



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105813629 B

(45)授权公告日 2019.06.18

(21)申请号 201480068057.3

(74)专利代理机构 北京品源专利代理有限公司

11332

(22)申请日 2014.10.28

代理人 吕琳 刘明海

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105813629 A

(51)Int.Cl.

A61K 8/9794(2017.01)

(43)申请公布日 2016.07.27

A61K 8/9789(2017.01)

(30)优先权数据

10-2013-0155675 2013.12.13 KR

A61K 8/9755(2017.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2016.06.13

A61K 8/9741(2017.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/KR2014/010213 2014.10.28

A61K 8/92(2006.01)

(87)PCT国际申请的公布数据

W02015/088137 K0 2015.06.18

A61K 8/72(2006.01)

(73)专利权人 CQV 株式会社

A61K 8/19(2006.01)

地址 韩国忠清北道镇川郡

A61Q 19/00(2006.01)

(72)发明人 曹金成 崔玟 姜光中 崔丙祺

(56)对比文件

US 2013/0216597 A1, 2013.08.22,

林光水 长吉玩

US 2006/0280762 A1, 2006.12.14,

CN 101511947 A, 2009.08.19,

审查员 原浩杰

权利要求书1页 说明书13页

(54)发明名称

化妆品用组合物

(57)摘要

本发明公开可呈现包括红色、黄色及蓝色在内的多种颜色的化妆品组合物。本发明的特征在于，在本发明的化妆品组合物包含将天然颜料涂敷于基质而制备的红色、黄色或蓝色光泽颜料，从而可呈现多种颜色。

1. 一种化妆品用组合物，其特征在于，包含颜料、树脂及溶剂，所述颜料包含将天然植物颜料以及金属氧化物同时涂敷于基质而制备的光泽颜料，从而能够呈现多种颜色。
2. 根据权利要求1所述的化妆品用组合物，其特征在于，相对于化妆品用组合物总重量，包含2~50重量百分比的所述颜料。
3. 根据权利要求1所述的化妆品用组合物，其特征在于，在所述化妆品用组合物为油性化妆品用的情况下，所述溶剂为油，所述树脂为油溶性树脂。
4. 根据权利要求1所述的化妆品用组合物，其特征在于，在所述化妆品用组合物为水性化妆品用的情况下，所述溶剂为水，所述树脂为水溶性树脂。
5. 根据权利要求1所述的化妆品用组合物，其特征在于，所述化妆品为睫毛膏、眼影、液状眼线液、凝胶状眼线膏、指甲油、粉底、唇膏、唇彩、面霜、眼线笔、腮红或乳液。

化妆品用组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及化妆品制备技术,更详细地,涉及包含涂敷天然植物颜料的光泽颜料的化妆品用组合物。

背景技术

[0002] 流行变化对化妆品产生极大影响,因此多种产品持续上市。化妆品包含油、颜料、树脂等多种成分,在这些要素中颜料起到确定化妆品的颜色的作用。

[0003] 化妆品大致分为涂抹于整个脸的底妆产品和涂抹于局部脸的提亮化妆产品。其中,作为提亮化妆产品有唇膏、眼影、腮红等,均以颜色为最重要的要素。

[0004] 至今,在化妆品中,为了呈现红色而最常用的原料为胭脂红,胭脂红为对寄生于仙人掌的胭脂虫进行干燥,并进行粉末化而制成的动物性红色素。胭脂红多使用为在化妆品、饮料、冰淇淋等中呈现红色的颜料。胭脂红可能使某些人引起荨麻疹、鼻炎、哮喘等过敏反应,也可能引起儿童的多动症。

[0005] 与本发明相关的背景技术有在韩国公开专利公报第10-2012-0113661号(2012年10月15日公开)中公开的包含颜料的黑色混合物的化妆组合物。

发明内容

本发明要解决的技术问题

[0007] 本发明的目的在于,提供可实现多种颜色的利用涂敷天然植物颜料的光泽颜料的化妆品用组合物。

技术方案

[0009] 用于实现上述一种目的的本发明实施例的化妆品用组合物的特征在于,包含颜料、树脂及溶剂,上述颜料包含将天然植物颜料涂敷于基质而制备的光泽颜料,从而可呈现多种颜色。

[0010] 此时,优选地,相对于组合物总重量,包含2~50重量百分比的上述颜料。

[0011] 并且,优选地,在上述化妆品用组合物为油性化妆品用的情况下,上述溶剂为油,上述树脂为油溶性(oil soluble)树脂。

[0012] 并且,优选地,在上述化妆品用组合物为水性化妆品用的情况下,上述溶剂为水,上述树脂为水溶性树脂。

有益效果

[0014] 本发明的化妆品用组合物包含将天然植物颜料涂敷于基质而制备的红色、黄色或蓝色光泽颜料,从而不仅可呈现红色、黄色及蓝色,而且可通过颜料的混合呈现绿色、紫蓝色、粉红色、紫色、黑色、白色、灰色等多种颜色。

具体实施方式

[0015] 以下,对本发明的化妆品用组合物进行详细的说明。

[0016] 本发明实施例的化妆品用组合物用于制备睫毛膏、眼影、液状眼线液、凝胶状眼线膏、指甲油、粉底、唇膏、唇彩、面霜、化妆用粉底、眼线笔、腮红(blusher)或乳液等的化妆品，上述化妆品用组合物与通常的化妆品用组合物相同，包含颜料、树脂及溶剂。

[0017] 此时，在本发明中，颜料包含天然植物颜料涂敷于基质而制备的红色、黄色或蓝色光泽颜料，从而不仅可呈现红色、黄色及蓝色，而且可通过呈现不同颜色的颜料的混合呈现绿色、紫蓝色、粉红色、紫色、黑色、白色、灰色等多种颜色。

[0018] 对涂敷天然植物颜料的红色、黄色及蓝色光泽颜料的具体制备方法进行后述。

[0019] 优选地，相对于组合物总重量，包含2~50重量百分比的上述颜料。在颜料的含量小于2重量百分比的情况下，难以充分地呈现所需的颜色。相反地，在颜料的含量大于50重量百分比的情况下，存在过多地发生颜料凝聚的现象或者保鲜性降低的问题。

[0020] 本发明的化妆品用组合物可以为油性化妆品用或水性化妆品用，更优选地，本发明的化妆品用组合物为油性化妆品用。

[0021] 在化妆品用组合物为油性化妆品用的情况下，上述溶剂可以为油，上述树脂可以为油溶性树脂。作为这种油溶性树脂，可使用乙基纤维素、丙基纤维素、乙烯酯共聚物等。除此之外，可利用为了制备化妆品所使用的多种油溶性树脂。

[0022] 相反，在上述化妆品用组合物为水性化妆品用的情况下，上述溶剂可以为水，上述树脂可以为水溶性树脂。作为这种水溶性树脂，可使用蛋白质、角蛋白、聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙烯醇等，除此之外，可利用公知的多种水溶性树脂。

[0023] 在溶剂为固状化妆品用的情况下，可包含约10~40重量百分比左右的溶剂，在溶剂为液状化妆品的情况下，可包含大致50~80重量百分比的溶剂，但并不一定局限于此，在最终化妆品的制备过程中，可包括溶剂去除过程或溶剂追加过程。

[0024] 本发明的化妆品用组合物还可包含保湿剂、润湿剂、抗老化剂、抗微生物剂等各种添加剂。

[0025] 以下，对包含于本发明的化妆品用组合物的颜料的制备方法进行说明。

[0026] 天然颜料的制备方法及利用天然颜料的光泽颜料的制备方法1

[0027] 作为利用天然颜料的光泽颜料的制备方法的例包括：在天然植物染料中滴定无机盐溶液后，将pH调节为5~7来制备第一颜料(天然颜料)的步骤；以及在基质悬浮液中混合酸度调节剂及上述第一颜料，来在基质的表面形成氧化物层，从而制备光泽颜料的步骤。当利用红色系列、黄色系列、紫色系列、绿色系列或黑色系列的天然染料时，本方法更适合。

[0028] 更具体地，光泽颜料的制备方法包括：从染材取得天然染料的步骤；从天然染料制备颜料的步骤；在上述染料中滴定无机盐溶液，来形成包含天然染料的第一颜料(天然颜料)的步骤；基质悬浮液形成步骤，将包含合成云母、天然云母、玻璃鳞片(板状玻璃，Glass Flake)、板状氧化铁、板状氧化铝、板状二氧化硅、滑石及铋中的一种以上的片状基质及涂敷有金属氧化物的光泽颜料组合物与水(去离子水、蒸馏水等)相混合后，进行搅拌及分散；以及片状基质覆盖步骤，将上述基质悬浮液与混合酸度调节剂及上述颜料相混合，来在上述片状基质的表面覆盖氧化物层。

[0029] 第一颜料(天然颜料)的制备步骤包括：染料制备步骤，从天然染材制备染料；染料金属盐混合溶液的制备步骤，在含有金属盐的溶液中投入染料；搅拌上述染料金属盐混合溶液的步骤；颜料粒子浸渍步骤，在上述染料金属盐混合溶液中浸渍颜料粒子；以及颜料粒

子干燥步骤,分离所浸渍的上述颜料粒子之后进行干燥。

[0030] 染料制备步骤包括:染液提取步骤,当蒸馏水或有机溶剂为100重量份时,添加10至30重量份的上述天然染料并进行加热,来提取染液;以及染液干燥步骤,对所提取的上述染液进行浓缩及真空干燥。其中,上述天然染料可以为红色系列、黄色系列、紫色系列、蓝色系列、绿色系列或黑色系列的天然染料。

[0031] 其中,上述天然染料的染材可以为作为选自茜草(madder)、红花(safflower)、苏木(sappanwood)、洋苏木(logwood)、紫草(gromwell)、柿子(persimmon)、杏树、梅花树、青皮树、生姜树、生姜根、蜀葵花、虎杖根、山杏木、紫衫、五味子、山茶、葡萄、白桦树及它们的组合中的至少一种的红色系列或紫色系列,或者,上述天然染料的染材可以为作为选自栀子、郁金、洋葱皮、红花黄色素、黄莲、黄柏、丁香、石榴、芦苇、槐花、花曲柳树、漆树、芦木、水榆花楸树、连翘树皮、灯草、赤杨树、栗树、麻栎树及它们的组合中的至少一种的黄色系列或绿色系列。

[0032] 无机盐可以为金属盐,上述金属盐可包含 BaCl_2 、 CaCl_2 、 AlCl_3 、 SnCl_4 、 TiCl_4 、 TiOCl_2 、 TiOSO_4 、 FeCl_3 、 FeSO_4 、 SiCl_4 、 ZrOCl_2 、 $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 MnCl_2 、 MgCl_2 及 CoCl_2 中的一种以上。

[0033] 上述染料金属盐混合溶液能够以包含100重量份的去离子水、3重量份至30重量份的上述染料及3重量份至30重量份的上述金属盐的方式制备而成。

[0034] 之后,搅拌染料金属盐混合溶液。一边在20℃至60℃温度下,以200rpm至300rpm加热并搅拌上述染料金属盐混合溶液,一边在上述染料金属盐混合溶液中添加包含选自 NaOH 、 KOH 、 Ca(OH)_2 、 NH_3 、 Mg(OH)_2 、 CH_3NH_2 、 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{NH}_2$ 、 CH_3OH 、 Al(OH)_3 中的一种或一种以上的混合物的碱性溶液,来将pH调节为5至7,从而使颜料粒子浸渍。在小于20℃的温度范围内,反应的有效性降低,在大于60℃的温度范围内,可成为颜料的颜色发生变化的原因。

[0035] 然后,分离所浸渍的上述颜料粒子后,进行干燥。

[0036] 上述颜料形成步骤包括:颜料研磨步骤,对上述颜料进行研磨;以及颜料分散步骤,在去离子水中混合上述颜料后,进行搅拌及分散。

[0037] 在上述颜料研磨步骤中,优选地,在大致200rpm至500rpm条件下,将上述颜料充分研磨12小时至24小时。例如,在500mL的容器中,使研磨球的体积成为300mL。当研磨球的体积小于300mL时,研磨的有效性降低,且凝聚的颜料粒子的分散不均匀,当研磨球的体积大于300mL时,可进入容器内的颜料的量相对小于研磨球的量,从而使研磨的有效性降低。进行研磨最短时间为12小时,最长时间为24小时。当在小于200rpm的范围内进行研磨时,分散的效果降低,当在大于500rpm的范围内进行研磨时,不仅不能再使分散的效果增加,而且若大于500rpm,则可能使颜料粒子受损,因而,为了颜料的质量,重要的是,在适当的rpm条件下,改善颜料粒子的分散。

[0038] 利用如上所述的过程,可制备成第一颜料(天然颜料)。

[0039] 为了制备将天然颜料涂敷于基质的光泽颜料,需要如下追加过程。

[0040] 上述基质悬浮液形成步骤可在200rpm至500rpm条件下进行,上述基质悬浮液形成步骤为将包含合成云母、天然云母、玻璃鳞片(板状玻璃)、板状氧化铁、板状氧化铝、板状二氧化硅、滑石及铋中的一种以上的片状基质及涂敷有金属氧化物的颜料组合物与去离子(D.I.water)水相混合后,进行搅拌及分散。

[0041] 将在上述基质悬浮液形成步骤中所形成的基质悬浮液与酸度调节剂及上述颜料相混合,来在上述片状基质的表面覆盖含有天然植物染料成分的颜料粒子。其中,酸度调节剂可以为包含选自具有酸性的盐酸、硫酸、乙酸、醋酸等中的一种或一种以上的混合物的酸性溶液。

[0042] 在上述片状基质覆盖步骤中,优选地,覆盖反应的基质悬浮液与颜料的混合溶液的pH调节为4.0至8.0,且在200rpm至500rpm下,进行30分钟至60分钟的覆盖反应。

[0043] 在上述片状基质覆盖步骤之后,还包括:对涂敷有氧化物层的上述片状基质进行水洗及脱水的步骤;片状基质干燥步骤,对所清洗的上述片状基质进行干燥;以及片状基质筛选步骤,利用网状物分离所干燥的上述片状基质中大于规定大小的片状基质。

[0044] 可在60℃至100℃温度下,将上述片状基质干燥步骤进行12小时至24小时。

[0045] 在上述片状基质筛选步骤中所分离的片状基质为45μm以下。在筛选步骤中,可利用网状物来去除在反应中生成的凝聚粒子。

[0046] 利用天然颜料的光泽颜料的制备方法2

[0047] 利用天然颜料的光泽颜料的制备方法的另一例包括:从天然植物染材制备第一颜料后,进行球磨来制备天然颜料的步骤;在水中投入基质和第一颜料后,进行搅拌的步骤;以及在经搅拌的结果物中滴定无机盐溶液进行搅拌,来在上述基质的表面形成氧化物层的步骤。优选地,在本方法中主要利用蓝色系列或绿色系列染料。

[0048] 更具体地,天然颜料的制备方法包括:从染材取得天然染料的步骤;从蓝色系列的天然染料制备颜料的步骤;以及球磨步骤,在上述颜料中投入水并进行球磨。并且,天然颜料涂敷于基质的光泽颜料的制备方法包括:基质悬浮液形成步骤,对包含合成云母、天然云母、玻璃鳞片(片状玻璃)、板状氧化铁、板状氧化铝、板状二氧化硅、滑石及铋中的一种以上的片状基质及涂敷有金属氧化物的颜料组合物、上述天然颜料及去离子水进行混合后,进行搅拌及分散;以及片状基质覆盖步骤,在上述基质悬浮液中滴定无机盐溶液,以调节pH,并进行搅拌,来在上述片状基质的表面覆盖氧化物层。

[0049] 颜料制备步骤包括:染液提取步骤,当蒸馏水或有机溶剂为100重量份时,添加5至30重量份的上述天然染料进行加热,来提取染液;以及染液干燥步骤,对所提取的上述染液进行浓缩及真空干燥。其中,上述天然染料可以为蓝色系列或绿色系列的天然染料。

[0050] 其中,上述天然染料的染材可以作为选自槐蓝属植物(indigo)、鸭跖草、溪荪及它们的组合中的至少一种的蓝色系列或绿色系列。

[0051] 在球磨步骤中,优选地,相对于100重量份的上述去离子水,包含10重量份至30重量份的上述天然颜料。当上述天然颜料小于10重量份时,有可能因低浓度而反应效率降低,当上述天然颜料大于30重量份时,相比于反应液,天然颜料的量过多,从而反应效率有可能降低。

[0052] 另一方面,在球磨步骤中,优选地,球磨进行的时间为6小时至12小时。若球磨时间小于6小时,则可能使分散不充分,若球磨时间大于12小时,则不仅不再产生分散效果,而且只会使工序时间变长,从而效率有可能降低。

[0053] 通过上述过程可制备天然颜料。

[0054] 在基质悬浮液形成步骤中,优选地,上述基质的平均粒径为2~250μm,上述基质的厚度为0.2~5μm。在平均粒径小于2μm的情况下,因矩形比减少导致的光的散射而无法呈现

具有规定且相同的折射率的相同颜色，在平均粒径大于 $250\mu\text{m}$ 的情况下，因覆盖的表面积的增加而难以形成用于实现颜色的覆盖氧化物层。

[0055] 其中，优选地，相对于100重量份的上述基质悬浮液，包含3重量份至15重量份的上述基质。若上述基质的浓度小于3重量份，则有可能因浓度过低而反应效率降低，若上述基质的浓度为15重量份以上，则有可能因高浓度而发生凝聚现象。

[0056] 其中，优选地，在常温条件下进行搅拌，搅拌速度为200rpm至500rpm。若搅拌速度小于200rpm，则可能因反应中的分散效果降低而发生颜料之间的凝聚现象，若搅拌速度大于500rpm，则不仅不再产生分散效果，而且只会使rpm变高，从而效率有可能降低。

[0057] 在片状基质覆盖步骤中，在基质悬浮液中滴定无机盐溶液，以调节pH，并进行搅拌，来在上述片状基质的表面覆盖氧化物层。

[0058] 其中，上述基质可以为包含合成云母、天然云母、玻璃鳞片(板状玻璃)、板状氧化铁、板状氧化铝、板状二氧化硅、滑石及铋中的一种以上的片状基质或者在此涂敷有金属氧化物的片状基质。

[0059] 其中，pH至少可以通过两个步骤的pH调节步骤来进行调节。

[0060] 上述pH调节步骤包括：第一pH调节步骤，在上述基质悬浮液中慢慢滴定3~10体积百分比浓度的金属盐溶液，并搅拌5~30分钟，来将pH调节为7~7.1；第二pH调节步骤，慢慢滴定3~10体积百分比浓度的金属盐溶液，并搅拌5~30分钟，来将pH调节为4至4.1；第三pH调节步骤，慢慢滴定10~20体积百分比浓度的HCl溶液，并搅拌5~30分钟，来将pH调节为2.1至2.2；以及第四pH调节步骤，慢慢滴定10~20体积百分比浓度的碱性溶液，并搅拌5~30分钟，来将pH调节为4.2至4.4。

[0061] 在上述片状基质覆盖步骤之后，还包括：对涂敷有氧化物层的上述片状基质进行水洗及脱水的步骤；片状基质干燥步骤，对所清洗的上述片状基质进行干燥；以及片状基质筛选步骤，利用网状物分离所干燥的上述片状基质中大于规定大小的片状基质。

[0062] 可在60°C至100°C温度下，将上述片状基质干燥步骤进行6小时至12小时。

[0063] 在上述片状基质筛选步骤中所分离的片状基质为 $45\mu\text{m}$ 以下。在筛选步骤中，可利用网状物来去除在反应中生成的凝聚粒子。

[0064] 涂敷金属氧化物的红色颜料的制备方法

[0065] 涂敷金属氧化物的红色颜料可通过涂敷作为金属氧化物的氧化铁(Fe_2O_3)来制备。其具体制备过程如下。

[0066] 首先，在常温(20~30°C)条件下，使包含天然云母(mica)、合成云母、薄片状氧化铝、玻璃鳞片(板状玻璃)、板状氧化铁、板状二氧化硅、滑石及铋中的一种以上的小板型基质悬浮于水(作为一例，去矿物质水)后，利用搅拌器搅拌来制备浆料。

[0067] 如上所述，优选地，若结束用于制备颜料的浆料的制备，则加热浆料来使浆料的温度升温至60~90°C。以上述方式制备浆料的理由在于，在浆料的温度小于60°C的情况下，后续覆盖层的覆盖状态不均匀，所覆盖的物质的大小及形态非常不规则。并且，若浆料的温度大于90°C，则激烈地产生用于覆盖的反应，因而可形成粗糙的覆盖层。优选地，在覆盖于基材的覆盖层的状态不稳定的情况下，颜料无法具有高的彩度，因而维持如上所述的温度范围。

[0068] 之后，优选地，在浆料结束升温的状态下，可在浆料中添加酸(作为一例，盐酸

(HCl))溶液来将浆料的pH调节为2.5~4.0,使得FeCl₃水解。

[0069] 在下部Fe₂O₃层覆盖步骤中,若结束浆料的制备、升温、pH调节,则其次在下部Fe₂O₃层覆盖步骤中,对FeCl₃溶液进行称重并将上述FeCl₃溶液投入浆料中之后进行滴定,使得溶液中FeCl₃的含量成为10~30重量百分比。当进行滴定时,添加碱(作为一例,稀释为10~50%的氢氧化钠(NaOH))水溶液,来将浆料的pH维持在2.5~4.0。

[0070] 在上述中,若FeCl₃的含量小于10重量百分比,则当制备时,一次可生产的生产量减少,从而生产率显著降低,相反,若FeCl₃的含量大于30重量百分比,则大体的反应性降低,从而表面不光滑,且杂质增加。

[0071] 此时,若达到滴定pH,则在水性媒质中,使FeCl₃溶液中的FeCl₃盐化物(金属盐)水解,来在小型板基材的表面覆盖Fe₂O₃层。此时的Fe₂O₃层成为下部Fe₂O₃层。

[0072] 之后,在包含下部Fe₂O₃层的浆料中,对MgO·SiO₂溶液进行称重并将上述MgO·SiO₂溶液投入之后进行滴定,使得溶液中MgO·SiO₂的含量成为2~20重量百分比。当进行滴定时,添加酸(作为一例,盐酸)溶液,来将浆料的pH维持在5~9。其次,再次添加酸(作为一例,盐酸)溶液,来将浆料的pH调节为2.5~4.0,并搅拌约10分钟~1小时来进行回流。在上述中,若MgO·SiO₂的含量小于2重量百分比,则当制备时,一次可生产的生产量减少,从而生产率显著降低。相反,若MgO·SiO₂的含量大于20重量百分比,则大体的反应性降低,从而表面不光滑,且杂质增加。并且,在浆料的pH值超过上述范围的情况下,无法正常地形成MgO·SiO₂层的覆盖或覆盖物质不均匀且具有不规则的大小和形态,从而颜料无法具有高的彩度。此时,若达到滴定pH,则在水性媒质中,使MgO·SiO₂溶液中的MgO·SiO₂盐化物水解,来在下部Fe₂O₃层表面覆盖MgO·SiO₂层。

[0073] 在上部Fe₂O₃层覆盖步骤中,对FeCl₃溶液进行称重并将上述FeCl₃溶液投入包含MgO·SiO₂层的浆料之后进行滴定,使得溶液中FeCl₃的含量成为10~30重量百分比。当进行滴定时,添加碱(作为一例,稀释为10~50%的氢氧化钠)水溶液,来将浆料的pH维持在2.5~4.0,并搅拌约10分钟~1小时来进行回流。这种上部Fe₂O₃层覆盖过程以与下部Fe₂O₃层覆盖过程相同地方式进行。若达到滴定pH,则在水性媒质中,使FeCl₃溶液中的FeCl₃盐化物水解,来在MgO·SiO₂层的表面覆盖有Fe₂O₃层。此时的Fe₂O₃层成为上部Fe₂O₃层。

[0074] 在从下部Fe₂O₃层覆盖步骤至上部Fe₂O₃层覆盖步骤中,优选地,通过维持在浆料制备步骤中所升温的浆料的温度,来使各覆盖层的状态稳定化。

[0075] 随着上述滴定液的涂敷而金属氧化物的涂敷厚度增大,根据厚度依次呈现青铜色(Bronze)、橙色(Orange),铜色(Copper),红色(Red),蓝红色(Bluish Red),在所需的颜色中终止反应。尤其,在红色中呈现高的彩度,因而在上述颜色中终止反应为有利。

[0076] 在中间产物的取得步骤中,将浆料搅拌约10分钟~1小时后,过滤最终浆料来进行脱水,并利用去矿物质水来进行数次清洗后,可在80~150℃温度下,干燥约1~20小时来取得作为残留物质的中间产物。

[0077] 在煅烧步骤中,在600~900℃的温度下,对作为从最终浆料取得的残留物的中间产物进行煅烧来完成颜料的合成。此时,在煅烧温度小于600℃的情况下,因煅烧不充分而有可能无法取得所需的颜料,在煅烧温度大于900℃的情况下,基质达到熔点而被溶解,从而有可能生成非所需的颜料的其他生成物。在上述过程中,在小板型基材的表面覆盖Fe₂O₃/MgO·SiO₂/Fe₂O₃层叠结构的金属氧化物层来形成最终生成的颜料。

[0078] 如上所述,可通过在水性媒质中的金属盐的水解,利用湿化学方法容易制备覆盖层,从而制备本发明的颜料的工序简单且经济。

[0079] 在玻璃鳞片涂敷金属氧化物的黄色(Yellow)颜料的制备方法

[0080] 在玻璃鳞片涂敷金属氧化物的黄色颜料的制备方法如下。

[0081] 首先,将玻璃鳞片(例如,厚度为 $5\mu\text{m}$ 的玻璃基质)放入水中使玻璃鳞片分散。此时,优选地,玻璃鳞片具有约5~20重量百分比的范围。并且,优选地,为了防止被离子吸附而受妨碍,使用去离子水。优选地,上述玻璃鳞片粒子的分散液的适当的反应温度为60~80℃。

[0082] 在本发明中,作为被涂敷的这种金属氧化物的前体成分,作为二氧化锡的前体物质有 SnCl_2 ,作为上述二氧化钛的前体物质有 TiCl_4 (溶解于水溶液的状态为 TiOCl_2)、 TiOSO_4 等。此时,在前体物质的添加过程中,分散液的pH维持在适当的水平,优选地,维持在1.5~3,首先,投入盐酸,来使pH成为1.5~3后,随着投入金属氧化物的前体,使经水化的二氧化锡先吸附于基质上,再使经水化的二氧化钛吸附于基质上。此时,为了吸附经水化的金属氧化物,同时添加如氢氧化钠等碱性水溶液。在上述过程中重要的是,一边维持上述pH范围,一边滴定金属氧化物的前体物质为重要。

[0083] 反应后,用于形成金属氧化物的烧成温度优选为400~600℃。烧成后,执行通过筛选去除在反应中生成的凝聚粒子的工序。

[0084] 将金属氧化物涂敷于利用上述工序而制备的玻璃鳞片的颜料,因粒子的大小而具有高的光泽,因厚度而具有强的闪亮的效果。

[0085] 将金属氧化物涂敷于合成云母粒子的蓝色光泽颜料的制备方法

[0086] 将金属氧化物涂敷于合成云母的蓝色或者紫蓝色光泽颜料的制备方法如下。

[0087] 首先,将合成云母粒子放入水中使合成云母粒子分散。此时,优选地,粒子具有约5~15重量百分比的范围。并且,优选地,为了防止被离子吸附,使用去离子水。

[0088] 将上述合成云母粒子的分散液升温为60~90℃后,在上述分散液中添加金属氧化物的前体物质及它们的混合物。在本发明中,作为被涂敷的这种金属氧化物的前体成分,作为二氧化锡的前体物质有 SnCl_2 ,作为上述二氧化钛的前体物质有 TiCl_4 (溶解于水溶液的状态为 TiOCl_2)、 TiOSO_4 等。此时,在前体物质的添加过程中,分散液的pH维持在适当的水平,优选地,维持在1~4,首先,投入酸,优选地,投入盐酸,来使pH成为1~4后,随着投入金属氧化物的前体,使经水化的二氧化锡先吸附于基质上,再使经水化的二氧化钛吸附于基质上。此时,为了吸附经水化的金属氧化物,同时添加如氢氧化钠等碱性水溶液。在上述过程中重要的是,一边维持上述pH范围,一边滴定金属氧化物的前体物质。

[0089] 预涂敷为二氧化锡(SnO_2)层,从而可使金属氧化物涂敷层形成为金红石晶体结构。根据向上述前体物质的分散液的滴定(titration)经水化的金属氧化物的涂敷厚度增大,根据厚度依次呈现银色、黄色(Yellow)、红色、蓝色、绿色,在所需的颜色中终止反应。尤其,在紫蓝色和蓝色中呈现高的彩度,因而在两种颜色中终止反应为有利。对以如上所述方法涂敷而成的合成云母进行过滤、水洗、干燥及烧成步骤来得到制品,最终经过筛选(screening)步骤来批量生产。可通过在本发明所属技术领域中公知的方法容易实现上述涂敷步骤之后的工序。

[0090] 以下,对包含于本发明的化妆品用组合物的颜料的优选制备例进行公开。但其仅作为本发明的优选示例而提出,并不能解释成本发明因此受到限制。

[0091] 这里未记载的内容是本发明所属技术领域的普通技术人员充分可以在技术上进行推知,因此省略说明。

[0092] 实施例

[0093] 实施例1

[0094] (1) 红色天然颜料的制备

[0095] 对从作为天然染料的染材的苏木(包含选自苏木树皮提取物(CAESALPINIA SAPPAN BARK EXTRACT)、苏木干粉末(CAESALPINIA SAPPAN STEM POWDER)中的一种或一种以上的混合物)中提取的天然染料在去离子水(或有机溶剂)中进行加热,并对所提取的染液进行浓缩及真空干燥来制备染料。将10重量份的苏木染料放入2L的烧杯中,并投入100重量份的去离子水和30重量份的CaCl₂,来以200rpm进行搅拌。此时,将反应温度设定为40℃,并投入氢氧化钾。将pH调节为7,并搅拌溶液,当开始出现沉淀物时,对上述沉淀物进行脱水、干燥、粉碎,来用作颜料。

[0096] (2) 红色天然颜料墨水的制备

[0097] 在500mL的烧杯中投入140重量份的去离子水及60重量份的苏木颜料,并在70rpm条件下,研磨12小时,来形成苏木颜料。

[0098] (3) 将红色天然颜料涂敷于基质的光泽颜料的制备

[0099] 另一方面,在2L的烧杯中投入100重量份的涂敷有金属氧化物的薄片和1000重量份的去离子水后,在400rpm条件下进行分散,来形成基质悬浮液。此时,在常温条件下进行反应。

[0100] 在上述苏木颜料中放入氢氧化钾,来将pH调节为11。

[0101] 在2L的烧杯中投入基质悬浮液、苏木颜料及CaCl₂,来再次将混合溶液的pH调节为5。

[0102] 将苏木颜料涂敷于基质后,搅拌约10分钟左右后,结束反应。

[0103] 在涂敷红色的苏木天然颜料后,进行水洗及脱水,并在80℃温度下进行干燥,最终制备了涂敷有红色苏木颜料的红色光泽颜料。

[0104] 在结束干燥后,使用325目的筛子(sieve)进行筛选,从而去除在反应中生成的凝聚粒子。

[0105] 实施例2

[0106] (1) 黄色天然颜料的制备

[0107] 对从作为天然染料染材的栀子中提取的天然染料在去离子水(或有机溶剂)中进行加热,并对所提取的染液进行浓缩及真空干燥来制备染料。将20重量份的栀子染料放入2L的烧杯中,并投入100重量份的去离子水和30重量份的AlCl₃,来以200rpm进行搅拌。此时,将反应温度设定为60℃,并投入氢氧化钠。将pH调节为7,并搅拌溶液,当开始出现沉淀物时,对上述沉淀物进行脱水、干燥、粉碎,来用作颜料。

[0108] (2) 黄色天然颜料墨水的制备

[0109] 在500mL的烧杯中投入140重量份的去离子水及60重量份的栀子颜料,并在70rpm条件下,研磨12小时,来形成栀子颜料。

[0110] (3) 利用黄色天然颜料的光泽颜料的制备

[0111] 另一方面,在2L的烧杯中投入100重量份的涂敷有金属氧化物的薄片和1000重量

份的去离子水后,在400rpm条件下进行分散,来形成基质悬浮液。此时,在常温条件下进行反应。

[0112] 在上述栀子颜料中放入氢氧化钾,来将pH调节为11。

[0113] 在2L的烧杯中投入基质悬浮液、栀子颜料及CaCl₂,来再次将混合溶液的pH调节为5。

[0114] 将栀子颜料涂敷于基质后,搅拌约10分钟左右后,结束反应。

[0115] 在涂敷黄色的栀子颜料后,进行水洗及脱水,并在80℃温度下进行干燥,最终制备了涂敷有黄色栀子颜料的黄色光泽颜料。

[0116] 在结束干燥后,使用325目的筛子来进行筛选,从而去除在反应中生成的凝聚粒子。

[0117] 实施例3

[0118] (1) 蓝色天然颜料/天然颜料墨水的制备

[0119] 对从作为天然染料的染材的青黛(靛色)中提取的天然染料在去离子水(或有机溶剂)中进行加热,并对所提取的染液进行浓缩及真空干燥来制备染料。在250ml的球磨用瓶(bottle)中放入20重量份的青黛染料,并投入80重量份的去离子水后,球磨6小时。

[0120] (2) 利用蓝色天然颜料的基质的覆盖

[0121] 另一方面,在2L的烧杯中投入30重量份的涂敷有金属氧化物的薄片和22.5重量份的20体积百分比浓度的青黛颜料后,投入去离子水,以使总量成为500重量份,并在400rpm条件下进行分散,来形成了基质悬浮液。此时,在常温条件下进行反应。

[0122] 在上述基质悬浮液中慢慢滴定5体积百分比浓度的AlCl₃溶液,并搅拌10分钟,来将pH调节为7.0。然后,慢慢滴定5体积百分比浓度的CaCl₂溶液,并搅拌10分钟,来将pH调节为4.0。然后,慢慢滴定15体积百分比浓度的HCl溶液,并搅拌30分钟,来将pH调节为2.2。最后,慢慢滴定15体积百分比浓度的KOH溶液,并搅拌30分钟,来将pH调节为4.3。

[0123] 将青黛颜料涂敷于薄片后,搅拌约10分钟左右后,结束反应。

[0124] 在涂敷蓝色的青黛天然颜料后,进行水洗及脱水,并在80℃温度下进行干燥,来制备了涂敷有蓝色青黛颜料的蓝色光泽颜料。

[0125] 在结束干燥后,使用325目的筛子来进行筛选,从而去除在反应中生成的凝聚粒子。

[0126] 实施例4

[0127] 将金属氧化物涂敷于合成云母的红色的光泽颜料的制备

[0128] 将100g的粒子大小为5~50μm的合成云母的薄片(Flake)投入2L的去矿物质水后,搅拌而形成浆料。然后,将浆料加热至75℃后,当达到75℃温度时,添加HCl溶液,来将浆料的pH调节为3.5。

[0129] 接着,称重600g的FeCl₃溶液(FeCl₃含量为20.0重量百分比),以规定的速度滴定于浆料5小时,并利用10~50%的NaOH稀释液将pH维持在3.5。滴定后,回流10分钟后,利用10~30%的NaOH稀释液将pH调节为6.8。

[0130] 接着,称重400g的MgO·SiO₂溶液(MgO·SiO₂含量为15.0重量百分比)并将MgO·SiO₂溶液投入浆料中,以规定的速度滴定2小时,并利用HCl溶液将pH维持在6.8。添加HCl溶液,来将浆料的pH调节为3.5后,还搅拌15分钟来进行了回流。

[0131] 接着,称重570g的FeCl₃溶液(FeCl₃含量为20.0重量百分比)并将FeCl₃溶液投入浆料中,以规定的速度滴定5小时,并利用10~50%的NaOH稀释液将pH维持在3.5。滴定后,还搅拌30分钟来进行了回流。回流后,利用10~30%的NaOH稀释液将pH调节为8.0~8.5后,回流30分钟,并进行搅拌,然后过滤搅拌完的最终浆料并进行脱水,利用去矿物质水进行两次清洗,在120℃温度下,干燥10分钟来取得了作为粉末形态的残留物的中间产物。

[0132] 最终,在850℃温度下,使11g的上述粉末煅烧30分钟来取得了红色的光泽颜料粉末。

[0133] 实施例5

[0134] 将金属氧化物涂敷于玻璃鳞片的黄色(Yellow)颜料的制备

[0135] 在2L的烧杯中投入50重量份的粒度分布为40μm至250μm且厚度为5μm的玻璃鳞片后,投入去离子水,以使总量成为1000重量份,在300rpm条件下,进行分散,来形成基质悬浮液。

[0136] 之后,加热至75℃,并在上述基质悬浮液中使用5%浓度的盐酸,来将pH调节为1.9后,滴定20ml的11%浓度的SnCl₄溶液,并利用20%浓度的NaOH溶液将pH维持在1.9。

[0137] 结束滴定后,搅拌30分钟后,滴定100ml的20%浓度的TiCl₄溶液,并利用20%浓度的NaOH溶液将pH维持在1.9。

[0138] 反应结束后,搅拌30分钟后,水洗及脱水两次后,在90℃温度下,干燥2小时。

[0139] 进行干燥后,在550℃温度下,烧成30分钟后,使用200目的筛子进行筛选,从而去除在反应中生成的凝聚粒子。

[0140] 实施例6

[0141] 将金属氧化物涂敷于合成云母粒子的蓝色光泽颜料的制备

[0142] 为了制备在合成云母粒子涂敷有金属氧化物的蓝色光泽颜料,首先,对合成云母进行粉碎及分级,来取得了平均粒子分别为12μm的合成云母粒子。投入100重量份的上述合成云母粒子后,投入去离子水,以使总量成为1000重量份,并在300rpm条件下,进行分散,来形成了基质悬浮液。之后,加热至80℃。

[0143] 在上述基质悬浮液中使用5%浓度的盐酸,来将pH调节为2.2后,回流10分钟后,滴定30ml的30%SnCl₂溶液,并利用20%浓度的NaOH溶液将pH维持在2.2。

[0144] 结束滴定后,搅拌30分钟后,滴定120ml的40%浓度的TiOC₂溶液,并利用20%浓度的NaOH溶液将pH维持在2.2。

[0145] 结束滴定后,回流10分钟,然后利用20%浓度的NaOH水溶液来将pH调节为8。之后,利用10%的HC1水溶液将pH调节为1.7后,以与上述相同的条件投入SnCl₂和TiOC₂水溶液,观察根据二氧化钛的厚度依次呈现黄色(Yellow)、红色、紫蓝色、蓝色的变化,并在蓝色中终止反应。

[0146] 反应结束后,搅拌30分钟后,水洗及脱水两次后,在100℃温度下,干燥2小时。在电炉中以800℃进行烧成,来取得呈现高的彩度的蓝色颜料后,使用325目的筛子进行筛选,从而去除在反应中生成的凝聚粒子。

[0147] 适用例

[0148] 根据本发明的实施例制备的光泽颜料可利用为如睫毛膏、眼影、眼线液/眼线膏(液状、凝胶状)、指甲油等化妆品的颜料。

[0149] 表1至表5表示包含根据实施例制备的颜料的睫毛膏、眼影、液状眼线液、凝胶状眼线膏及指甲油的组合。

[0150] 表1

	原料名	含量
[0151]	鲸蜡硬脂醇	2.00
[0152]	聚乙二醇 (PEG) 20 硬脂酸甘油酯	1.50
	蜂蜡	11.00
	硬脂酸	8.00
	黑色氧化铁	3.00
	保鲜剂	0.50
	光泽颜料	7.00
	丁二醇	2.00
	丙烯酸酯共聚物	30.00
	聚乙烯醇	3.00
	三乙醇胺	3.00
	去离子水	29.00
	合计	100.00

[0153] 上述表1表示适用根据实施例1制备的颜料的睫毛膏的组合。

[0154] 表2

[0155]

原料名	含量
光泽颜料	10.0
滑石	68.40
云母	7.20
硬脂酸锌	5.40
二氧化硅	4.50
甲基丙烯酸甲酯共聚物	2.88
二氧化钛	1.44
肉豆蔻酸铝	0.09
三乙氧基辛基硅烷	0.05
聚二甲基硅氧烷	0.04
合计	100.00

[0156] 上述表2表示适用根据实施例2制备的眼影的组合。

[0157] 表3

[0158]

原料名	含量
去离子水	32.87
丁二醇	1.00
聚丙烯酸钠	1.00
乙二胺四乙酸二钠	0.03
黑色氧化铁	10.00
光泽颜料	14.00
二氧化硅	0.50
保鲜剂	0.30
硅油	2.00
辛酸/癸酸甘油三酯	2.00
二异硬脂醇苹果酸酯	2.00
鲸蜡硬脂醇橄榄油酸酯/山梨坦橄榄油酸酯	2.00
月桂醇聚氧乙烯醚	2.00
保鲜剂	0.30
丙烯酸酯共聚物	30.00
合计	100.00

[0159] 上述表3表示适用根据实施例3制备的颜料的液状眼线液的组合。表4

[0160]

原料名	含量
地蜡	18.00
聚丙烯酸钠	3.00
硅基丙烯酸酯	2.00
环甲基硅油	10.70
硅油	3.00
保鲜剂	0.30
异十二烷	10.00
辛酸/癸酸甘油三酯/司拉氯铵水辉石/碳酸丙烯	33.00

[0161]

酯	
光泽颜料	20.00
合计	100.00

[0162] 上述表4表示适用根据实施例4制备的颜料的凝胶状眼线膏的组合。

[0163] 表5

[0164]

原料名	含量
-----	----

光泽颜料	3.00
硝化纤维素(1/2秒)	10.00
醇酸树脂	10.00
乙酰柠檬酸三丁酯	2.00
乙酸乙酯	20.00
醋酸丁酯	15.00
乙醇	5.00
甲苯	35.00
合计	100.00

[0165] 上述表5表示适用根据实施例5制备的颜料的指甲油的组合。

[0166] 在表6中,表示以在上述表1至表5中记载的组合来制备的睫毛膏、眼影、液状眼线液、凝胶状眼线膏、指甲油的涂敷性、遮蔽力、颜色、无光泽感等特性。

[0167]

区分	化妆品种类	涂敷性	遮蔽力	颜色	无光泽感
实施例1	睫毛膏	◎	◎	◎	◎
实施例2	眼影	◎	◎	◎	◎
实施例3	眼线液(液状型)	◎	◎	◎	◎
实施例4	眼线膏(凝胶型)	◎	◎	◎	◎
实施例5	指甲油	◎	◎	◎	◎

[0168] × (60分以下) : 差

[0169] Δ (60~69分) : 中间

[0170] ○ (70~79分) : 比较好

[0171] ◎ (80~89分) : 优秀

[0172] ◉ (90~100分) : 非常优秀

[0173] 在上述表6中,为了评价各个产品的涂敷性、遮蔽力、颜色、无光泽感,以年龄在20~40岁的40位女性小组为对象,针对化妆品的使用感等实施感官评价(0~100分)并进行评分,对其平均值所属区间进行评价来表示。

[0174] 参考上述表6可以确认,在使用根据实施例制备的颜料作为化妆品颜料的情况下,则表示出涂敷性、遮蔽力、透明感及优秀的颜色。这意味着在本发明的光泽颜料的情况下,可以维持与通常使用的化妆颜料同等以上功能。

[0175] 以上,以本发明的实施例为中心进行了说明,但在本发明所属技术领域的普通技术人员可进行多种变更或变形。在不脱离本发明提供的技术思想的范围内,这种变更和变形可属于本发明。因此,本发明的发明要求保护范围需要由在以上记载的发明要求保护范围进行判断。