH_{2n})-COOHで示され、1 個のカルボキシル基が、炭素数 3 ～ 44 の直鎖又は分

岐鎖のアルキレン基を介してケイ素原子に結合する構造を有することが好ましい。なお、式中、 n は3～44の数であり、3～20の数であることが好ましく、特に、3～16の数であることが好ましい。

[0037] 構造式(2)で表される前記(A)カルボン酸変性シリコーンは、少なくとも1つのカルボキシル基含有有機基が側鎖又は末端に導入されたオルガノシロキサンであれば特に限定されない。好ましくは、カルボキシル基含有有機基はオルガノシロキサンの側鎖に導入される。

[0038] したがって、構造式(2)で表される前記(A)カルボン酸変性シリコーンとしては、例えば、シリコーン主鎖に側鎖としてカルボキシル基含有有機基がグラフトしたもの、シリコーン主鎖の片末端にカルボキシル基含有有機基が付加したもの、シリコーン主鎖の両末端にカルボキシル基含有有機基が付加したもの、シリコーン主鎖の両末端にカルボキシル基含有有機基が付加し、更にカルボキシル基含有有機基が側鎖としてグラフトしたもの、任意で更に、炭素原子数6以上の長鎖のアルキル基を有するもの等が挙げられる。最も好適には、シリコーン主鎖に側鎖としてカルボキシル基含有有機基がグラフトしたものが挙げられる。

[0039] 構造式(2)で表される前記(A)カルボン酸変性シリコーンとしては、 R^1 がRであり、且つ、シリコーン側鎖に前記一般式： $-R^1-(OR^2)_p-(O)_w-R^3-COOH$ で示されるカルボキシル基含有有機基がグラフトしたカルボン酸変性シリコーンが好ましく； R^1 がRであり、且つ、シリコーン側鎖に複数の前記カルボキシル基含有有機基を有するものがより好ましく； R^1 がRであり、シリコーン側鎖に複数の前記カルボキシル基含有有機基を有し、且つ、 $a/b=1$ であるものが更に好ましい。

[0040] 構造式(2)において、Rは、メチル基、アルコキシ基又はフェニル基であることが好ましい。

[0041] 本発明において、かかるカルボン酸変性シリコーンは、公知の方法、例えばSi-H基を有するジメチルポリシロキサンと不飽和カルボン酸エステル化合物を白金触媒下で付加反応し、更にケン化により、カルボン酸にする方法

；Si-H基を有するジメチルポリシロキサンと不飽和カルボン酸シリルエステル又はアリルオキシカルボン酸シリルエステルを白金触媒下で付加反応し、反応後加水分解にて目的物を得る方法；並びにビス（ヒドロキシカルボニルエチル）テトラメチルジシロキサンと環状シロキサン及び酸性触媒を用いて平衡化反応し、両末端カルボン酸変性シリコーンを得る方法（シリコーンハンドブック、伊藤邦雄編、日刊工業新聞社、166～167頁）等により製造することができる。また、特に、本発明における好適なカルボン酸変性シリコーンとして、商品名 ES-5800 Formulation Aid （ダウ東レ株式会社製）等として上市されるものが挙げられる。

[0042] 本発明の水性分散体組成物において、前記（A）カルボン酸変性シリコーンは、成分（B）100質量部に対して5～30質量部の範囲で含有することが必要であり、10～25質量部の範囲がより好ましい。成分（A）の配合量が前記下限未満では疎水性粉体の水相に対する分散が不十分となる場合があり、成分（A）の配合量が前記上限を超えると、水性分散体組成物に成分（B）を十分な量で配合できなくなる場合がある。

[0043] [（B）疎水性粉体]

本発明の成分（B）は、疎水化处理された粉体である。かかる疎水性粉体は、その表面が疎水化されているので、水相中に分散しにくいものであるが、本発明の水性分散体組成物にあっては、組成物全体の10～70質量%の範囲、好適には、15～65質量%の範囲で、より好ましくは、15～60質量%の範囲で、水相中に大量の疎水性粉体を均一かつ安定した分散された組成物を実現可能である。

[0044] 粉体は無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料等が挙げられ、更に、これらを複合化したものも使用することができる。具体的には、無機粉体としては、特に限定されず、一般に使用される酸化亜鉛、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサ

イト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウムマグネシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化硼等；有機粉体としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、ポリテトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナイロン、シリコーンパウダー、ポリメチルシルセスキオキサン球状粉体、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、デンプン末、ラウロイルリジン等；界面活性剤金属塩粉体としては、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、パルミチン酸亜鉛、ラウリン酸亜鉛、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；有色顔料としては、ベンガラ、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、 γ -酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、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22

8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号等のタール系色素をレーキ化したもの、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等の天然色素をレーキ化したもの等；パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、雲母チタン、酸化鉄処理雲母チタン、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、金、銀、銅、白金、ステンレス等の金属粉末が挙げられる。

[0045] 疎水性粉体としてシリコーンエラストマー粉体を使用することもできる。シリコーンエラストマー粉体は、主としてジオルガノシロキシ単位（D単位）からなる直鎖状ジオルガノポリシロキサンの架橋物であり、側鎖若しくは末端に珪素結合水素原子を有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンと側鎖若しくは末端にアルケニル基等の不飽和炭化水素基を有するジオルガノポリシロキサンを、ヒドロシリル化反応触媒下で架橋反応させることによって好適に得ることができる。シリコーンエラストマー粉体は、T単位及びQ単位からなるシリコーン樹脂粉体に比して、柔らかく、弾力があり、また、吸油性に優れるため、肌上の油脂を吸収し、化粧崩れを防ぐことができる。

[0046] シリコーンエラストマー粉体は、球状、扁平状、不定形状等種々の形状を取りうる。シリコーンエラストマー粉体は油分散体の形態であってもよい。本発明の化粧料には、粒子形状を有するシリコーンエラストマー粉体であり、電子顕微鏡を用いた観察による一次粒子径及び／又はレーザー回析／散乱法で測定された平均一次粒子径が0.1～50 μm の範囲に入り、且つ、一次粒子の形状が球状のシリコーンエラストマー粉体を好適に配合することができる。シリコーンエラストマー粉体を構成するシリコーンエラストマーは、JIS K 6253「加硫ゴム及び熱可塑性ゴムの硬さ試験方法」のタイプ

Aデュロメータによる硬さが80以下のものが好ましく、65以下のものがより好ましい。また、これらのシリコンエラストマー粉体はシリコンレジン、シリカ等による表面処理が任意に施されていていてもよい。

[0047] 本発明において使用する粉体としては、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄、酸化セリウム及びこれらの複合体等の紫外線吸収・散乱能を有する無機粉体が特に好ましい。上記複合体は、表面処理粉体、無機粉体内部に他の無機粒子が分散した粉体などを指すものである。

[0048] 紫外線遮蔽効果を有する無機粉体は、化粧品用途において汎用されるものであることから、水系の化粧品への配合が容易になる点でも好ましい。更に、これらの無機粉体を使用することで、紫外線遮蔽効果を有する無機薄膜を容易に形成することができる点でも好ましい。なかでも、紫外線遮蔽粒子として、疎水化微粒子酸化チタン及び疎水化微粒子酸化亜鉛から選ばれる1種類または2種類以上の疎水性粉体が特に好ましい。ここで、疎水化微粒子酸化チタン又は疎水化微粒子酸化亜鉛の粒子径は1~200nmであることが紫外線防止効果及び分散性の点から好ましく、より好ましくは10~80nmである。

[0049] 本発明において使用する無機粉体はその表面をその他の無機材料で被覆した複合粉体であっても良い。その場合の表面処理材料は公知の無機表面処理材料で良いが、例えば酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム、酸化鉄、硫酸バリウム、含水ケイ酸、シリカ、水酸化アルミニウム、アルミナなどが上げられる。その被覆量は無機粉体全体に対して、1重量%から25重量%が好ましい。

[0050] 上記無機粉体が紫外線遮蔽粒子である場合は、平均粒子径が10~200nmのものであることが好ましい。このような粒子径を有する紫外線遮蔽性粒子は、可視光透明性が高く、かつ、紫外線遮蔽領域が好適なものである点で特に好ましい。また、粒子径が200nmを超えると、可視光透明性が悪くなるだけでなく紫外線遮蔽能も低下するおそれがある。更に、粒子径が10nm未満であると、紫外線遮蔽能が低下する恐れがあるという点で好ましく

ない。また、上記無機粉体が紫外線遮蔽粒子でない場合や紫外線遮蔽性を必要としない場合は、粒子径はその粒子を利用するに最適な大きさで有れば良い。

[0051] 上記無機粉体の形状は特に限定されず、球状、棒状、針状、紡錘状、板状等の任意の形状のものを使用することができる。なお、棒状、針状、紡錘状粒子の場合は上記平均粒子径は短軸側の長さを、板状の場合は面の対角線長さの平均で規定する。

[0052] 上記無機粉体の疎水化処理は、特に限定されるものではないが、前記粉体が各種の疎水化表面処理剤で処理されていることを意味する。疎水化処理は、例えばメチルヒドロジェンポリシロキサン（日本化粧品表示名称ではメチコン、）処理、（ジメチコン／メチコン）コポリマー（日本化粧品表示名称ではヒドロゲンジメチコン）処理、ジメチルポリシロキサン（日本化粧品表示名称ではジメチコン）処理、カルボン酸変性シリコーン処理、シリコーンレジン処理、シリコーンガム処理、アクリルシリコーン処理、フッ素化シリコーン処理等のオルガノシロキサン処理；ステアリン酸亜鉛処理等の金属石鹸処理；シランカップリング剤処理、アルキルシラン処理等のシラン処理；パーフルオロアルキルシラン、パーフルオロアルキルリン酸エステル塩、パーフルオロポリエーテル処理等のフッ素化合物処理；N-ラウロイル-L-リジン処理等のアミノ酸処理；スクワラン処理等の油剤処理；アクリル酸アルキル処理等のアクリル処理；アルキルチタネート等のチタネート系処理等が挙げられ、これらの2種以上を組み合わせることも可能である。

[0053] これらの処理の中でも、シラン処理、シリコーン化合物による処理またはチタネート系処理が、得られる水性分散体組成物の耐水性、とカルボン酸変性シリコーンによる分散のし易さの点から好ましく、中でも、メチルヒドロジェンポリシロキサン、（ジメチコン／メチコン）コポリマー、ジメチルポリシロキサン、アルキルシラン、アルキルチタネート、ピロリン酸型のチタネート、亜リン酸型のチタネート、アミノ酸型のチタネート等のチタンカップリング剤による処理がなされていることが特に好ましい。これらの反応性

の疎水化処理剤を用いた場合、得られる疎水性粉体の表面に疎水化処理剤が化学結合を形成するため、疎水化処理剤が遊離しにくく、結果的に無機粉体の凝集が効果的に抑制される。

[0054] 疎水化処理の程度は任意であるが、処理後の無機粉体の全量に対して、2～12質量%の割合、好適には3～10質量%の割合で上記の疎水化処理剤による処理が施されたものであることが好ましい。

[0055] [(C) 塩基性物質]

本発明の水性分散体組成物は少なくとも1種の(C)塩基性物質を含む。成分(C)は、前記の(A)カルボン酸変性シリコーンのカルボン酸変性部位をアニオン化することができ、該(A)カルボン酸変性シリコーンの界面活性剤／粉体分散剤としての機能を向上させる。特に、本発明の水性分散体組成物は、(B)疎水性粉体を含むものであるが、前記の成分(A)と成分(C)を併用することで、成分(A)単独に比べて、成分(B)を水相中に良好に分散することができ、水性分散体組成物体の均一分散性および安定性を改善するだけでなく、化粧料原料として当該水性分散体組成物を配合した化粧料等が十分な撥水性、耐水性、耐皮脂性を実現することに貢献する。

[0056] 本発明に用いられる塩基性物質は、水中に溶解した際に塩基性を示す化合物であれば特に限定されるものではなく、各種の無機化合物及び有機化合物を使用することができる。1種類又は2種類以上の塩基性物質を配合してもよい。

[0057] 有機化合物としては、モノエタノールアミン、トリエタノールアミン、2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール、アミノメチルプロパノール、アミノメチルプロパノール、2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール、アルギニン、グアニジン等が挙げられる。

[0058] 無機化合物としては、例えば、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸カリウム、水酸化カルシウム、炭酸カルシウム、アンモニア等が挙げられ、これらのうち、水酸化カリウムを特に好適に用いることができる。

[0059] 本発明の水性分散体組成物中の塩基性化合物の配合量は、特に限定されるものではないが、配合されるカルボン酸変性シリコーンに含まれるカルボン酸基 1 モルに対し 1 価の塩基の場合はカルボン酸基 / 1 価の塩基（モル比）が 1 / 0.5 ~ 1 / 1.5 が好ましい。

[0060] 本発明の水性分散体組成物の pH は、酸性でもアルカリ性でもよいが、上記の（A）カルボン酸変性シリコーンのカルボン酸変性部位をアニオン化し、成分（B）である疎水性粉体に対する分散性を改善する見地から、弱酸性 ~ アルカリ性であることが好ましく、具体的には、組成物全体の pH が 6.5 ~ 14.0 の範囲にあることが好ましく、pH 7.1 ~ 10.0 の範囲であってよく、7.2 ~ 9.5 の範囲がより好ましい。

[0061] [（D）水]

水は、本発明の水性分散体組成物の主たる分散媒であり、同じく水系の分散媒である（E）多価アルコールと混和して、水相を形成し、成分（A）および成分（C）の存在下において、成分（B）である疎水性粉体が水相中に安定して分散した構造を形成する。

[0062] 本発明の水性分散体組成物中の水の配合量は、特に限定されるものではないが、組成物の全質量を基準として、10 ~ 80 質量%の範囲であることが好ましく、15 ~ 70 質量%がより好ましく、20 ~ 65 質量%が特に好ましい。特に水の含有量が前記下限未満では、組成物全体が増粘しやすくなるほか、特に、（E）多価アルコールの配合量が多い場合に、組成物が可燃性を帯びて、化粧料原料としての取り扱い作業性が低下する場合がある。一方、水の配合量が前記上限を超えると、成分（B）である疎水性粉体を、組成物中に十分な量配合できなくなる場合がある。

[0063] [（E）多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類]

（E）多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類は、本発明にかかる水性分散体組成物における任意の構成であり、成分（E）を欠いていても、本発明の水性分散体組成物を形成可能であるが

、分散安定性の見地から、少なくとも（E）多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類を含むことができ、かつ好ましい。多価アルコールおよび／またはエチルアルコールは、前記の水と混和して、水相を形成し、成分（A）および成分（C）の存在下において、成分（B）である疎水性粉体が水相中に安定して分散した構造を形成する。

[0064] 特に、多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類を含むことにより、本発明の水性分散体組成物を化粧料原料として用いる場合、保湿感、使用感を調整することができ、また本発明の水性分散体組成物を調製するにあたり、成分（A）と疎水性粉体を多価アルコールおよび／またはエチルアルコールとともに事前に混合した上で、他の成分と混合して当該水性分散体組成物を調製することで、疎水性粉体を水相に良好に分散させることができる利点がある。

[0065] 多価アルコールとしては、例えば、ソルビトール、キシリトール、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、グリセリン、ジグリセリン、ポリエチレングリコール等を挙げることができ、これらの多価アルコールは単独で、又は、2種以上を組み合わせで使用できる。成分（A）と疎水性粉体とを多価アルコールとともに事前に混合する場合は、液状の多価アルコールが水相により均一に分散できる点で好ましく、中でも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、グリセリン、ジグリセリン及びこれらの組み合わせが好ましい。一方、エチルアルコールはエタノールと呼ばれることもあり、水相に均一に分散可能な性質を有し、単独または前記の多価アルコールと組み合わせで使用することができる。具体的には、エチルアルコールと前記の多価アルコールは、100：0～0：100の任意の質量比で混合または単独で本発明に使用することができる。

[0066] 多価アルコールおよび／またはエチルアルコールは、本発明にかかる水性分散体組成物における任意の構成であるので、その配合量は、0質量%であってもよい。一方、本発明の水性分散体組成物中に多価アルコールおよび／ま

たはエチルアルコールを配合量する場合、その配合量は特に限定されるものではないが、水性分散体組成物の全質量を基準として、0.1～50質量%が好ましく、0.5～45質量%がより好ましく、1～40質量%が更に好ましく、2～35質量%が特に好ましい。

[0067] [成分(A)～(E)の占有量]

本発明の水性分散体組成物は、上述した成分(A)～(E)が組成物全量に対して80質量%以上であり、かつ、成分(B)を組成物全体の10～60質量%の範囲で含有する。また、上述した成分(A)～(E)は、組成物の全量中の、90質量%以上であることがより好ましい。なお、成分(E)の配合量は0質量%であってもよい。

[0068] 本発明の水性分散体組成物は、疎水性粉体を化粧料・塗料・インキ等の組成物において使用する原料として使用することができるものである。よって、その他の成分を配合すると本発明の分散体を原材料として使用する際に余分な化合物が存在することになり、例えば化粧料に配合する際に入れたくないものが入っている場合に使用できなかつたりする可能性があり、応用性に欠けるという点で好ましくないものである。

更に、処方において併用する他の成分との間で好ましくない性能が生じてしまうおそれがある点でも好ましくないものである。

[0069] 本発明の水性分散体組成物は、上述した成分以外の成分を20重量%を超える割合で含まないものであるが、分散体の性能を損なわない範囲で、20重量%以下の割合でその他の成分を含有するものであってもよく、より好ましくは10重量%以下であったほうがよい。但し、分散体の安定性を損なうおそれがある化合物等は添加しないことが好ましい。特に、油剤の添加は好ましくない。

[0070] このような添加してもよい成分としては、特に限定されないが、防腐剤を挙げることができる。すなわち、上記成分からなる水性分散体組成物は、保管条件や保管期間によっては腐敗を生じることがある。このような腐敗を防止するため、防腐剤を添加してもよい。このような防腐剤としては特に限定さ

れず、例えば、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ジプロピレングリコール、ペンチレングリコール、ヘキシレングリコール等のグリコール系防腐剤、パラオキシ安息香酸メチル等のパラ安息香酸エステル、ピロクトンオラミン、フェノキシエタノール、カプリルサンポリグリセリル-3等を挙げることができる。これらは成分ごとに、防腐性能を発揮し、なおかつ、分散剤の性能に悪影響を与えない範囲内で添加することができる。

[0071] 上述した防腐剤は、具体的な添加量としては、例えば20重量%以下とすることができ、より好ましくは10重量%以下とすることができ、上記防腐剤のなかでも、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ジプロピレングリコール、ペンチレングリコール、ヘキシレングリコール等の多価アルコールを使用することが特に好ましい。これらの群のなかから2種以上の化合物を併用して使用してもよい。なかでも、ペンチレングリコール、1,3-ブチレングリコールを使用することが特に好ましい。上述した応用性の観点から、粉体、水、分散剤、防腐剤以外の成分は1%以下にすることが好ましい。上記のグリコール類は保湿剤として化粧品に使用されることが多いが、抗菌性を持つことから防腐剤としての効果も持つ。さらに、これらの成分は、上記の成分(E)の一部と重複する成分であるので、成分(E)として多価アルコールを使用することにより、別途防腐剤、保湿剤等を添加しなくても、本発明の水性分散体組成物の保存安定性および保湿機能等を改善することができる場合がある。

[0072] 本発明の水性分散体組成物は、上記の各成分及び防腐剤以外の成分を含有しないものであることが好ましい。その他の成分を配合することによって、かえって安定性に悪影響を与えるおそれが生じるためである。また、化粧品に配合する場合に配合したくない成分が含まれるおそれがあることも好ましくないものである。

[0073] 本発明の分散体を得るための分散方法については、機械力を用いて各成分を均一に分散させることができる公知の方法であれば何でも良い。ビーズミルを用いる方法や高圧ホモジナイザーを用いる方法、三本ロールを用いる方法

などが好適である。

[0074] 本発明で得られた水性分散体組成物は塗布することにより薄膜を作製することもできる。例えば、シリコンで処理された酸化亜鉛分散体を塗布し、高熱やプラズマなどで熱処理することにより、シリカで固着された酸化亜鉛被膜を作製できる。また、同様の酸化亜鉛分散体の分散剤においてポリエーテルやポリエーテルアルキルエーテルなどの分散剤を使用した場合、酸化亜鉛を被覆したシリコンの分解温度よりも低い温度で加熱することにより、簡便にシリコン被覆酸化亜鉛塗膜を作製することもできる。

[0075] [水性分散体組成物の使用：化粧品原料等]

また、本発明の水性分散体組成物はそのまま化粧品、塗料、インキに配合することもできる。その場合、分散体と、化粧品、塗料、インキ等において使用される各種成分を混合することによって化粧品組成物、水性塗料、インキ組成物を得ることができる。特に、本発明の水性分散体組成物は、化粧品に直接配合する、化粧品原料として好適である。

[0076] このようにして得られた化粧品は、水系組成物または乳化物の水相において好適に疎水性粉体を分散させることができる。これによって、当該水系分散体を配合した化粧品等が十分な撥水性、耐水性、耐皮脂性などの機能を得ることができる。

[0077] 上記化粧品としては特に限定されず、本発明の水性分散体組成物に、必要に応じて化粧品原料を混合することによって、サンスクリーン剤等の紫外線防御用化粧品；ファンデーション等のベースメイク化粧品；口紅等のポイントメイク化粧品等を得ることができる。すなわち、本発明の水性分散体組成物は、化粧品の製造に直接使用することができる。

[0078] 上記化粧品は、油性化粧品、水性化粧品、O/W型化粧品、W/O型化粧品の任意の形態とすることができる。なかでも、サンスクリーン剤において特に好適に使用することができる。

[0079] 上記化粧品は、化粧品分野において使用することができる任意の水性成分、油性成分を併用するものであってもよい。上記水性成分及び油性成分として

は特に限定されず、例えば、油剤、界面活性剤、保湿剤、高級アルコール、金属イオン封鎖剤、天然及び合成高分子、水溶性及び油溶性高分子、紫外線遮蔽剤、各種抽出液、有機染料等の色剤、防腐剤、酸化防止剤、色素、増粘剤、pH調整剤、香料、冷感剤、制汗剤、殺菌剤、皮膚賦活剤、各種粉体等の成分を含有するものであってもよい。

[0080] これらの成分は、たとえば、前記の特許文献1および特許文献2に具体的に開示されているものを制限なく利用可能である。

[0081] 本発明の水性分散体組成物を塗料に配合する場合、塗料中の樹脂は硬化性を有するものであっても、硬化性を有さないものであっても良い。塗料は、有機溶媒を含有する溶剤系のものであっても、水中に樹脂が溶解又は分散した水系のものであっても良い。

[0082] 本発明の水性分散体組成物を塗料組成物への添加成分として使用する場合は、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂等の塗膜形成樹脂；着色顔料、体質顔料、光輝性顔料等の各種顔料；硬化触媒、表面調整剤、消泡剤、顔料分散剤、可塑剤、造膜助剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤等と併用して使用することができる。

[0083] また、このようにして得られた水性塗料及び水性インキ組成物は、疎水性粉体が安定に水性媒体中に分散したものである点で好ましい。

実施例 1

[0084] 以下、本発明を実施例に基づいて更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によってなんら限定されるものではない。各成分の配合量は、特記しない限り「質量%」（「重量%」）を表す。また、以下、実施例等にかかる水性分散体組成物を、単に、「水性分散体」と表記する。

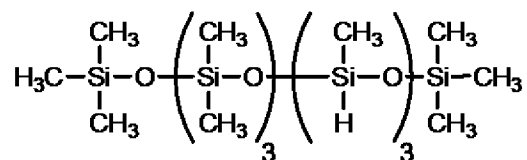
[0085] 本発明の成分（A）であるカルボン酸変性シリコーン（化合物1および化合物2）は以下の方法で合成した。

[0086] [合成例1]

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコにウンデシレン酸トリメチルシリル230.67g，白金－1，3－ジビニル－

1, 1, 3, 3-テトラメチルジシロキサン錯体の0.042 gを加え、70-80℃の範囲を保つように、下記構造式で表されるSi-Hシロキサン129.33 gを滴下した。

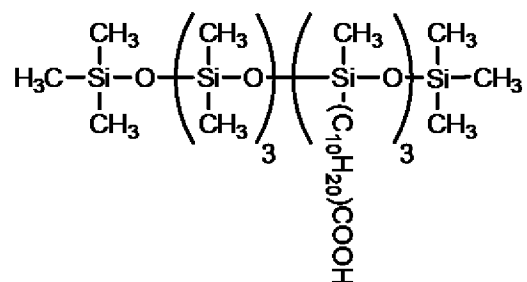
[化10]



滴下終了後、2時間、110℃で熟成した後、水素発生法によりSi-H結合の消失を確認した。低沸点分を減圧下、留去した。その後、脱イオン水90 gを加え、還流下4時間熟成し、脱保護を行った。その後再び低沸点分を減圧下除去し、化合物1を得た。分析の結果、下記化学構造式で示される化合物1であることが確認された。

[0087] 化合物1：

[化11]



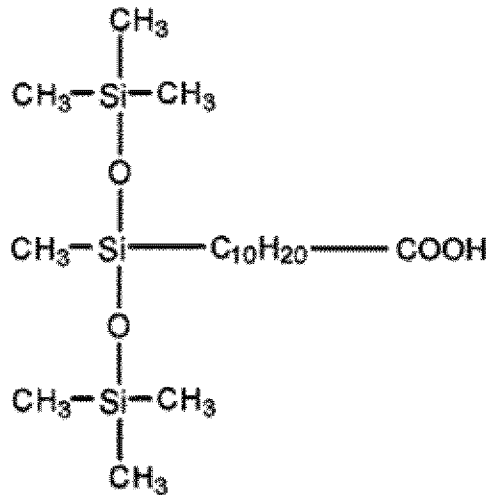
[0088] (合成例2)

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコに1, 1, 1, 3, 5, 5, 5-ヘプタメチルトリシロキサン100 g、白金-1, 3-ジビニル-1, 1, 3, 3-テトラメチルジシロキサン錯体のトルエン溶液0.02 gを加え、70-100℃の範囲を保つように、ウンデシレン酸トリメチルシリル105 gを滴下した。滴下終了後、2時間、110℃で熟成した後、水素発生法によりSi-H結合の消失を確認した。低沸点分を減圧下、留去した。その後、水を加え、還流下4時間熟成し、脱保護を行った。その後再び低沸点分を減圧下除去し、化合物2を得た。分析の結果、化合

物 2 の化学構造は下記化学式で示されることが確認された。

化合物 2 :

[化12]



[0089] [水性分散体の調製：実施例 1 ～ 2、比較例 1 ～ 2]

マヨネーズ瓶に下記表 1 に示す各成分を入れ、さらにジルコニアビーズ（YTZ ボール、φ 0. 8 mm）1 6 0 g を投入した。ペイントシェーカーで分散し、ビーズを分離したのち、実施例 1 ～ 2、比較例 1 ～ 2 の水性分散体を得た。各水性分散体は以下の方法で評価を行い、結果を表 1 に示した。なお、各水性分散体の pH は室温において皮膚用 pH 計スキンチェッカー MJ-120（佐藤商事社製）を用いて測定した。

[0090] [水性分散体の外観評価]

調製直後に水性分散体の外観を観察した。

○：分散状態が良好であり、低粘度の分散体を得られた

×：分散状態が悪く、クリーム状になった

[0091] [撥水性試験]

スライドガラスに表 1 の各水性分散体を塗布して薄く伸ばし、4 0℃で 1 時間乾燥させた。乾燥後の塗膜表面にスポイトで水滴を静かに滴下し、表面に形成された水滴の様子を観察した。

○：水滴が半球体の形状を維持した

×：水滴が広がった

[0092] [耐水性試験]

スライドガラスに表 1 の水性分散体を塗布して薄く伸ばし、70℃で1時間乾燥させた。

乾燥後の塗膜表面にスポイトで水滴を静かに一滴落とした。ニトリルグローブを装着した指でその水滴を押さえながら10回転し、塗膜の強度を確認した。

○：塗膜に変化なし

×：塗膜が崩れた

[0093] [耐皮脂性試験]

スライドガラスに表 1 の水性分散体を塗布して薄く伸ばし、70℃で1時間乾燥させた。乾燥後の塗膜表面にスポイトで人工皮脂（トリオレイン：オレイン酸：スクアラン＝3：1：1の重量比）を静かに一滴落とした。ニトリルグローブを装着した指でその液滴を押さえながら10回転し、塗膜の強度を確認した。

○：塗膜に変化なし

×：塗膜が溶解して崩れた

[0094]

[表1]

	成分	実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2
(1)	カルボン酸変性シリコーン (化合物1)	2		—	—
(2)	カルボン酸変性シリコーン (化合物2)	—	2	—	—
(3)	ポリエーテル変性シリコーン (注1)	—	—	2	—
(4)	イソステアリン酸 (注2)	—	—	—	2
(5)	疎水性酸化チタン (注3)	12	12	12	12
(6)	アミノメチルプロパノール	0.57	0.48	—	0.69
(7)	イオン交換水	16	16	16	16
(8)	1, 3-ブタンジオール	10	10	10	10
評価結果					
pH		8.9	9.0	6.0	9.0
水性分散体の外観		○	○	×	○
撥水性試験		○	○	—	×
耐水性試験		○	×	—	×
耐皮脂性試験		○	×	—	×

(注1) PEG-12ジメチコン

(注2) 商品名：イソステアリン酸EX（高級アルコール工業社製）

(注3) 商品名：MTY-02（ティカ株式会社製）

[0095] 実施例1及び2、並びに比較例3及び4の評価結果から、カルボン酸変性シリコーンを含む実施例1および2は疎水性粉体の分散に優れており、かつ撥水性にも優れていた。ポリエーテル変性シリコーンを含む比較例1では疎水性粉体の分散性が悪く、低粘度の水性分散体を得ることができなかった。イソステアリン酸を含む比較例2は撥水性や耐水性・耐皮脂性試験において塗膜の強度が劣るものであった。実施例1及び2を比較すると、カルボン酸変性シリコーン（化合物1）を含む実施例1の方が耐水性および耐皮脂性において優れたものであり、かつ、当該水性分散体は2ヶ月以上経過しても、粘度変化が無く、良好な外観および分散安定性を保っていた。

[0096] [透過率]

実施例1, 2と比較例2で得られた水性分散体50 μ Lを量りとり、イオン交換水5mLを加えてA液とした。さらにA液100 μ Lにイオン交換水1

0 mLを加えてB液とし、B液の紫外線および可視光透過率を測定した。結果を図1と図2に示す。

[0097] 図1と図2より、本発明の分散体は均一に分散しているため、紫外線の遮蔽性が高く、可視光領域では透過率が高いことがわかる。

[0098] [実施例3：水性分散体の調製例]

マヨネーズ瓶にカルボン酸変性シリコーン（化合物1）3.2 g、疎水性酸化チタン（上記注3と同じ）20 g、アミノメチルプロパノール0.91 g、イオン交換水11.2 g、1,3-ブタンジオール5.6 gを入れ、さらにジルコニアビーズ（YTZボール、 ϕ 0.8 mm）160 gを投入した。ペイントシェーカーで分散したところ、均一な水性分散体を得ることができた。実施例3の水性分散体は、実施例1に比べて疎水性酸化チタンの含有量が高い（中和剤を除いた全量を100質量%とした時の50質量%）ものであるが、良好な流動性を有し、かつ、当該水性分散体は2ヶ月以上経過しても、粘度変化が無く、良好な外観および分散安定性を保っていた。

[0099] [実施例3-2：水性分散体の調製例]

マヨネーズ瓶にカルボン酸変性シリコーン（化合物1）2.0 g、疎水性酸化チタン（商品名 STR-100A-LP 堺化学工業株式会社製）12 g、アミノメチルプロパノール0.57 g、イオン交換水16 g、エチルアルコール（＝エタノール）10 gを入れ、さらにジルコニアビーズ（YTZボール、 ϕ 0.8 mm）160 gを投入した。ペイントシェーカーで分散したところ、均一で室温で流動性を有する安定な水分散体を得ることができた。

[0100] [実施例4：水性分散体の調製例]

マヨネーズ瓶にカルボン酸変性シリコーン（化合物1）2 g、疎水性酸化チタン（上記注3と同じ）12 g、アミノメチルプロパノール0.57 g、イオン交換水26 gを入れ、さらにジルコニアビーズ（YTZボール、 ϕ 0.8 mm）160 gを投入した。ペイントシェーカーで分散したところ、均一な水性分散体を得ることができた。すなわち、本発明において成分（E）に該当する多価アルコールを欠いていても、水性分散体を得ることができる。

[0101] [実施例 5 : 水性分散体の調製例]

マヨネーズ瓶にカルボン酸変性シリコーン（化合物 1）2 g、疎水性酸化亜鉛（注 4）12 g、アミノメチルプロパノール 0.57 g、イオン交換水 16 g、1,3-ブタンジオール 10 g を入れ、さらにジルコニアビーズ（YTZ ボール、 ϕ 0.8 mm）160 g を投入した。ペイントシェーカーで分散したところ、均一な水性分散体を得ることができた。かつ、当該水性分散体は 2 ヶ月以上経過しても、粘度変化が無く、良好な外観および分散安定性を保っていた。

（注 4）商品名：FINEX-30S-LPT（堺化学工業株式会社製）

[0102] [実施例 5 - 2 : 水性分散体の調製例]

マヨネーズ瓶にカルボン酸変性シリコーン（化合物 1）2 g、疎水性酸化亜鉛（注 5）12 g、アミノメチルプロパノール 0.57 g、イオン交換水 16 g、1,3-ブタンジオール 10 g を入れ、さらにジルコニアビーズ（YTZ ボール、 ϕ 0.8 mm）160 g を投入した。ペイントシェーカーで分散したところ、均一な水性分散体を得ることができた。かつ、当該水性分散体は 2 ヶ月以上経過しても、粘度変化が無く、良好な外観および分散安定性を保っていた。

（注 5）商品名：FINEX-30-OTS（堺化学工業株式会社製）

[0103] [実施例 6 : 水性分散体の調製例]

マヨネーズ瓶にカルボン酸変性シリコーン（化合物 1）3.6 g、疎水性酸化チタン（上記注 3 と同じ）22 g、アミノメチルプロパノール 1.03 g、イオン交換水 8.8 g、1,3-ブタンジオール 5.6 g を入れ、さらにジルコニアビーズ（YTZ ボール、 ϕ 0.8 mm）160 g を投入した。ペイントシェーカーで分散したところ、均一な水性分散体を得ることができた。実施例 6 の水性分散体は、実施例 1 に比べて疎水性酸化チタンの含有量が高い（中和剤を除いた全量を 100 質量%とした時の 55 質量%）ものであり、室温で流動性を有する。

[0104] [実施例 7 : 水性分散体の調製例]

マヨネーズ瓶にカルボン酸変性シリコーン（化合物１）４．０ｇ、疎水性酸化亜鉛（上記注４と同じ）２４ｇ、アミノメチルプロパノール１．１４ｇ、イオン交換水７．４ｇ、１，３－ブタンジオール４．６ｇを入れ、さらにジルコニアビーズ（YTZボール、φ０．８mm）１６０ｇを投入した。ペイントシェーカーで分散したところ、均一な水性分散体を得ることができた。実施例７の水分散体は、実施例１に比べて疎水性酸化粉体の含有量が高い（中和剤を除いた全量を１００質量%とした時の６０質量%）ものであり、室温で流動性を有する。

[0105] [実施例８：水性分散体の調製例]

１００ccビーカーにカルボン酸変性シリコーン（化合物１）５ｇ、１，３－ブタンジオール２５ｇ、アミノメチルプロパノール０．６７ｇ、疎水性酸化亜鉛（上記注４と同じ）３０ｇを入れて軽くガラス棒で攪拌した。この混合物を３本ロールにかけた後、水４０ｇを加えて攪拌したところ、室温で流動性を有する均一な水性分散体を得ることができた。

[0106] [比較例４：水性分散体の調製例]

１００ccビーカーにカルボン酸変性シリコーン（化合物１）５ｇ、１，３－ブタンジオール２５ｇ、疎水性酸化亜鉛（上記注４と同じ）３０ｇを入れて軽く攪拌した。この混合物を３本ロールにかけた後、水４０ｇを加えて攪拌し、均一な水性分散体を得たものの、実施例８と比較すると粘性が高かった。

[0107] [実施例９：水性分散体の調製例]

１００ccビーカーにカルボン酸変性シリコーン（化合物１）２．５ｇ、１，３－ブタンジオール２５ｇ、アミノメチルプロパノール０．４ｇ、疎水性顔料ミックス（注５）３０ｇを入れて軽く攪拌した。この混合物を３本ロールにかけた後、水４０ｇを加えて攪拌したところ、室温で流動性を有する均一な水性分散体を得ることができた。

（注５）疎水性顔料ミックスの組成

三好化成製ＳＩチタンＣＲ－５０ ８７．２重量部

三好化成製 S A イエロー L L X L O 10.2 重量部

三好化成製 S A ベンガラ七宝 2.1 重量部

三好化成製 S A ブラック B L - 100 0.5 重量部

[0108] [比較例 5 : 水性分散体の調製例]

100cc ビーカーに P E G - 12 ジメチコン 2.5g、1,3-ブタンジオール 25g、疎水性顔料ミックス（注5）30g を入れて軽く攪拌した。この混合物を 3 本ロールにかけた後、水 40g を加えて攪拌し、均一な水性分散体を得たものの、実施例 9 と比較すると粘性が高かった。

[0109] 以下、処方例 1 ～ 5 により、本発明の水性分散体を用いる化粧料の製造について明示する。なお、本発明の水性分散体に使用するカルボン酸変性シリコーンとして上記化合物 1 の使用が好適であるほか、商品名 ES-5800 Formula tion Aid （ダウ・東レ株式会社製）として上市されるものが好適に使用可能である。

[0110] [処方例 1 : 水中油型サンスクリーン剤]

[表2]

成分	配合量
A	シリコーン乳化剤プレミックス(注6)
	トリラウレス-4リン酸
	フェニルトリメチコン
	カプリリルメチコン
	メキシケイヒ酸エチルヘキシル
	ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシル
B	カーボマー
	精製水
	水酸化Na
	ブチレングリコール
	グリセリン
	防腐剤
C	水性分散体(実施例1)

(注6) DOWS I LTM F B - 2540 E M U L S I F I E R B L E N D （ダウ・東レ株式会社製）

[0111] (製造方法)

- (1) A相の成分を混合する。
- (2) B相の成分を混合する。
- (3) 常温にて、B相の成分の混合物にA相の成分の混合物を少量ずつ添加し

、エマルションを調製する。

(4) 上記エマルションにC相を混合して化粧料を調製する。

[0112] [処方例2：水中油型ファンデーション]

[表3]

成分		配合量
A	PEG-12ジメチコン(注7)	4
	ラウリルPEG/PPG-18/18メチコン(注8)	0.5
	ステアリルジメチコン(注9)	3
	(トリメチルシロキシケイ酸/ジメチコノール)クロスポリマー(注10)	2
	カプリルメチコン	6.5
	メトキシケイヒ酸エチルヘキシル	5
	(ジメチコン/ビニルジメチコン)クロスポリマー、シリカ(注11)	4
B	カーボマー	0.6
	グリセリン	3
	精製水	残量
	水酸化Na	適量
	防腐剤	適量
C	水性分散体(実施例9)	33.3

(注7) DOWSIL™ ES-5373 FORMULATION AID

(ダウ・東レ株式会社製)

(注8) DOWSIL™ 5200 FORMULATION AID (ダウ

・東レ株式会社製)

(注9) DOWSIL™ 2503 COSMETIC WAX (ダウ・東レ株式会社製)

(注10) DOWSIL™ FC-5002 IDD RESIN GUM (ダウ・東レ株式会社製)

(注11) DOWSIL™ 9701 COSMETIC POWDER (ダウ・東レ株式会社製)

[0113] (製造方法)

(1) A相の成分を混合する。

(2) B相の成分を混合する。

(3) 常温にて、B相の成分の混合物にA相の成分の混合物を少量ずつ添加し

、エマルションを調製する。

(4) 上記エマルションにC相を混合して化粧料を調製する。

[0114] [処方例3：水中油型サンスクリーン剤]

[表4]

成分	配合量
A	カルボン酸変性シリコーン(化合物1)
	グリセリン
	水酸化ナトリウム 50%水溶液
	トリ(カプリル/カプリン酸)グリセリル
	メキシケイヒ酸エチルヘキシル
	ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシル
B	アクリレートツコポリマー (注12)
	精製水
	トリエタノールアミン
	フェノキシエタノール
C	水性分散体(実施例5)

(注12) ACULYN™ 33A RHEOLOGY MODIFIER (ダウケミカル製)

[0115] (製造方法)

(1) A相の成分を混合する。

(2) B相の成分を混合する。

(3) 常温にて、B相の成分の混合物にA相の成分の混合物を少量ずつ添加し、エマルションを調製する。

(4) 上記エマルションにC相を混合して化粧料を調製する。

[0116] [処方例4：水中油型サンスクリーン剤]

[表5]

成分	配合量
A	ポリソルベート80
	ミネラルオイル
	トリエチルヘキサノイン
	カプリルメチコン
	シクロペンタシロキサン
	メキシケイヒ酸エチルヘキシル
	ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシル
B	カーボマー
	精製水
	水酸化Na
	ブチレングリコール
	グリセリン
C	フェノキシエタノール
	水性分散体(実施例5)
D	シリコーン変性アクリルエマルション(注13)

(注13) FA-4103 SILICONE ACRYLATE EMULSION (ダウ・東レ株式会社製)

[0117] (製造方法)

- (1) A相の成分を混合し、70℃に加温する。
- (2) B相の成分を混合し、70℃に加温する。
- (3) B相の成分の混合物にA相の成分の混合物を少量ずつ添加し、エマルションを調製する。
- (4) 上記エマルションを攪拌しながら、室温付近まで冷却する。
- (5) 上記エマルションにC相、D相の順に添加して化粧料を調製する。

[0118] [処方例5：水中油型ファンデーション]

[表6]

成分	配合量
A	カルボン酸変性シリコーン (合成例1)
	グリセリン
	50% KOH水溶液
	トリ (カプリン酸/カプリル酸) グリセリル
	シクロペンタシロキサン
	メトキシケイヒ酸エチルヘキシル
B	アクリレートコポリマー (注12)
	水
	トリエタノールアミン
	フェノキシエタノール
C	水性分散体 (実施例9)
D	(ジビニルジメチコン/ジメチコン) コポリマー (注14)

(注14) DOWSIL™ HMW2220 NON-IONIC EMULSION (ダウ・東レ株式会社製)

[0119] (製造方法)

- (1) A相の成分を混合する。
- (2) B相の成分を混合する。
- (3) 常温にて、B相の成分の混合物にA相の成分の混合物を少量ずつ添加し、エマルションを調製する。
- (4) 上記エマルションにC相を混合する。
- (5) 上記エマルションにD相を混合して化粧料を調製する。

[0120] [処方例6：水中油型ファンデーション]

[表7]

成分		配合量
A	ステアリン酸	1
	ポリソルベート80	1.2
	セスキオレイン酸ソルビタン	0.2
	ステアリン酸グリセリル	1.5
	ペヘニルアルコール	2.5
	ジメチコン	11
	スクワラン	3
	イソノナン酸イソトリデシル	3
	トリ（カプリン酸/カプリル酸）グリセリル	3
B	カーボマー	0.1
	精製水	残量
	水酸化Na	適量
	ブチレングリコール	6.3
	フェノキシエタノール	0.9
C	水性分散体（実施例9）	33.3
D	アクリレーツコポリマー（注15）	3

（注15）EPI TEX™ 66 ポリマー（ダウケミカル製）

[0121]（製造方法）

（1）A相の成分を混合し、70℃に加温する。

（2）B相の成分を混合し、70℃に加温する。

（3）B相の成分の混合物にA相の成分の混合物を少量ずつ添加し、エマルションを調製する。

（4）上記エマルションを攪拌しながら、室温付近まで冷却する。

（5）上記エマルションにC相、D相の順に添加して化粧料を調製する。

[0122] [処方例7：サンスクリーンクリーム]

[表8]

Phase	表示名称	製品名/供給元	% Wt
A	メトキシケイヒ酸エチルヘキシル	ユビナールMC-80N/ BASF	1.5
	サリチル酸エチルヘキシル	パルソール EHS/DSM ニュートリション ジャパン	5
	ホモサレート	Eusolex® HMS/メルク	6
	サリチル酸ブチルオクチル		5
	t-ブチルメトキシジベン ゾイルメタン	パルソール 1789/DS M ニュートリション ジャ パン	1.5
B	セテアリルアルコール	セテアリルアルコール/高 級アルコール工業	0.5
	(VP/エイコセン) コポ リマー	ANTARON V220/アシュラ ンド・ジャパン	2
	ステアリン酸グリセリル		1.9
	ステアリン酸PEG-100	EMALEX 8100/日本エマ ルジョン	1.95
	セチルリン酸K、水添パー ム脂肪酸グリセリズ		1.4
C	水		残余
	EDTA-2Na		0.05
	キサントタンガム		0.3
	防腐剤		適量
	グリセリン		3
D	(アクリルアミド/アクリ ロイルジメチルタウリンN a) コポリマー、イソヘキ サデカン、ポリソルベート 80	SIMULGEL EG/セピック 社	1
E	水分散体 (実施例4)		15
	水分散体 (実施例5)		15

[0123] (製造方法)

A相を混合する。

B相を混合する。

A相をB相に加え、85℃に加温する。

C相を80℃に加温する。

C相を攪拌しながらAB相をゆっくり加える。

ABC相を攪拌しながら50℃以下になるまで冷却する。

ABC相を攪拌しながらD相を加え、室温になるまで冷却する。

[0124] [処方例8：サンスクリーン]

[表9]

相	製品名		Wt%
A	高級アルコール工業製イソステアリン酸EX	イソステアリン酸	1.5
		グリセリン	5
		水酸化K	0.25
		水	0.25
B		トリ(カプリル／カプリン酸)グリセリル	2
	BASF社製Uvinul MC 80	メトキシケイヒ酸エチルヘキシル	7.5
	BASF社製Uvinul A plus	ジエチルアミノヒドロキシベンゾイル安息香酸ヘキシル	2
C	三晶製CEKOL	セルロースガム	0.3
		グリセリン	3
		水	残余
		フェノキシエタノール	0.9
D	実施例4の水分散体		13.3
	実施例5の水分散体		13.3

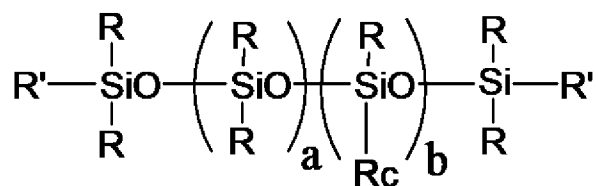
[0125] (製造方法)

- (1) A相を混合する。
- (2) B相を混合する。
- (3) C相を混合する。
- (4) A相を攪拌しながらB相をゆっくり加えて混合する。
- (5) C相にAB相を加える。
- (6) ABC相にD相を加えて混合する。

請求の範囲

- [請求項1] (A) 50℃で液状のカルボン酸変性シリコーン、
 (B) 疎水性粉体、
 (C) 塩基性物質、
 (D) 水
 を少なくとも含み、任意でさらに、
 (E) 多価アルコールおよびエチルアルコールから選ばれる1種類以上のアルコール類
 を含んでもよく、組成物全体の80質量%以上が上記の成分(A)～(E)からなり、
 上記の成分(B)を組成物全体の10～70質量%の範囲で含有し、
 かつ
 上記の成分(A)を成分(B)100質量部に対して5～30質量部の範囲で含有する、水性分散体組成物。
- [請求項2] 組成物全体の90質量%以上が上記の成分(A)～(E)からなることを特徴とする、請求項1の水性分散体組成物。
- [請求項3] 前記成分(D)の含有量が組成物全体に対して10～80質量%の範囲であることを特徴とする、請求項1または請求項2に記載の水性分散体組成物。
- [請求項4] 油剤を実質的に含まないことを特徴とする、請求項1～3のいずれか1項に記載の水性分散体組成物。
- [請求項5] 前記(A)カルボン酸変性シリコーンが、下記構造式(1)：

[化1]



(1)

(式中、

R^c は、一般式： $-R^1-(OR^2)_p-(O)_w-R^3-COOH$ (R^1 は炭素数 2 ～ 22 の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を表し、 R^2 は炭素数 2 ～ 4 の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基を表し、 R^3 は結合手 (—) 又は炭素数 1 ～ 22 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基を表し、 p は 0 ～ 200 の数を表し、 w は 0 又は 1 の数を表す) で示されるカルボキシル基含有有機基を表し、

R は、同一又は異なり、炭素数 1 ～ 22 のアルキル若しくはアルコキシ基又はフェニル基を表し、

R' は、 R^c 又は R であり、

a 、 b は各々 0 又は正の数であり、 $a + b$ は 0 ～ 30 の範囲の数であり、 b が 0 のとき、 R' の少なくとも一方は R^c である。) で表される、請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載の水性分散体組成物。

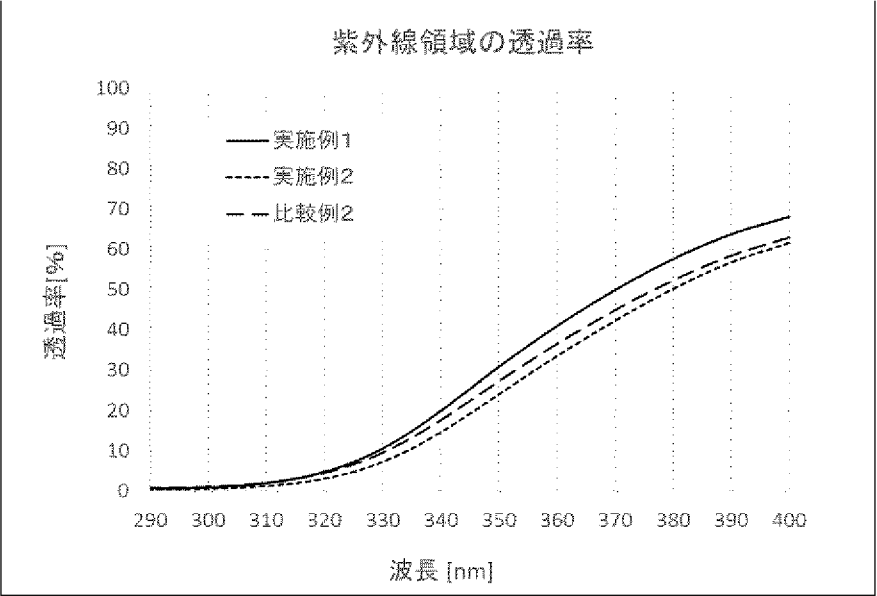
[請求項6] 前記 (A) カルボン酸変性シリコーンが、上記構造式 (1) において、 $a + b$ は 2 ～ 20 の範囲の数であり、 a / b は 0.3 ～ 3.0 の範囲である、室温 (25℃) で液状のカルボン酸変性シリコーンであることを特徴とする、請求項 5 に記載の水性分散体組成物。

[請求項7] 組成物全体の pH が 6.5 ～ 14.0 の範囲にあることを特徴とする、請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の水性分散体組成物。

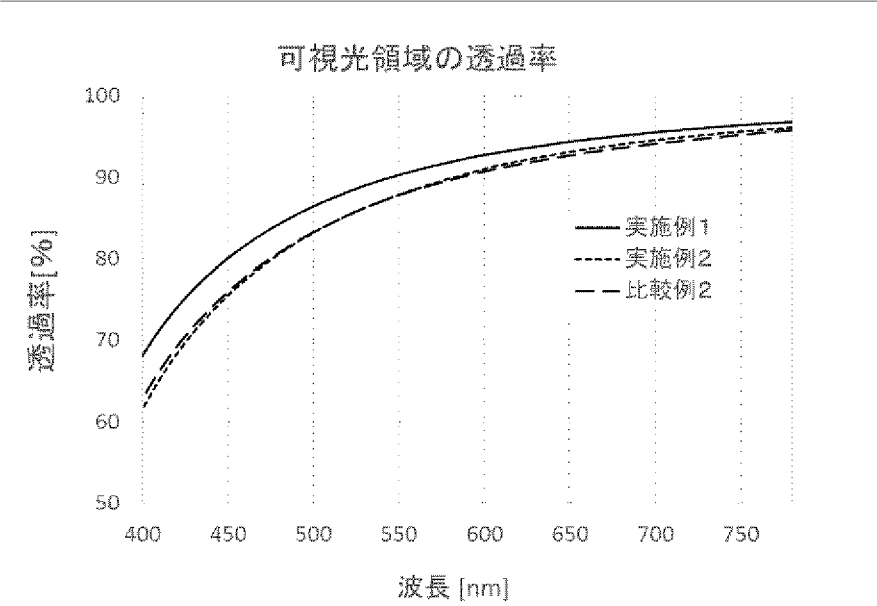
[請求項8] 化粧品原料である、請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の水性分散体組成物。

[請求項9] 請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の水性分散体組成物の使用を特徴とする、化粧品の製造方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/029958

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. A61K8/891 (2006.01) i, A61K8/29 (2006.01) i, A61K8/34 (2006.01) i,
A61K8/41 (2006.01) i, A61Q1/02 (2006.01) i, A61Q17/04 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. A61K8/800-8/99, A61Q1/00-90/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2015-203026 A (JO COSMETICS CO., LTD.) 16 November 2015, examples 5-6, paragraph [0064] & US 2017/0035681 A1, tables 5-6, paragraph [0094] & WO 2015/159773 A1 & EP 3132789 A1 & CN 106163495 A & KR 10-2016-0136349 A	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.	☐ See patent family annex.
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 03 October 2019 (03.10.2019)	Date of mailing of the international search report 15 October 2019 (15.10.2019)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. A61K8/891(2006.01)i, A61K8/29(2006.01)i, A61K8/34(2006.01)i, A61K8/41(2006.01)i,
A61Q1/02(2006.01)i, A61Q17/04(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. A61K8/800-8/99, A61Q1/00-90/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

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

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2015-203026 A（ジェイオーコスメティックス株式会社） 2015.11.16, 実施例 5-6, [0064] & US 2017/0035681 A1, TABLE5-6, [0094] & WO 2015/159773 A1 & EP 3132789 A1 & CN 106163495 A & KR 10-2016-0136349 A	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

03.10.2019

国際調査報告の発送日

15.10.2019

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

松井 一泰

4D

5805

電話番号 03-3581-1101 内線 3421