

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5881750号  
(P5881750)

(45) 発行日 平成28年3月9日(2016.3.9)

(24) 登録日 平成28年2月12日(2016.2.12)

(51) Int.Cl.	F 1
C09C 3/06	(2006.01) C09C 3/06
C09C 1/40	(2006.01) C09C 1/40
C09C 1/24	(2006.01) C09C 1/24
C09C 1/46	(2006.01) C09C 1/46
C09C 1/28	(2006.01) C09C 1/28

請求項の数 18 (全 29 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2013-558160 (P2013-558160)
(86) (22) 出願日	平成24年3月15日 (2012.3.15)
(65) 公表番号	特表2014-508211 (P2014-508211A)
(43) 公表日	平成26年4月3日 (2014.4.3)
(86) 國際出願番号	PCT/US2012/029172
(87) 國際公開番号	W02012/125789
(87) 國際公開日	平成24年9月20日 (2012.9.20)
審査請求日	平成27年3月12日 (2015.3.12)
(31) 優先権主張番号	13/419,772
(32) 優先日	平成24年3月14日 (2012.3.14)
(33) 優先権主張国	米国(US)
(31) 優先権主張番号	61/452,804
(32) 優先日	平成23年3月15日 (2011.3.15)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	505470786 ビーエーエスエフ コーポレーション アメリカ合衆国、ニュージャージー州、O 7932、フローラム パーク、パーク アヴェニュー、100
(74) 代理人	100068618 弁理士 粟 経夫
(74) 代理人	100104145 弁理士 宮崎 嘉夫
(74) 代理人	100104385 弁理士 加藤 勉
(74) 代理人	100163360 弁理士 伴 知篤

早期審査対象出願

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 黒色エフェクト顔料

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

a ) 基材上の少なくとも  $S_{n}O_2$  及び / 又は水和  $S_{n}O_2$  からなる部分層b ) 少なくとも  $Fe_3O_4$  からなる部分層

及び

c ) 所望により、金属酸化物からなる更なる層、

を含む黒色エフェクト顔料であり、

前記少なくとも  $Fe_3O_4$  からなる部分層は、更に水酸化第二鉄及び  $Fe_2O_3$  を含み得、そして前記  $S_{n}O_2$  及び / 又は水和  $S_{n}O_2$  は、0.5乃至4質量%の範囲であり、且つ、前記  $Fe_3O_4$  が18.4乃至約70質量%の範囲であり、そして

該質量%は、黒色エフェクト顔料の全質量に基づいている、

黒色エフェクト顔料。

## 【請求項 2】

前記  $S_{n}O_2$  及び / 又は水和  $S_{n}O_2$  層及び / 又は前記  $Fe_3O_4$  層が、基材上に連続コーティング又は連続層を、カプセル化しているか又は形成している、請求項 1 に記載の黒色エフェクト顔料。

## 【請求項 3】

更なる層c)が、 $SiO_2$ 、 $TiO_2$ 、 $ZrO_2$ 、 $Al_2O_3$  及び  $ZnO$  からなる金属酸化物群から選択される、請求項 1 に記載の顔料。

10

20

## 【請求項 4】

前記金属酸化物が  $\text{SiO}_2$  又は  $\text{TiO}_2$  である、請求項 3 に記載の顔料。

## 【請求項 5】

前記顔料が、金属酸化物層 c ) を含み、且つ、該金属酸化物層が透明である、請求項 1 に記載の顔料。

## 【請求項 6】

前記基材が、酸化アルミニウム、板状ガラス、パーライト、アルミニウム、天然マイカ、合成マイカ、オキシ塩化ビスマス、板状酸化鉄、板状グラファイト、ブロンズ、ステンレス鋼、天然パール、窒化ホウ素、二酸化ケイ素、銅フレーク、銅合金フレーク、亜鉛フレーク、亜鉛合金フレーク、酸化亜鉛、エナメル、カオリン (china clay)、磁器、酸化チタン、二酸化チタン、亜酸化チタン、ゼオライト、カオリン、ゼオライト及びそれらの組み合わせからなる群から選択される、請求項 1 に記載の顔料。 10

## 【請求項 7】

前記基材が、天然マイカ、合成マイカ、パーライト、板状ガラス及びアルミニウムからなる群から選択される、請求項 1 に記載の顔料。

## 【請求項 8】

前記基材が、マイカ又は合成マイカである、請求項 1 に記載の顔料。

## 【請求項 9】

前記  $\text{SnO}_2$  及び  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  が、同一層中に存在する、請求項 1 に記載の顔料。

## 【請求項 10】

前記  $\text{SnO}_2$  及び  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  が、二つの分離層中に存在する、請求項 1 に記載の顔料。 20

## 【請求項 11】

以下の層構造：

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 + \text{Fe}_3\text{O}_4$  (同一層)、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 + \text{Fe}_3\text{O}_4$  (同一層) /  $\text{SiO}_2$ 、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4$ 、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{SiO}_2$ 、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{TiO}_2$ 、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{ZnO}_2$ 、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{ZrO}_2$ 、 30

基材 /  $\text{TiO}_2 + \text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{SiO}_2$ 、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{TiO}_2 + \text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{SiO}_2$ 、

基材 /  $\text{TiO}_2 + \text{SnO}_2 / \text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{SiO}_2$ 、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{TiO}_2 + \text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{SiO}_2$  /  $\text{SiO}_2$ 、

基材 /  $\text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{SiO}_2 / \text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{SiO}_2$  /  $\text{SiO}_2$ 、

基材 /  $\text{SiO}_2 / \text{SnO}_2$  及び / 又は水和  $\text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{TiO}_2$ 、又は

基材 /  $\text{SnO}_2 / \text{TiO}_2 / \text{SnO}_2 / \text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{SiO}_2$  を有し、

前記基材は、酸化アルミニウム、板状ガラス、パーライト、アルミニウム、天然マイカ、合成マイカ、オキシ塩化ビスマス、板状酸化鉄、板状グラファイト、ブロンズ、ステンレス鋼、天然パール、窒化ホウ素、二酸化ケイ素、銅フレーク、銅合金フレーク、亜鉛フレーク、亜鉛合金フレーク、酸化亜鉛、エナメル、カオリン (china clay)、磁器、酸化チタン、二酸化チタン、亜酸化チタン、ゼオライト、カオリン、ゼオライト及びそれらの組み合わせからなる群から選択される、請求項 1 に記載の顔料。 40

## 【請求項 12】

請求項 1 に記載の黒色エフェクト顔料を含有するペイント、コーティング、粉末コーティング、印刷インキ、レーザーマーキング顔料、化粧品配合物、顔料組成物又は乾燥調合物。

## 【請求項 13】

請求項 1 に記載の黒色エフェクト顔料を含む、化粧料配合物。

【請求項 1 4】

約 10 乃至約 90 w t % の化粧品に適するキャリヤ材料を更に含む、請求項 1 3 に記載の化粧料配合物。

【請求項 1 5】

前記配合物が、コンシーラースティック、ファンデーション、舞台用メイクアップ、マスカラ、ケーキマスカラ、クリームマスカラ、アイシャドウ、リキッドアイシャドウ、ポマードアイシャドウ、パウダーアイシャドウ、スティックアイシャドウ、圧縮（プレスド）アイシャドウ、クリームアイシャドウ、ヘアカラー、リップスティック、リップグロス、コールペンシル、アイライナー、頬紅、アイブロウペンシル、クリームパウダー、ネイルエナメル、スキングロッサースティック、ヘアスプレー、フェイスパウダー、レッグメイクアップ、虫よけローション、ネイルエナメルリムーバー、香水ローション、シャンプー、ゲルシャンプー、リキッドシャンプー、シェービングクリーム、エアロゾルシェービングクリーム、ブラシレスシェービングクリーム、泡立ちシェービングクリーム、整髪用品、コロンスティック、コロン、コロンエモリエント、バブルバス、ボディローション、保湿ボディローション、洗浄ボディローション、鎮痛ボディローション、収斂ボディローション、アフターシェーブローション、アフターバスマイルク及びサンスクリーンローションから成る群から選択される化粧品である、請求項 1 3 に記載の化粧料配合物。 10

【請求項 1 6】

少なくとも部分的に  $SnO_2$  コート又は  $SnO_2$  層化され、更に水和  $SnO_2$  コートを含み得る基材上に、水酸化第二鉄又は酸化第二鉄を更に含み得る  $Fe_3O_4$  コーティング又は  $Fe_3O_4$  層を適用する工程、並びに 20

所望により更なる金属酸化物コーティングを適用する工程、を含む、

請求項 1 に記載の黒色エフェクト顔料を製造する方法。

【請求項 1 7】

前記基材が、酸化アルミニウム、板状ガラス、パーライト、アルミニウム、天然マイカ、合成マイカ、オキシ塩化ビスマス、板状酸化鉄、板状グラファイト、板状シリカ、プロンズ、ステンレス鋼、天然パール、窒化ホウ素、銅フレーク、銅合金フレーク、亜鉛フレーク、亜鉛合金フレーク、酸化亜鉛、エナメル、カオリン（china clay）、磁器、酸化チタン、二酸化チタン、亜酸化チタン、ゼオライト、カオリン及びそれらの組み合わせからなる群から選択される、請求項 1 6 に記載の方法。 30

【請求項 1 8】

a ) 0.5 乃至 4 質量 % の  $SnO_2$  又は水和  $SnO_2$  で基材を少なくとも部分的にコーティングする工程、

b ) 工程 a ) の少なくとも部分的にコーティングされた基材に、18.4 乃至 70 質量 % の  $Fe_3O_4$  を適用する工程、及び

c ) 所望により、更に金属酸化物コーティングを適用する工程、  
を含み、そして

該質量 % がコーティングされた基材の全質量に基づく、

基材に  $Fe_3O_4$  の付着を増加させる方法。 40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本出願は、2011年3月15日に出願された米国特許仮出願第 61/452,804 号（その全体が参照により本明細書に援用される）の利益を主張するものである。

【背景技術】

【0002】

真珠光沢顔料又は真珠箔としても既知であるエフェクト顔料は、真珠光沢、金属光沢及び/又は虹色に迫るマルチカラー効果を材料に対して与える為に使用される。例えば、フレーク形態基材をベースとする黒色エフェクト顔料は、化粧品において特に関心を集める

。  $Fe_3O_4$  - ベースのエフェクト顔料を含む初期の黒色エフェクト顔料の一つは、化粧品用途に認可されている。

【0003】

米国特許第3,926,659号明細書、米国特許第7,303,622号明細書及び米国特許出願公開第2007/0032573号明細書は、 $Fe_3O_4$  ベースのエフェクト顔料を開示する。

【0004】

$Fe_3O_4$  ベースのエフェクト顔料は非常に安定な傾向があり、カーマインなどの多くのカラーベースの顔料のように分解されない。しかしながら、 $Fe_3O_4$  ベースのエフェクト顔料は、通常、満足な黒色を提供できない。

10

【0005】

加えて、 $Fe_3O_4$  は、板状基材に十分に結合しない。例えば、マイカ及びパーライトなどの基材への $Fe_3O_4$  付着は弱い。従って、 $Fe_3O_4$  コートされた基材を、例えばラッカー中に製品の手練りといった機械的せん断にひとたび晒すと、 $Fe_3O_4$  コーティング又は層は容易に基材表面から除去される。基材からのこの $Fe_3O_4$  コート又は層の除去は、“汚染”問題を引き起こし得る。

【0006】

従って、当業者において、改善された暗さと改善された板状基材への付着を備える黒色エフェクト顔料組成物に対する継続した要求が存在する。

20

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者らは、 $Fe_3O_4$  ベースのエフェクト顔料におけるいくつかのこれらの弱点が、本書に開示される種々の実施態様を用いて対処できることを開示する。

【0008】

この開示の第一の実施態様は、

- ・新規な黒色エフェクト顔料
- ・本発明の黒色エフェクト顔料を含有するペイント、コーティング、印刷インキ、化粧品配合物、レーザーマーキング、顔料組成物又は乾燥調合物、特に化粧品配合物
- ・前記黒色エフェクト顔料の製造方法、及び
- ・基材への $Fe_3O_4$  の付着を増加させる方法

30

を対象とする。

【0009】

従って本発明は、

a) 基材上の少なくとも $SnO_2$  及び / 又は水和 $SnO_2$  からなる部分層

b) 少なくとも $Fe_3O_4$  からなる部分層

及び

c) 所望により、金属酸化物からなる更なる層、該金属酸化物層は透明である、を含み、

前記少なくとも $Fe_3O_4$  からなる部分層は、更に水酸化第二鉄及び $Fe_2O_3$  を含み得る、

40

黒色エフェクト顔料を対象とする。

【0010】

本発明の黒色エフェクト顔料を含有するペイント、コーティング、印刷インキ、化粧品配合物、レーザーマーキング、顔料組成物又は乾燥調合物、特に化粧品配合物は、本開示の重要な実施態様である。

【0011】

黒色エフェクト顔料を製造する方法は、少なくとも部分的にコート又は層化された $SnO_2$  コートされた基材上に、 $Fe_3O_4$  のコーティング又は層を適用する工程、並びに所望により更なる金属酸化物コーティングを適用する工程を含む。

50

## 【0012】

あるいはこの方法は、その後の  $Fe_3O_4$  沈着のための基材の前処理のための  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  の使用として表現され得る。

## 【0013】

基材への  $Fe_3O_4$  の付着を増加させる方法は、

a ) 基材を  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  で少なくとも部分的にコーティングする工程、

b ) 工程 a ) で少なくとも部分的にコートされた基材へ  $Fe_3O_4$  を適用する工程、及び  
c ) 所望により、更に金属酸化物コーティングを適用する工程を含み、

前記  $Fe_3O_4$  からなる部分層は更に水酸化第二鉄及び  $Fe_2O_3$  を含み得る。 10

## 【0014】

あるいは、この方法は、その後の  $Fe_3O_4$  層のための、基材上の接着促進剤としての  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  の使用として表現され得る。

## 【0015】

図1乃至図4は、酸化スズにより処理され、 $Fe_3O_4$  が沈着してなるマイカの図である。黒い点が  $Fe_3O_4$  を示す。写真1 - 4は、倍率400倍にて、ニコンLV-100で撮影した。写真5は倍率100倍で撮影した。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0016】

【図1】図1は、マイカ上の0.39wt%の  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  層と、39wt%の  $Fe_3O_4$  層を示す。 20

【図2】図2は、マイカ上の3.2wt%の  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  層と、31wt%の  $Fe_3O_4$  層を示す。

【図3】図3は、マイカ上の2.6wt%の  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  層と、40wt%の  $Fe_3O_4$  層を示す。

【図4】図4は、マイカ上の1.92wt%の  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  層と、18.4wt%の  $Fe_3O_4$  層を示す。

【図5】図5は、マイカ上の、25wt%の  $Fe_3O_4$  層を示す。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0017】

定義

この開示のために、用語“基材”は板状の無機物又は有機物の処理された又は処理されていない材料を意味する。例えば、そのような板状材料としては、酸化アルミニウム、板状ガラス、パーライト、アルミニウム、天然マイカ、合成マイカ、オキシ塩化ビスマス、板状酸化鉄、板状グラファイト、板状シリカ、ブロンズ、ステンレス鋼、天然パール、窒化ホウ素、銅フレーク、銅合金フレーク、亜鉛フレーク、亜鉛合金フレーク、酸化亜鉛、エナメル、カオリン(china clay)、磁器、酸化チタン、板状二酸化チタン、亜酸化チタン、カオリン、ゼオライト及びそれらの組み合わせが挙げられる。

## 【0018】

上記に定義したとおり、基材は処理又は未処理であり得る。例えば基材は、シリコーン及びカップリング剤などのような剤で実質的に処理され得る。あるいは、基材は、少なくとも  $SnO_2$  及び  $Fe_3O_4$  からなる部分コーティングを適用する前に、表面を平坦にするために機械的処理をされ得、又は表面を活性化するためにプラズマ又は放射線処理され得る。 40

## 【0019】

好ましい実施態様において、基材は天然マイカ、合成マイカ、パーライト、板状ガラス、オキシ塩化ビスマス及びアルミニウムからなる群から選択され得る。天然マイカ(天然又は合成)が特に重要である。

## 【0020】

本明細書に使用される記述“板状”は当業界でよく理解される。用語“板状”は、フレ 50

ーク、フレーク状、プレート状、プレートレット、及び片状 (f l a k y) と同じ意味で使用され得る。

【0021】

用語“黒色”が使用されるとき、これは実質上黒色であることを意味する。

【0022】

黒色が十分な黒色度によって、すなわち低L値、及び“a”及び“b”値がゼロ点周囲にあることによって区別されることが、本開示の目的に関して、“実質的に黒色”を意味する。黒色は、金、赤、緑などの他色のオーバートーンを含み得る。定義された“a”及び“b”値の調整は、金、緑赤又は青がかった色を有する黒色干渉顔料を得ることを可能にする。

10

【0023】

フレーズ“少なくとも部分層又は部分コーティング”は、 $\text{SnO}_2$ 、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 又は任意の金属酸化物コーティング、層又はスタック（積み重ね）を言及し、コーティングが不完全又は部分的であり得ること、すなわち、板状表面の全ては完全な連続層でカバーされでおらず、板状表面の一部のみをカバーしていることを意味する。

【0024】

本明細書に記載されたありとあらゆる特許、特許出願、及び本書に記載された刊行物の開示は、それら全体が参考することにより本明細書に援用される。

【0025】

基材

20

上述したように、板状基材は有機物又は無機物であり得、但し好ましくは無機物である。

【0026】

基材はさらに多くの方法で特徴づけられ得る。例えば、板状基材の直径は、約0.1乃至約350ミクロン、好ましくは約5乃至約250ミクロン、そして最も好ましくは約1乃至約150ミクロンの範囲であり得る。

【0027】

板状基材はまた、それぞれが異なる粒子サイズを有する、同一の又は異なる基材の混合物であり得る。基材混合物は、2、3又はそれ以上の異なる基材から構成され得る。好ましいのは一種の基材であり、例えば天然マイカ又は合成マイカである。

30

【0028】

$\text{SnO}_2$

重要な実施態様において、 $\text{SnO}_2$ 及び/又は水和 $\text{SnO}_2$ は部分的又は完全に基材をコートし得、部分的にコートされた又は完全にコートされた基材は隣接し、少なくとも $\text{Fe}_3\text{O}_4$ からなる部分コーティング又は部分層で直接コートされる。

【0029】

$\text{SnO}_2$ コーティング又は層は、基材に直接影響を与えるかどうかはわからない。しかし $\text{SnO}_2$ コーティング又は層は、少なくともひとつの $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 層、スタック又はコーティングと直接接觸する。

【0030】

別の重要な実施態様は板状基材であり、特にマイカは $\text{SnO}_2$ をシード（播種）され得、隣接する $\text{TiO}_2$ 層が続き得る。従って、 $\text{SnO}_2$ を含む $\text{TiO}_2$ 層は、その上に $\text{Fe}_3\text{O}_4$ コーティングが適用される、隣接層として使用され得る。

40

【0031】

しかしながら、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ コーティング層に影響を与える $\text{SnO}_2$ コーティング又は層は、 $\text{TiO}_2$ コーティング又は層に取り込まれていないことが好ましい。

【0032】

板状表面上の沈着に要求される $\text{SnO}_2$ 及び/又は水和 $\text{SnO}_2$ 化合物量は様々である。しかし概して、酸化スズ及び/又はそれらの水和物の最少量は、エフェクト顔料の総質量に基いて、少なくとも約0.01wt%、好ましくは約0.1wt%、そして最も好ま

50

しくは約0.5wt%のSnO<sub>2</sub>及び/又はそれらの水和物の範囲である。

【0033】

従って、エフェクト顔料wt%として、SnO<sub>2</sub>及び/又は水和SnO<sub>2</sub>の量は、エフェクト顔料の総質量に基いて、少なくとも0.01乃至20wt%、好ましくは0.1乃至10wt%、そして最も好ましくは0.5乃至4wt%である。

【0034】

本黒色エフェクト顔料の有利点の一つは、基材上、特にマイカ又は合成マイカ上の、少なくとも部分的なSnO<sub>2</sub>又は少なくとも部分的な水和SnO<sub>2</sub>のコーティングが、隣接するFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>層又はコーティングの適用に関して、より改善された基材表面をもたらすことである。これは、基材と結合していないFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>粒子よりむしろ、板状基材に付着する大量のFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>をもたらす。これは、ほとんど汚染点を伴わない、より真の、より深い黒色エフェクト顔料であって、低濃度で効果的であるエフェクト顔料を与える。

10

【0035】

従って、その後のFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>沈着のための基材の前処理のためのSnO<sub>2</sub>及び/又は水和SnO<sub>2</sub>の使用（前記基材は酸化アルミニウム、板状ガラス、パーライト、アルミニウム、天然マイカ、合成マイカ、オキシ塩化ビスマス、板状酸化鉄、板状グラファイト、ブロンズ、ステンレス鋼、天然パール、窒化ホウ素、二酸化ケイ素、銅フレーク、銅合金フレーク、亜鉛フレーク、亜鉛合金フレーク、酸化亜鉛、エナメル、カオリン（china clay）、磁器、酸化チタン、二酸化チタン、亜酸化チタン、ゼオライト、カオリン、ゼオライト及びそれらの組み合わせ、最も好ましくは天然マイカ、合成マイカ、パーライト、板状ガラス及びアルミニウム、最も好ましくは天然マイカ又は合成マイカからなる群から選択される）は、本開示の重要な実施態様である。

20

【0036】

様々なスズ塩が酸化スズ及び/又は酸化スズ水和物化合物の源として使用され得、第1スズ又は第2スズ塩のいずれもが適用可能である。多くのスズ化合物は、溶液は希釀剤によって容易に加水分解（水和）され、プラスに帶電してなる高コロイド懸濁液を形成するという特徴がある。酸化スズ化合物の核をなす表面の不溶化は、熱によって、又は分離したフレークの乾燥によって、又は比較的高い温度にスラリーを加熱することによって、容易にもたらされる。

30

【0037】

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>マグネタイト層又はFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>層は、適切な板状基材上に、湿式化学法、化学気相蒸着法（CVD）、物理気相蒸着法（PVD）によって、直接的に沈着され得る。あるいは、板状基材は、まず酸化鉄（III）でコートされ、続いて酸化鉄（II）を含む層に還元される。

【0038】

基材上にFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>が形成又は沈着する際、少量の水酸化第二鉄及びFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が形成され、おそらくそれも存在している点が重要である。

【0039】

概してFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>含有コーティングは、本発明の黒色エフェクト顔料の総質量の、約20乃至約70wt%、好ましくは約25乃至約65wt%、約35乃至約60wt%の範囲である。

40

【0040】

SnO<sub>2</sub>及び/又は水和SnO<sub>2</sub>層及び/又はFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>層を含む黒色エフェクト顔料は、基材に連続コーティング又は層をカプセル化し得るか又は形成し得る。どちらのコーティングが部分的であることは必要でない。

【0041】

金属酸化物コーティング

本発明の別の実施態様は、基材表面へのFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>の付着が、更なる金属酸化物コーティングを用いてさらに改善され得る。このコーティングは、内部のFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>層のための

50

外部保護層として、あるいは、せん断による除去から  $Fe_3O_4$  層を保護する層として機能し得る。この更なる金属酸化物コーティングはまた、更なる酸化から  $Fe_3O_4$  を保護し得る。

【0042】

更なる金属酸化物層は、エフェクト顔料を作る下層の  $Fe_3O_4$  層を、皮膚及び化粧品用途により適合するものにする。

【0043】

この更なる保護層は、実質的にあらゆる金属酸化物から、好ましくは透明な金属酸化物から選択され得る。例えば、 $SiO_2$ 、 $TiO_2$ 、 $ZrO_2$ 、 $Al_2O_3$  及び  $ZnO_2$  などの金属酸化物が想定される。

10

【0044】

更なる金属層 c ) に関する好ましい実施態様は、 $SiO_2$ 、 $TiO_2$  及び  $ZrO_2$ 、最も好ましくは  $SiO_2$  及び  $TiO_2$ 、特に  $SiO_2$  からなる群から選択される。

【0045】

この更なる保護層又は金属酸化物外部層は、約 1 nm 乃至約 350 nm、好ましくは約 5 nm 乃至約 100 nm、そして特に 10 乃至約 100 nm の範囲であり得る。

【0046】

これまで説明された実施態様は 3 層、すなわち、a)  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  層又はコーティング、b)  $Fe_3O_4$  層又はコーティング、そして c) 更なる金属酸化物層であるが、本発明の黒色エフェクト顔料はこれら 3 層に限定されない。他のバリエーションが可能である。例えば、以下の層順序の干渉顔料が想定されるが、限定されるものではない：

20

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  +  $Fe_3O_4$  ( 同一層 ) 、

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  +  $Fe_3O_4$  ( 同一層 ) /  $SiO_2$  、

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  、

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $SiO_2$  、

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $TiO_2$  、

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $ZnO_2$  、

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $ZrO_2$  、

基材 /  $TiO_2$  +  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $SiO_2$  、

30

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $TiO_2$  +  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $SiO_2$  、

基材 /  $TiO_2$  +  $SnO_2$  /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $SiO_2$  、

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $TiO_2$  +  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $SiO_2$  、

基材 /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $SiO_2$  /  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $SiO_2$  、

基材 /  $SiO_2$  /  $SnO_2$  及び / 又は水和  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $TiO_2$  、

基材 /  $SnO_2$  /  $TiO_2$  /  $SnO_2$  /  $Fe_3O_4$  /  $SiO_2$  、

前記基材は、酸化アルミニウム、板状ガラス、パーライト、アルミニウム、天然マイカ、合成マイカ、オキシ塩化ビスマス、板状酸化鉄、板状グラファイト、ブロンズ、ステンレス鋼、天然パール、窒化ホウ素、二酸化ケイ素、銅フレーク、銅合金フレーク、亜鉛フレーク、亜鉛合金フレーク、酸化亜鉛、エナメル、カオリン ( *china clay* ) 、磁器、酸化チタン、二酸化チタン、亜酸化チタン、ゼオライト、カオリン、ホウケイ酸塩及びそれらの組み合わせからなる群から選択され、好ましくは天然マイカ、合成マイカ、パーライト、板状ガラス及びアルミニウムからなる群から選択され、最も好ましくは天然マイカ又は合成マイカである。

40

【0047】

上述したように、本発明の黒色エフェクト顔料はまた一つの層中に存在する  $SnO_2$  と  $Fe_3O_4$ 、又は 2 つの分離層中に存在する  $SnO_2$  と  $Fe_3O_4$  を具体化する。

【0048】

50

## 黒色エフェクト顔料の製造

本願の顔料組成物に有用なエフェクト顔料は、当業者に既知のいかなる工程によって形成し得る。一例として、金属酸化物を薄層状の板状基材粒子上に沈殿させ、その後、コートされた粒子を焼成して、金属酸化物コートされたフレーク形態顔料を得ることによって、達成可能である。

### 【0049】

一般に、エフェクト顔料の製造手順は、基材、特に板状基材を分散させ、その分散液を前駆体と組み合わせ、基材上に前駆体の酸化物の沈着をもたらすことを含む。例えば、酸化チタンの場合、塩化チタニル又は四塩化チタンが前駆体として使用され得る。酸化鉄の場合、前駆体原料は硫酸第一鉄であり得、酸化スズ及び/又はそれらの水和物の場合、前駆体は  $\text{SnCl}_2$  であり得る。得られるスラリーの pH は、板状基材上に酸化鉄の沈殿を引き起こすために、鉄塩の添加の間、水酸化ナトリウムなどの適切な塩基の使用によって、適正なレベルに維持される。所望により、酸化チタン、酸化ケイ素、 $\text{SnO}_2$  及び酸化鉄（又は他の金属）の更なる層が続いて沈着され得る。

10

### 【0050】

別のコーティング手順、例えば、化学気相蒸着法（CVD）又は物理気相蒸着法（PVD）もまた、本願組成物に有用なエフェクト顔料の製造に使用され得る。

### 【0051】

従って、実質的に黒色エフェクト顔料の製造方法は、少なくとも部分的にコート又は層化された  $\text{SnO}_2$  又は水和  $\text{SnO}_2$  コートされた基材上に、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$  のコーティング又は層を適用する工程、並びに所望により更なる金属酸化物コーティングを適用する工程を含む。

20

### 【0052】

湿式化学法は特に重要である。基材は、液体中、特に、加水分解に適切な pH で添加される一種以上の加水分解性金属塩を含む水中に、通常懸濁又は分散される。pH は、金属酸化物又は酸化金属水和物が第二の沈殿の発生なしにフレーク上に直接沈殿するように、選択される。pH は塩基の酸性を同時に計測することによって、一定に保たれる。

### 【0053】

本発明の黒色エフェクト顔料の場合、 $\text{SnO}_2$  及び/又は水和  $\text{SnO}_2$  処理された板状基材は、塩基性 pH で、還元性条件の有無にかかわらず、 $\text{Fe}_2\text{SO}_4$  などの加水分解性鉄塩が存在する液体中に分散され得る。

30

### 【0054】

$\text{SnO}_2$  及び/又は水和  $\text{SnO}_2$  の板状基材への沈殿は、乾燥又は焼成とは分離して実施され得、続いて  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  層が形成される。あるいは、酸化スズ及び/又はそれらの水和物コーティングは、酸性条件下で、乾燥又は焼成工程なしに一工程で適用され得、続いて塩基性の還元又は非還元条件下で、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$  沈着がなされる。

### 【0055】

本発明はまた、例えばマイカ又は合成マイカなどの、板状基板に対する  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  の付着を改善する、新規な方法又は使用を対象とする。

### 【0056】

40

該方法は、基材への  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  の付着を増加させ、

a) 基材、特にマイカ（合成又は天然）を  $\text{SnO}_2$  及び/又は水和  $\text{SnO}_2$  で少なくとも部分的にコーティングする工程、

b) 工程 a) で少なくとも部分的にコートされた基材へ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  を適用する工程、及び

c) 所望により、更に金属酸化物コーティングを適用する工程を含み、

前記  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  からなる部分層は更に水酸化第二鉄及び  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  を含み得る。

### 【0057】

本発明の黒色エフェクト顔料は、疎水性又は親水性特性をエフェクト顔料に与えるために更にコートされ得る。そのような処理は、配合物の相溶性を改善し得、又は、肌への顔料の感触や肌触りを改善し得る。例えば、米国特許出願公開第 2008/0213322

50

号明細書は、顔料の疎水性を増加させるためのセチルジメチコンを用いたエフェクト顔料のコーティングを記載する。疎水性処理の他の例は、可能なコーティング剤のいくつかの例を挙げると、シクロテトラジメチルシロキサン、シクロペンタジメチルシロキサン、シクロヘキサジメチルシロキサン、ジメチルシロキサン／メチルオクチルシロキサンのシクロコポリマー、ヘキシルヘプタメチルトリシロキサン、ラウロイルリジン、及びオクチルヘプタメチルトリシロキサンを用いた顔料の処理が含まれ得る。

【0058】

本発明の黒色エフェクト顔料の適用

本発明のエフェクト顔料は、あらゆる慣用の用途に使用可能であり、例えば、大量のポリマーの着色、コーティング（自動車部門など向けのエフェクト仕上げを含む）及びプリントインキ（オフセット印刷、凹版印刷、グラビア印刷、ブロンズ処理及びフレキソ印刷を含む）、及びまた化粧品用途、インクジェット用途、テキスタイル染色用途、並びにペーパー及びプラスティックスのレーザーマーキング用途が挙げられる。前記用途は、参考文献から知られており、例えば“インダストリアレ オーガニッ Sche ピグメンテ（Industrielle Organische Pigmente）”（W. ハーブスト及びK. ハンガー, VCH ヴェルラングシゲゼルシャフト mbH, ヴァインハイム / ニューヨーク, 2nd, 完全改訂版, 1995）。

【0059】

本発明の黒色エフェクト顔料を含むペイント、コーティング、印刷インキ、プラスティック、化粧品配合物、レーザーマーキング、顔料組成物又は乾燥調合物、特に化粧品配合物は、本開示の重要な実施態様である。

【0060】

一つの実施態様において、組成物は化粧品組成物の一部である。化粧品組成物の形態は、クリーム、エマルジョン、フォーム、ゲル、ローション、ミルク、ムース、軟膏、ペースト、パウダー、スプレー又は懸濁液などの、化粧品に通常使用されるいかなる形態であり得る。化粧品組成物は、コンシーラースティック、ファンデーション、舞台用メイクアップ、マスカラ（ケーキ又はクリーム）、アイシャドウ（リキッド、ポマード、パウダー、スティック、圧縮（プレスド）又はクリーム）、ヘアカラー、リップスティック、リップグロス、コールペンシル、アイライナー、頬紅、アイブロウペンシル及びクリームパウダーなどの、肌、毛髪、眼又は唇に使用されるいかなる着色化粧品であり得る。他の例示的化粧品組成物は、ネイルエナメル、スキングロッサースティック、ヘアスプレー、フェイスパウダー、レッグメイクアップ、防虫ローション、ネイルエナメルリムーバー、香水ローション、及びあらゆるタイプのシャンプー（ゲル又はリキッド）などが挙げられ、但しこれらに限定されない。加えて、本願組成物は、シェーピングクリーム（エアロゾル、プラスレス、泡立ち用に濃縮される）、整髪、コロンスティック、コロン、コロンエモリエント、バブルバス、ボディローション（保湿、洗浄、鎮痛、収斂）、アフターシェーブローション、アフターバスマイルク及びサンスクリーンローションに使用可能である。化粧品用途の報告に関して、コスメティックス：サイエンス及びテクノロジー，第二版，M. S. バルサム及びエドワード サガーリン編，ウィリー・インターライエンス（1972）、及びデナバレー（de Navarre），化粧品ケミストリー及びサイエンス，第二版，第1及び2巻（1962），ファン ノストランド社，第3及び4巻（1975），コンチネンタルプレスを参照のこと、これらは参考することにより援用される。

【0061】

化粧品組成物は所望により少なくとも一種の化粧品に許容される助剤を含む。化粧品に許容される助剤としては、キャリヤ（担体）、賦形剤、乳化剤、界面活性剤、防腐剤、香料、香油、増粘剤、ポリマー、ゲル化剤、染料、吸収顔料、光保護剤、稠度調整剤、抗酸化剤、消泡剤、帯電防止剤、樹脂、溶媒、溶解促進剤、中和剤、安定剤、殺菌剤、推進剤、乾燥剤、乳白剤、化粧品活性成分、ヘアーポリマー、ヘアーリンス、スキンコンディショナー、グラフトポリマー、水溶性又は分散性シリコン含有ポリマー、漂白剤、ケア剤、着色剤（colorants）、着色剤（tinting agents）、タンニング（dyeing）

10

20

30

40

50

焼け)剤、保湿剤、脂化剤、コラーゲン、タンパク質加水分解物、脂質、軟化剤及び柔軟剤、着色剤、日焼け剤、漂白剤、ケラチン硬化物質、抗菌活性成分、フォトフィルター活性成分、防虫活性成分、充血性物質、角質溶解及び角質軟化物質、ふけ防止活性成分、消炎剤、角化物質、抗酸化剤として及び/又はフリーラジカルスカベンジャーとして機能する活性成分、スキンモイスチャライジング又は保湿物質、脂化活性成分、防臭活性成分、皮脂安定化活性成分、植物抽出物、抗紅斑又は抗アレルギー活性成分、又はそれらの組み合わせが挙げられるが、これらに限定されない。化粧品配合物は当業者に知られている。米国特許出願公開第2008/0196847号明細書及び米国特許出願公開第2010/0322981号明細書を参照のこと。

## 【0062】

10

本発明の黒色エフェクト顔料は、ペイント、コーティング、印刷インキ、高分子量有機材料、化粧品配合物、レーザーマーキング、顔料組成物又は乾燥調合物に、着色に効果的な量で添加され得る。

## 【0063】

黒色エフェクト顔料は、ペイント、コーティング、印刷インキ、高分子量有機材料、化粧品配合物、レーザーマーキング、顔料組成物又は乾燥調合物などの材料に、0.0001乃至約90wt%、例えば約0.001乃至約80wt%、特に0.01乃至約50wt%の範囲の濃度で添加され得る(wt%は材料の総質量に基づく)。

## 【0064】

20

化粧品配合物に関して、本発明の黒色エフェクト顔料は、化粧品配合物の総質量に基いて、約0.0001乃至90wt%で添加され得る。化粧品配合物は、大概、化粧品に適切なキャリヤ材料を約10乃至約90wt%の範囲で更に含み得る。化粧品に適切なキャリヤ材料は、好ましくは水とは異なる。

## 【実施例】

## 【0065】

組成物及び使用方法をさらに以下の実施例を参照することにより詳細に説明する。これら実施例は、説明の目的にのみ提供されるものであって、他に特に規定がなければ限定することを意図したものではない。したがって、組成物及び使用方法は、以下の実施例に限定されると決して解釈されるべきではなく、むしろ、本明細書に提供される教示の結果として明らかになる、ありとあらゆるバリエーションを包含すると解釈されるべきである。

30

## 【0066】

例1

31 L フラスコ中で、天然マイカ100gを蒸留水1000mlでスラリー状にした。スラリーを攪拌して均質に保ち、82に加熱した。HClでpHを1.4に調整した。SnCl<sub>4</sub>を制御された速度で加え、NaOHでpHを1.4に維持した。添加後、攪拌を30-60分間継続した。スラリーを冷却し、ろ過し、洗浄そして焼成し、その後蒸留水1000mlで再度スラリー状にした。スラリーを再度攪拌し85に加熱し、pHを8.2に調整し、NaNO<sub>3</sub>を加えた。N<sub>2</sub>をスラリーを通してバブリングし酸素をページした。FeSO<sub>4</sub>(酸性)溶液を制御された速度で注入した。NaOHでpHを8.2に制御した。試料を除去し、真空ろ過し、洗浄し、乾燥し、評価した。

40

## 【0067】

例2

31 L フラスコ中で、合成マイカ100gを蒸留水1000mlでスラリー状にした。スラリーを攪拌して均質に保った。HClでpHを1.6に調整した。SnCl<sub>4</sub>を制御された速度で加え、NaOHでpHを1.6に維持した。添加後、攪拌を30-60分間継続した。スラリーを85に加熱し、pHを8.2に調整し、N<sub>2</sub>をスラリーを通してバブリングし、そしてNaNO<sub>3</sub>を加えた。FeSO<sub>4</sub>(酸性)溶液を制御された速度で注入した。NaOHでpHを8.2に制御した。試料を除去し、真空ろ過し、洗浄し、乾燥し、評価した。

## 【0068】

50

## 例 3

31 L フラスコ中で、合成マイカ 100 g を蒸留水 1000 ml でスラリー状にした。スラリーを攪拌して均質に保ち、85 に加熱した。HCl で pH を 1.6 に調整した。SnCl<sub>4</sub> を制御された速度で加え、NaOH で pH を 1.6 に維持した。添加後、攪拌を 30 - 60 分間継続した。スラリーを冷却し、ろ過し、リンスし、そして焼成した。粉末を再度スラリー状にし、攪拌し、85 に加熱し、pH を 8.2 に調整し、N<sub>2</sub> をバーリングし、そして NaNO<sub>3</sub> を加えた。FeSO<sub>4</sub> (酸性) 溶液を制御された速度で注入した。NaOH で pH を 8.2 に制御した。試料を除去し、真空ろ過し、洗浄し、乾燥し、評価した。表面に Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> をカプセル化するために、金属酸化物層を Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> を覆うように沈着させた。20% メタケイ酸ナトリウムを pH 8.0、温度 72 で加え、pH を HCl で保ち、又は、TiOCl<sub>2</sub> を pH 1.4 - 2.2 で加え、pH を NaOH を保ち、TiO<sub>2</sub> を形成した。 10

## 【0069】

## 例 4

31 L フラスコ中で、天然マイカ 100 g を蒸留水 1000 ml でスラリー状にした。スラリーを攪拌して均質に保ち、82 に加熱した。HCl で pH を 1.4 に調整した。SnCl<sub>4</sub> を制御された速度で加え、NaOH で pH を 1.4 に維持した。添加後、攪拌を 30 - 60 分間継続した。スラリーを 85 に加熱し、pH を 8.2 に調整し、NaNO<sub>3</sub> を加え、FeSO<sub>4</sub> (酸性) 溶液を制御された速度で注入した。NaOH で pH を 8.2 に制御した。試料を除去し、真空ろ過し、洗浄し、乾燥し、評価した。表面に Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> をカプセル化するために、金属酸化物層を Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> を覆うように沈着させた。20% メタケイ酸ナトリウムを pH 8.0、温度 72 で加え、pH を HCl で保ち、又は、TiOCl<sub>2</sub> を pH 1.4 - 2.2 で加え、pH を NaOH を保った。 20

## 【0070】

## 例 5 (比較)

31 L フラスコ中で、天然マイカ 100 g を蒸留水 1000 ml でスラリー状にした。スラリーを 85 に加熱し、pH を 8.2 に調整し、NaNO<sub>3</sub> を加え、FeSO<sub>4</sub> (酸性) 溶液を制御された速度で注入した。NaOH で pH を 8.2 に制御した。試料を除去し、真空ろ過し、洗浄し、乾燥し、評価した。 30

## 【0071】

## 例 6

31 L フラスコ中で、パーライト 100 g を蒸留水 1000 ml でスラリー状にした。スラリーを攪拌して均質に保ち、82 に加熱した。HCl で pH を 1.4 に調整した。SnCl<sub>4</sub> を制御された速度で加え、NaOH で pH を 1.4 に維持した。添加後、攪拌を 30 - 60 分間継続した。スラリーを冷却し、ろ過し、洗浄しそして焼成し、その後蒸留水 1000 ml で再度スラリー状にした。スラリーを再度攪拌し 85 に加熱し、pH を 8.2 に調整し、NaNO<sub>3</sub> を加えた。N<sub>2</sub> をスラリーを通してバーリングし酸素をバージした。FeSO<sub>4</sub> (酸性) 溶液を制御された速度で注入した。NaOH で pH を 8.2 に制御した。試料を除去し、真空ろ過し、洗浄し、乾燥し、評価した。 40

## 【0072】

## 【表1】

表1-X-ライト MA68IIで実施したカラー測定

例	黒			白			粒子サイズ			%FeSO4	SnO2
	L	C	H	L	C	h	D <sub>10</sub>	D <sub>50</sub>	D <sub>90</sub>	wt. %	wt. %
1	36.09	1.62	275.69	44.81	0.91	288.64	9.893	20.683	38.88		
2	36.4	4.63	267.52	36.46	4.23	269.59	21.16	44.193	85.295		
3 <sup>1</sup>	40.54	2.16	272.66	43.09	1.96	270.88	32.796	66.129	120.522		
4 <sup>2</sup>	48.42	1.44	290.33	54.84	1.13	292.47	22.725	48.553	92.353	37.46	1.78
4a <sup>3</sup>	38.85	4.65	277.06	46.36	3.18	275.61	36.085	73.153	133.432		
5	31.42	2.18	274.75	37.06	0.95	330.17	8.804	19.429	37.486		

1 例3は基材／SnO<sub>2</sub>／Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>／SiO<sub>2</sub>2 例4は基材／SnO<sub>2</sub>／Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>／SiO<sub>2</sub>3 例4aは基材／SnO<sub>2</sub>／Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>／TiO<sub>2</sub>

## 【0073】

## 適用例

プレスドアイシャドウパウダー及びネイルエナメルドローダウン

## 【表2】

## プレスドアイシャドウパウダーの組成

成分	質量分率 (%)
プレスドパウダーベース	59 %
リキッドバインダー	6.00
黒色顔料組成物 <sup>1</sup> a -d	35.00

## 【表3】

## ネイルエナメルドローダウンの組成

相	成分	%w/w
A	ネイルエナメルベース	94.00
	UV 吸收剤	q.s.
B	顔料	6.0
手順		

相Aをプロペラミキサーが装着された適切なサイズの器に加えた。相Bを相Aに加え、バッヂが均一になるまで攪拌した。

## 【0074】

## 黒色顔料組成物の試料

a ) 実施例1及び2の本発明の黒色(マイカ／SnO<sub>2</sub>／～38wt%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)-(JAS-0287-1)。合成マイカ(D10は20.77ミクロン、D50は44.84ミクロン、D90は81.45ミクロン)

b ) 市販のブラックマイカ(マイカ／TiO<sub>2</sub>／47-50%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)(CLE-100052A)

c ) 基材としてパーライトを用いた本発明の黒色(パーライト／SnO<sub>2</sub>／～55wt%

10

20

30

40

50

$\text{Fe}_3\text{O}_4$  (JAS-0286-1)。パーライトの粒子分布は、D10が8.50、D50が24.32、そしてD90が52.68。

d) 合成マイカ類似物 (CLM-100050A) は 62 wt % の合成マイカと 38 wt % の  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  の混合物。合成マイカ粒子分布は a) と同一。

e) 合成マイカ / 48 wt %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  /  $\text{SiO}_2$  である本発明の黒色顔料

f) 天然マイカ / 48 wt %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  /  $\text{SiO}_2$  である本発明の黒色顔料

### 【0075】

#### 結果

プレスドアイシャドウパウダーの結果及びネイルエナメルドローダウン

プレスドパウダー又はネイルエナメルドローダウンに配合されたとき、本発明の黒色 a) (JAS-0287-1)、a)、c)、e) 及び f) は、b) 及び d) と比べて、より暗く / より強い色をもたらした。これは、市販のブラックマイカとしての b) がより多くの  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  を含むという点から非常に驚くことである。d) を本発明の a) と並べて見たとき、本発明の a) もまたより暗かった。さらに本発明の黒は、類似物 d) と比べた際、より優れた分散性を示した。

### 【0076】

本発明の黒色を含有するさらなる配合物

#### 【表4】

##### ボディスラッシュ

相	成分	% w/w
A	脱イオン水	28.70
	EDTA ニナトリウム	0.02
	アクリレート/C10-30 アルキルアクリレートクロスポリマー (カーボポール ETD 2020) <sup>1</sup> (2% 水性分散液)	10.00
	2-アミノ 2-メチル プロパノール (amp-95) <sup>2</sup>	0.10
	グリセリン (及び) グリセリル ポリアクリレート (ヒスパゲルオイル、低粘度) <sup>3</sup>	2.00
B	香料	q.s
	ポリソルベート 20 (及び) PEG 40 ヒマシ油	1.00
	グリセレス-26 (プロタケム GL-26) <sup>4</sup>	1.00
	メチルプロパンジオール (MP ジオールグリコール) <sup>5</sup>	2.00
C	アルコール (SD 39C)	55.00
	リフレックス (Reflecks: 登録商標) ピンポイント オブ パール G130L (ホウケイ酸カルシウムナトリウム (及び) $\text{TiO}_2$ )	0.12
	キオーネ (Chione: 登録商標) スノーフォール ホワイト S130D (合成フッ素金雲母 (及び) $\text{TiO}_2$ ) <sup>6</sup>	0.01
	例 1,3,4 及び / 又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/ $\text{SnO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ , (マイカ/ $\text{SnO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ , マイカ/ $\text{SnO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ , パーライト/ $\text{SnO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ )	0.05

#### 手順

- 相Aから成分を並んでいる順に室温で穏やかに攪拌しながら水に加え、均一になるまで混合した。エアレーション(曝気)はしなかった。
- 相B-Cを別々に室温で予混合した。相B-Cを混合し、相Aに穏やかに攪拌しながら加えた。均一になるまで混合した。エアレーション(曝気)はしなかった。

#### 供給者及び商標所有者

1. ルーブリゾール コーポレーション	4. プロタミーン ケミカルズ社
2. ダウ ケミカル カンパニー	5. リオンデル ケミカル カンパニー
3. ヒスパノ キミカ社 / センターケム社	6. BASF

### 【0077】

【表5】

相	コンシーラースティック 成分	% w/w
A	ビーズワックス (ホワイトビーズワックス) <sup>1</sup>	9.00
	水素化オリーブ油／オレアユーロピア (オリーブ) 不鹼化性フルーツ油 (オリワックス) <sup>2</sup>	12.00
	コペルニシア セリフェラ ワックス (カルナウバ T-3) <sup>1</sup>	3.00
	クラムベ アビシニッカ種油 及び シアバター抽出物 (ファンコール アビシア) <sup>3</sup>	15.00
	メドウフォームエストリド (ファンコール メドウエストリド) <sup>3</sup>	3.00
	アーモンド種油 (スイートアーモンド油) <sup>4</sup>	12.00
	トウゴマ/種油 (ヒマシ油) <sup>5</sup>	6.00
	ルビトール (Luvitol: 登録商標)ライト (水素化ポリイソブテン) <sup>6</sup>	10.00
B	クラムベ アビシニッカ種油 (ファンコール アビシニアン オイル) <sup>3</sup>	10.00
	クロマーライト (Chroma-Lite: 登録商標)マウベ CL4511 (マイカ/オキシ塩化ビスマス/酸化鉄) <sup>6</sup>	7.00
	例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , Mica/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> )	3.00
	キオーネ (Chione: 登録商標)スノーフォール ホワイト S130D (合成フッ素金雲母 / TiO <sub>2</sub> ) <sup>6</sup>	5.00
	デザート リフレクションズ (Desert Reflections: 登録商標) キャニオン サンセット 332D (マイカ/TiO <sub>2</sub> /酸化鉄) <sup>6</sup>	5.00
	抗酸化剤	q.s.
	防腐剤	q.s.
手順		
I.	相Bを予分散させた。	
II.	器内で相Aの全ての成分を秤量し、85±3°Cに加熱し、溶融して均一になるまで攪拌した。	
III.	予混合した相Bを相Aに加え、穏やかに攪拌しながら、温度を82±3°Cで30分間維持した。 (真空が得られない場合、脱気とする。)	
IV.	温度を75±3°Cに下げた。	
V.	型に流し込んだ。	
供給者及び商標所有者		
1.	コスタークーネン社	4. ジーン インターナショナル コーポレーション
2.	B&T カンパニー	5. アルゾ インターナショナル社
3.	ファンコール社	6. BASF

【0078】

【表6】

相	成分	% w/w
A	脱イオン水	(q.s to 100%)
	メチルプロパンジオール (mp ジオール グリコール) <sup>1</sup>	47.94
	ケイ酸アルミニウム・マグネシウム(ビーガム) <sup>2</sup>	5.00
	キサンタンガム (ケルトロール CG-T) <sup>3</sup>	0.60
		0.40
B	セテアリルオリベート/ソルビタンオリベート (オリベム 1000) <sup>4</sup>	4.00
	水素化オリーブ油/オレアユーロピア (オリーブ) フルーツ油/オレアユーロピア (オリーブ) 不酸化性油(オリワックス) <sup>4</sup>	2.00
	カプリル酸/カプリン酸 トリグリセリド/アジピン酸ジPPG-3ミリスチル/イソステアリン酸ソルビタン	7.00
	メドウフォームエストリド/メドウフォームデルターラクトン (メドウーム 100) <sup>6</sup>	2.00
	ネオペンタン酸イソデシル(セラフィル SLK) <sup>7</sup>	5.00
	抗酸化剤	q.s.
	防腐剤	q.s.
C	カオリン (フーバー 90) <sup>8</sup>	0.50
	ポリメチルメタクリレート (PMMA H) <sup>9</sup>	4.00
	二酸化チタン	3.14
	マールマイカ(Mearlmica: 登録商標) SVA(マイカ/ラウロイルリジン) <sup>10</sup>	3.00
	例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> )	0.12
D	脱イオン水	10.00
	マルチリフレクションズ(MultiReflections: 登録商標) サンフラワースパークル 380P(マイカ/TiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub> ) <sup>10</sup>	3.00
	クロイゾーネ(Cloisonné: 登録商標) サテン ルージュ Satin Rouge 450M (マイカ/TiO <sub>2</sub> /酸化鉄) <sup>10</sup>	2.30

## 手順

- I. 脱イオン水とMPジオールグリコールを主器に入れ、均質化を開始した。
- II. ビーガムに振り入れ、そして均一になるまで均質化した。
- III. ケルトロール CG-T に振り入れ、そして均一になるまで均質化した。
- IV. 別の容器中で、相Bを60-70°Cに加熱し、均一になるまで混合した。
- V. 均質化の下、相Bを相Aに70°Cで加えた。
- VI. 相Cを適切なブレンディング装置で粉碎した。
- VII. 均質化の下、均一な色が得られるまで相Cを相ABに振り入れた。そしてスイープミックスした。
- VIII. 予混合の相Dを相ABCに加え、パッチの冷却を開始した。
- IX. パッチを40°Cに落とした。

## 供給者及び商標所有者

1.	リオンデル ケミカル カンパニー	6.	ファンコール社
2.	RT ヴァンダービルト社	7.	ISP
3.	CP ケルコ	8.	J.M. フーバー コーポレーション
4.	B&T カンパニー	9.	ブレンタグ スペシャリティーズ社
5.	クローダ	10.	BASF

【表7】

相	成分	% w/w
A	脱イオン水	(q.s. to 100%)
	プロピレンジリコール	18.60
	PEG-200 水素化ヒマシ油/IPDI コポリマー (ポリダーム PPI-CO-200) <sup>1</sup>	59.20
	ステアリン酸ナトリウム (ジークム ステアリン酸ナトリウム) <sup>2</sup>	12.00
	イソステアレス-2 (HETOXOL IS-2) <sup>3</sup>	8.00
	UV 吸收剤	2.00
	例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> ) セリーニ(Cellini:登録商標) グリーン 820CGBYF (マイカ/TiO <sub>2</sub> + ブルー1レーキ + イエロー5レーキ + 水素化ポリイソブテン+ パルミチン酸 <sup>4</sup>	q.s.
B	香料	0.10
C	香料	0.10
	手順	q.s.
I.	プロピレンジリコールと水を混合し、80-85°Cに加熱した。	10
II.	全てが溶融し、溶解するまで、ポリダームを僅かずつ加えた。	
III.	ステアリン酸ナトリウムを加え、溶液が透明になるまで温度を85°Cに維持した。	
IV.	イソステアレス-2アルコールを加え、十分に混合した。	
V.	予分散の相Bを相Aに加えた。	
VI.	相Cを相A-bに加え、均一になるまで混合した。	
VII.	適切な容器に充填した。	
	供給者及び商標所有者	
1.	アルゼ インターナショナル社	3. グローバル セブン社
2.	ジーン インターナショナル コーポレーション	4. BASF

20

【0080】

【表8】

相	成分	% w/w
A.	脱イオン水	(q.s to 100%)
	ルビセット(Luviset:登録商標)クリア(VP/メタクリルアミド/ビニルイミダゾール コポリマー) <sup>1</sup>	45.00
	D-パンテノール 75W (パンテノール) <sup>1</sup>	20.00
	グリセリン (及び) グリセリルアクリレート/アクリル酸コポリマー (及び) プロピレンジリコール (及び) PVM/MA コポリマー (ルブラジェル オイル) <sup>2</sup>	1.00
	抗酸化剤	10.00
	防腐剤	q.s.
B	キサンタンガム (ケルトロール CG-T) <sup>3</sup>	q.s.
C	脱イオン水	1.50
	真珠光沢 及び虹色 顔料	11.25
	例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> ) リフレックス(Reflecks:登録商標)ディメンジョンズ シンメーリング レッド G430Z (ホウケイ酸カルシウムナトリウム (及び) ニ酸化チタン) <sup>1</sup>	30
	手順	1.25
I.	適切な容器に全ての相A成分を加えた。	
II.	急速攪拌しながら、相Bを相Aに振り入れた。	
III.	予混合の相Cを相ABに加えた。	
*注	コールドプロセス	
	供給者及び商標所有者	
1.	BASF	3. CP ケルコ
2.	ISP	40

【0081】

## 【表9】

相	成分	% w/w
A	PEG-7 グリセリル ココエート (テゴソフト GC) <sup>2</sup>	8.00
	クレモホール(登録商標:Cremophor) A 25 (セテアレス-25) <sup>1</sup>	22.00
	クレモホール(登録商標:Cremophor) WO 7 (PEG-7 水素化ヒマシ油) <sup>1</sup>	1.00
	プロピレングリコール	3.00
	PEG-8 メチコン (マシル SF 19 CG) <sup>3</sup>	1.00
	真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> )	0.05
B	脱イオン水	(q.s to 100%)
C	香料 (バーベナ ミント YY06-01079) <sup>4</sup>	64.85
	防腐剤	0.10
		q.s.
		10

## 手順

- I. 相Aの成分を上記の順序にて80°Cで加え、均一になるまで混合した。  
次の添加の前に未々が溶解していることを確実にした。
- II. 相Bを80°Cにし、相Aと混合した。
- III. 気泡が現れて泡が溶解させながら、50°Cに冷却した。香料と防腐剤を加えた。
- IV. 液体の間に容器に流し込み、室温にセットした。

## 供給者及び商標所有者

1.	BASF	3.	ループリゾール コーポレーション
2.	エボニック ゴールドシュミット社	4.	ウンガラー & カンパニー

## 【0082】

20

## 【表10】

相	成分	% w/w
A	脱イオン水	(q.s. to 100%)
	ソルビトール (リボニック 70-NC) <sup>1</sup>	6.25
	グリセリン	54.30
	セルロースガム	10.00
	PEG-32 (カーボワックス PEG 1450) <sup>2</sup>	0.50
B	脱イオン水	3.00
	安息香酸ナトリウム	5.00
	サッカリンナトリウム	0.30
C	ケイ酸 (ゼオデント 165) <sup>3</sup>	0.20
	ケイ酸 (ゼオデント 113) <sup>3</sup>	5.00
D	香料 (スイートミント # 26037G) <sup>4</sup>	15.00
	ブルー1 (0.5% 水溶液)	0.15
	真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> )	0.10
		0.20

## 手順

- I. 水、ソルビトール及びグリセリンを予混合し、完全に分散するまで混合によりセルロースガムを分散させた。
- II. PEG-32 を加え、50°Cに加熱した。
- III. 完全に均一になるまで混合しながら40°Cで予混合した相Bを相Aに加えた。
- IV. 搅拌しながら相Cを相A-Bに加えた。
- V. 相D成分を1つずつ相A-B-Cに加え、完全に均一になるまで混合した。
- VI. 適切な容器に充填した。

## 供給者及び商標所有者

1.	リボ ケミカルズ社	4.	ショーマッジ & カンパニー
2.	ダウ ケミカル カンパニー	5.	BASF
3.	J.M フーバー コーポレーション		

## 【0083】

40

【表11】

相	成分	% w/w
A	テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル (クロダモル PTIS) - トウゴマ(カスター) 種油 アジピン酸ジPPG-3ミリスチル (クロモリエント DP3A) <sup>1</sup> クラムベ アビシニッカ種油(ファンコール アビシニアン オイル) <sup>2</sup> C10-30 コレステロール/ラノステロール エステル類 (スーパー ステロール エステル) <sup>1</sup> メドウフォームエストリド (メドウエストリド) <sup>2</sup> メドウフォームエストリド (及び) メドウフォームデルターラクトン (及び) クラムベ アビシニッカ種油 (及び) カルタムス ティンクトリウス(紅花) 種油 (及び) 不斎化性オリーブ油 (及び) ベーターサイトステロール (アンチエージング スキン コンプレックス) <sup>2</sup> ユーホルビア セリフェラ (キヤンデリラ) ワックス (キヤンデリラ ワックス SP 75) <sup>3</sup> コベルニシア セリフェラ (カルナウバ) ワックス (カルナウバ ワックス SP 63) <sup>3</sup> オゾケライト (オゾケライト ワックス ホワイト SP 1026) <sup>3</sup> マイクロクリスチルワックス (マルチワックス 180-W) <sup>3</sup> 抗酸化剤 防腐剤 香料 ユビナール(Uvinul:登録商標) MC80 (オクチノキサート) <sup>4</sup> オキシベンゾン	20.05 11.60 11.50 10.50 6.25 6.00 5.00 8.00 2.00 3.00 3.00 q.s. q.s. q.s. 5.00 4.00 0.10
B	レッド 6*	10
	真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> )	4.00
C	香料	q.s
	手順 I. 全ての相A成分を器中で秤量し、85±3°Cに加熱し、溶融し均一になるまで攪拌した。 II. 予混合した相Bを相Aに加え、穏やかに攪拌しながら、温度を82±3°Cに30分間位維持した。 (真空が得られない場合、脱気とする。) III. 温度を75±3°Cに冷却し、香料を加え、容器に流し込んだ。	20
	*注: 酸化鉄又は有機顔料が使用される場合、それらはまずトウゴマ(カスター)種油中に分散させるべきである: この混合物は、その後、コロイド又はローラーミル中で粉碎されるべきである。	
	供給者及び商標所有者 1. クローダ 2. ファンコール社	3. ストラール & ピッヂ社 4. BASF

【0084】

【表12】

相	リップスティック成分	% w/w
A	クラムベ アビシニッカ種油 (ファンコール アビシニアン オイル) <sup>1</sup> ユーホルピア セリフェラ (キャンデリラ) ワックス (キャンデリラ ワックス SP 75) <sup>2</sup> コベルニシア セリフェラ (カルナウバ) ワックス (カルナウバ ワックス SP 63) <sup>2</sup> ビーズワックス (ビースワックス ホワイト SP 422) <sup>2</sup> セレシン (セレシン ワックス ホワイト SP 252) <sup>2</sup> マイクロクリスチルワックス (マルチワックス 180-W) <sup>2</sup> オレイルアルコール (ノボル) <sup>3</sup> パルミチン酸イソステアリル(isosteryl Palmitate) (ジークム ISP) <sup>4</sup> カプリル酸/カプリン酸 トリグリセリド ビス-ジグリセリルポリアシルアジーペート-2 (ソフィザン 649) <sup>5</sup> 酢酸ラノリンアルコール (ジーラン MOD) <sup>4</sup> トリステアリン酸ソルビタン (ジークム STS) <sup>4</sup> オゾケライト (オゾケライト ワックス ホワイト SP 1026) <sup>2</sup> モノラウリン酸グリセリル (ウルトラピュア GML) <sup>6</sup> 抗酸化剤 防腐剤 UV 吸收剤	34.86 3.00 1.50 1.00 6.00 1.50 3.00 4.25 8.25 2.00 2.50 1.75 6.75 1.00 q.s. q.s. q.s.
B	メドウフォームエストリド (メドウエストリド) <sup>2</sup> レッド6 レーキ *	2.00 3.14
C	テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル (クロダモル PTIS) <sup>3</sup> キオーネ(Chione:登録商標)スノーフォール ホワイト S130D (合成フッ素金雲母 (及び) 二酸化チタン) <sup>7</sup> 真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> )	6.00 9.00 2.00 0.20
D	パルミチン酸エチルヘキシル ビジュ(Biju:登録商標)ウルトラ UFC (オキシ塩化ビスマス) <sup>7</sup> 香料	0.30 q.s.

## 手順

- I. 器の中で相Aの全ての成分を秤量し、85±3°Cに加熱し、溶融し均一になるまで攪拌した。
- II. 予混合した相Bを相Aに加え、穩やかに攪拌しながら、温度を82±3°Cで30分間維持した。
- III. ビジュ(Biju:登録商標)ウルトラ UFC をパルミチン酸エチルヘキシルに予分散させ、相ABに加えた。
- IV. 75±3°Cに冷却し、香料を加えた。
- V. 容器又は部品に流しこんだ。

\*注: 酸化鉄又は有機顔料が使用される場合、それらはまずクラムベ アビシニッカ種油中に分散させるべきである:  
この混合物は、その後、コロイド又はローラーミル中で粉碎されるべきである。

## 供給者及び商標所有者

1.	ファンコール社.	5.	サソール
2.	ストラール & ピッチ社	6.	ウルトラ ケミカル社
3.	クローダ	7.	BASF
4.	ジークムインターナショナル コーポレーション		

【0085】

## 【表13】

相	成分	% w/w		
A	カブリルメチコン (東レダウコーニング FZ-3196) <sup>1</sup> ラウリル PEG/PPG-18/18 メチコン (ダウコーニング 5200 フォームレーション エイド) <sup>1</sup> コペルニシア セリフェラ (カルナウバ) ワックス (No. 1 イエロー カルナウバ ワックス) <sup>2</sup> C30-45 アルキルジメチルシリルポリプロピルシセスキオキサン (ダウコーニング SW-8005 C30 レジンワックス) <sup>1</sup> カブリル酸/カブリル酸 トリグリセライド (ジークム CTG) <sup>3</sup> ユビナール(Uvinul:登録商標) A プラス B* (エチルヘキシルメキシシンナメート (及び) ジメチルアミノヒドロキシベンゾイルヘキシルベンゾエート) <sup>4</sup> 防腐剤 O/S ビタミンE アセテートケア (酢酸トコフェロール) <sup>4</sup>	4.00 6.00 3.00 2.00 3.00 0.10 q.s. 0.25		
B	イソドデカン (パーセチル 99A) <sup>5</sup> イソドデカン (及び) ジステアルジモニウムヘクトライト (及び) 炭酸プロピレン (ペントン ゲル ISD V) <sup>6</sup> ポリメチルメタクリレート(PMMA S) <sup>7</sup>	(q.s to 100%) 25.00 6.00 5.00		
C	真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> ) リフレックス(Reflecks:登録商標)ディメンジョンズ ルミナス ゴールド G230M (ボロケイ酸カルシウムナトリウム (及び) 酸化チタン) <sup>4</sup> 脱イオン水 プロピレンジコール 防腐剤 W/S	2.00 4.00 17.65 2.00 q.s. 20.00		
D	ルビセット(Luviset:登録商標)シェイプ (ポリアクリレート-22) <sup>4</sup>	20		
手順				
Ⅰ.	主器中で、連続混合しながら、相A成分を60°Cに加熱した。			
Ⅱ.	脇の器中で、相Bを相Aに予混合し、温度を60°Cに維持した。			
** 注:	ブラック 2 はまずイソドデカンに分散させるべきである; この混合物は、その後、コロイド又はローラーミル中で粉碎されるべきである。			
Ⅲ.	脇の器中で、相Cを予混合し、50°Cに加熱した。			
Ⅳ.	均質化下で、相Cを相ABに加えた。スイープミックスし、50°Cに加熱を弱めた。			
Ⅴ.	相Dを相ABCに加えた。			
Ⅵ.	適切な容器に包装した。			
* ユビナール(Uvinul:登録商標) A プラス B はアメリカ及びカナダでは認可された日焼け止め剤ではない。 ** カーボンブラック顔料が使用される場合、それらはまずイソドデカン及びペントンゲル ISD V に分散させるべきであり、 そしてこの混合物は、その後、コロイド又はローラーミル中で粉碎されるべきである。				
供給者及び商標所有者				
1.	ダウ コーニング コーポレーション	5.	プレスパース社	
2.	フランク B. ロス カンパニー社	6.	エレメンティス スペシャリティーズ	30
3.	ジーン インターナショナル コーポレーション	7.	ブレンタグ スペシャリティーズ社	
4.	BASF			

## 【0086】

## 【表14】

相	成分	% w/w
A	ネイルエナメルベース (酢酸ブチル (及び) トルエン (及び) ニトロセルロース (及び) トシリアミド/ホルミウアルデヒド樹脂 (及び) イソプロピルアルコール (及び) フタル酸ジブチル (及び) 酢酸エチル (及び) カンファー (及び) n-ブチルアルコール (及び) シリカ (及び) クアタニウム-18? (Quaterinum-18) ヘクトライト)	97.90
B	レッド 6 (10.50 - 15.50% トルエンフリー/ホルムアルデヒドフリーカラー溶液) 真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> ) ジェムトーン(Gemtone:登録商標)タン オパール G005 (マイカ (及び) 二酸化チタン (及び) 酸化鉄) <sup>1</sup>	1.10 0.20 0.80
手順		
Ⅰ.	適切なサイズのプロペラミキサーが装着された器に相Aを加えた。	
Ⅱ.	相Bを相Aに加え、バッヂが均一になるまで混合した。	
Ⅲ.	容器に充填した。	
供給者及び商標所有者		
1.	BASF	

## 【0087】

## 【表15】

相	成分	% w/w
A	ビーライト(Bi-Lite:登録商標) 20 (マイカ (及び) オキシ塩化ビスマス) <sup>1</sup> カオリン (フーバー 90) <sup>2</sup> 微結晶セルロース (アヴィセル PC 105) <sup>3</sup> 真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> ) ジェムトーン(Gemtone:登録商標)タン オパール G005 (マイカ (及び) 二酸化チタン (及び) 酸化鉄) <sup>1</sup>	(q.s to 100%) 21.50 15.00 12.50 9.50 28.50
B	クラムベ アビシニッカ種油 (及び) プチロスパーマム パーキー (シアバター) 抽出物 (ファンコール アビシア) <sup>4</sup> シモンジア キネンシス (ホホバ) 種油 ココス ヌシフェラ (ココナッツ) 油 抗酸化剤 防腐剤	7.50 1.50 1.00 q.s. q.s.
C	リフレックス(Reflecks:登録商標)ディメンジョンズ スパークリング ブルー G630D (ホウケイ酸カルシウム・ナトリウム (及び) 二酸化チタン) <sup>1</sup>	3.00
手順		
I.	相Aを適切な乾燥混合／分散装置で十分に混合した。	
II.	均一になるまで相Bを予分散させた。	
III.	相Bを相A中にスプレーした。粉碎し、ブレンダーに戻した。	
IV.	相Cを相ABに加えた。均一になるまでタンブルした。	
V.	プレスした。	
供給者及び商標所有者		
1.	BASF	3. FMC コーポレーション
2.	J.M. フーバー コーポレーション	4. ファンコール社

## 【0088】

## 【表16】

相	成分	% w/w
A	脱イオン水 アクリレート/アミノアクリレート/C10-30 アルキル PEG-20 イタコネートコポリマー (ストラクチャー プラス) <sub>1</sub>	(q.s. to 100%) 15.40 7.00
B	脱イオン水 コンペルラン(Comperlan:登録商標) 100 (コカミド MEA) <sup>2</sup>	15.00 0.50
C	テキサポン(Texapon:登録商標) NSO (ラウレス硫酸ナトリウム) <sup>2</sup> コカミドプロピルベタイン (テゴ ベタイン L 7) <sup>3</sup> スルホコハク酸ラウレス2ナトリウム (レオポール SBFA 30B) <sup>3</sup> ルビカット(Luviquat:登録商標)センセーション(ポリクオタニウム-87) <sup>4</sup> 防腐剤 香料 (スプリング フラワー # 0794029) <sup>4</sup> 真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> ) ブルー 1 (1% 水溶液)	35.70 13.50 7.80 1.84 q.s. 0.500 0.16 0.25
D	クエン酸 (10% 水溶液)	2.35
手順		
I.	相Aと相Bの成分を別々に秤量し、溶液が均質化するまで攪拌した。	
II.	相Bを相Aに加え、均一になるまで攪拌した。	
III.	相Cを相ABに加え、均一になるまで攪拌した。	
IV.	常に攪拌しながら、クエン酸でpHを5. 6に調整した。	
供給者及び商標所有者		
1.	ナショナル スターチ & ケミカルカンパニー	3. エボニック インダストリーズ
2.	BASF	4. ベル フラワーズ & フレグラシズ社

## 【0089】

【表17】

相	成分	% w/w
A	SD アルコール 40 B (変性アルコール) <sup>2</sup> アミノメチルプロパノール (AMP-95) <sup>3</sup> MEA ボレート (及び) MIPA ボレート (モナコール BE) <sup>4</sup> ユビナール(Uvinul:登録商標)MC 80 (エチルヘキシルメトキシシンナメート) <sup>1</sup> シクロペンタシロキサン (ダウ コーニング 245 フリード) <sup>5</sup> D-パンテノール 75W (パンテノール) <sup>1</sup> キューカンバー TEA 862157 (香料) <sup>6</sup> ルビマー(Luvimer:登録商標) 100P (アクリル酸コポリマー) <sup>1</sup> ウルトラホールド(Ultrahold:登録商標) ストロング (アクリル酸コポリマー) <sup>1</sup> キオーネ(Chione:登録商標)スノーフォール ホワイト S130D (合成フッ素金雲母(及び) ニ酸化チタン) <sup>1</sup> 真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> )	55.00 0.88 0.05 0.05 0.10 0.10 0.10 2.00 3.00 0.10 10
B	10	
C	ハイドロフルオロカーボン 152A <sup>7</sup>	0.90 37.72
手順		
Ⅰ.	穏やかに搅拌しながら、総ての成分を順番に混合した。	
Ⅱ.	適切な容器に充填し、高圧ガスで満たした。	
エアロゾル 密度:	0.85g/mL	
蒸気圧 (周囲環境にて):	55 psig	
容器		
缶:	エキサル アルミニウム エポキシラインド	
バルブ:	シークイスト パーフェクト バルブ XT-96	
ボディ:	XT ES BRB 013 ORIF N	20
ステム:	0.013 バージンナイロン	
アクチュエーター:	XT-150 ES 0.013 ミスティ	
ディップチューブ:	0.165 ID"	
供給者及び商標所有者		
1.	BASF	5. ダウ コーニング コーポレーション
2.	AAPER アルコール アンド ケミカル社	6. ドローム フレグランシズ社
3.	ダウ ケミカル カンパニー	7. デュポン カンパニー

【0090】

【表 1 8】

相	成分	% w/w
A	脱イオン水	38.10
	D-パンテノール 75W (パンテノール) <sup>1</sup>	1.00
	ブルラケア(Pluracare:登録商標) E 400 NF (PEG-8) <sup>1</sup>	2.50
	Edeta(登録商標) BD (EDTA ニナトリウム)	0.10
	ルビジェル (Luvigel:登録商標)スター (ポリウレタン-39) <sup>1</sup>	2.50
B.	ユビナール(Uvinul:登録商標) T 150* (オクチルトリアゾン) <sup>1</sup>	2.00
	チナソーブ(Tinosorb:登録商標) S* (ベモトリジノール) <sup>1</sup>	3.00
	セチオール(Cetiol:登録商標)センソフト (カプリル酸プロピルヘプチル) <sup>2</sup>	5.00
	セチオール(Cetiol:登録商標)CC (炭酸ジカプリリル) <sup>2</sup>	5.00
C	クレモホール(登録商標:Cremophor) A 25 (セテアレス-25) <sup>1</sup>	2.50
	クレモホール(登録商標:Cremophor) GS 32 (ジステアリン酸ポリグリセリル-3) <sup>1</sup>	2.50
	クレモホール(登録商標:Cremophor) WO-7(PEG-7 水素化ヒマシ油) <sup>1</sup>	0.50
	ステアリルアルコール (ラネット 18) <sup>2</sup>	2.50
	ジメチコン (ダウ コーニング 200 フルイド 50 CST) <sup>3</sup>	1.50
	ルビトール(Luvitol:登録商標)ライト (水素化ポリイソブテン) <sup>1</sup>	1.50
	ビタミンE アセテートケア (酢酸トコフェロール) <sup>1</sup>	0.50
	ビサボロール ラセミ体 (ビサボロール) <sup>1</sup>	1.00
D	脱イオン水	10.00
	チナソーブ(登録商標:Tinosorb) M* (ビスオクトリゾール)	10.00
E	脱イオン水	5.50
	クロイゾーネ(Cloisonné:登録商標) サテン ゴールド 262MC (マイカ (及び) 二酸化チタン (及び) 酸化鉄)	1.60
	真珠光沢 及び虹色 顔料	
	例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> )	0.20
	クロイゾーネ(Cloisonné:登録商標) サテン ブロンズ 250M (マイカ (及び) 酸化鉄) <sup>1</sup>	0.60
	クロイゾーネ(Cloisonné:登録商標) サテン カッパー 350M (マイカ (及び) 酸化鉄) <sup>1</sup>	0.20
F	香料 (オレンジ ネクター フレグランス AD78-00997) <sup>4</sup>	0.20
	防腐剤	q.s.

\* 注: チナソーブ S, チナソーブ M 及びユビナール T 150 は、アメリカ及びカナダでは認可された日焼け止め剤ではない。

## 手順

- I. 相Aを混合し、75—80°Cに加熱した。
- II. 相Bを予混合し、75—80°Cに加熱した。
- III. 相AC混合し、75—80°Cに加熱した。
- IV. 75—80°Cで相Bを相Cに加え、十分に混合した。
- V. 相BCを相Aに加え、75—80°Cにて低速で2—3分間均質化した。
- VI. スウェーピミキシングに移し、冷却を開始した。
- VII. 相Dを予混合し、バッヂに50°C以下で加えた。
- VIII. 相Eを呼混合し、バッヂに加え、その後十分に混合した。
- IX. 相Fを1つずつ加え、十分に混合し、停止した。

10

20

30

## 供給者及び商標所有者

- |         |                      |
|---------|----------------------|
| 1. BASF | 3. ダウ コーニング コーポレーション |
| 2. コグニス | 4. ウングラー & カンパニー     |

## 【表19】

タルクフリーミネラルプロンザー(セルフタンニング剤)

相 成分

% w/w

A	マールマイカ(Mearlmina:登録商標) SVA (マイカ (及び) ラウロイルリジン) <sup>1</sup> フランコ(Flamenco:登録商標) スパークル レッド (マイカ (及び) 二酸化チタン) <sup>1</sup> Z-コート® (酸化亜鉛) <sup>1</sup> クロイゾーネ(Cloisonné:登録商標) サテン プロンズ (マイカ (及び) 酸化鉄) <sup>1</sup> 真珠光沢 及び虹色 顔料 例 1,3,4 及び/又は 6 である本発明の黒色 (マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> , マイカ/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /TiO <sub>2</sub> , パーライト/SnO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub> ) 窒化ホウ素粉末 (窒化ホウ素) <sup>2</sup>	(q.s. to 100%)	36.500 15.000 15.000 20.000 3.500 5.000
B	ルビトール(Luvitol:登録商標) ライト (水素化ポリイソブテン) <sup>1</sup> ネオペンタン酸オクチルドデシル (エレファク I-205) <sup>3</sup> 抗酸化剤 防腐剤	2.500 2.500 q.s. q.s.	10

## 手順

- I. 相Aを適切な乾燥混合／分散装置で十分に混合した。
- II. 相Bを予混合し、相A中にスプレーした。
- III. 粉砕し、適切な容器中に包装した。

## 供給者及び商標所有者

- |              |                   |
|--------------|-------------------|
| 1. BASF      | 3. アルゾ インターナショナル社 |
| 2. ESK セラミクス |                   |

## 【0092】

組成物及びそれらの使用方法が特定の実施態様を参照して開示されているが、真の精神と記載された組成物、キット及び使用方法の範囲を逸脱しない範囲において、他の実施態様及びバリエーションが当業者によって考案され得ることは明白である。添付の特許請求の範囲は、前記実施態様及び等価なバリエーションを含むと解釈されることを意図する。

20

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0093】

【特許文献1】米国特許第3,926,659号明細書

【特許文献2】米国特許第7,303,622号明細書

【特許文献3】米国特許出願公開第2007/0032573号明細書

【特許文献4】米国特許出願公開第2008/0213322号明細書

30

【特許文献5】米国特許出願公開第2008/0196847号明細書

【特許文献6】米国特許出願公開第2010/0322981号明細書

## 【非特許文献】

## 【0094】

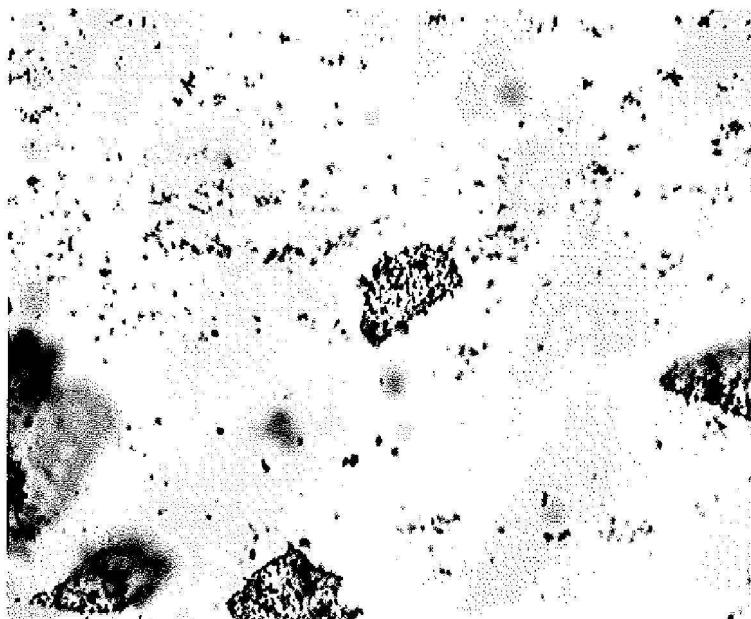
【非特許文献1】“インダストリアレ オーガニッショ ピグメンテ (Industrielle Organische Pigmente)” (W. ハーブスト及びK. ハンガー, VCH ヴェルラングシゲゼルシャフト mbH, ヴァインハイム / ニューヨーク, 2nd, 完全改訂版, 1995)。

40

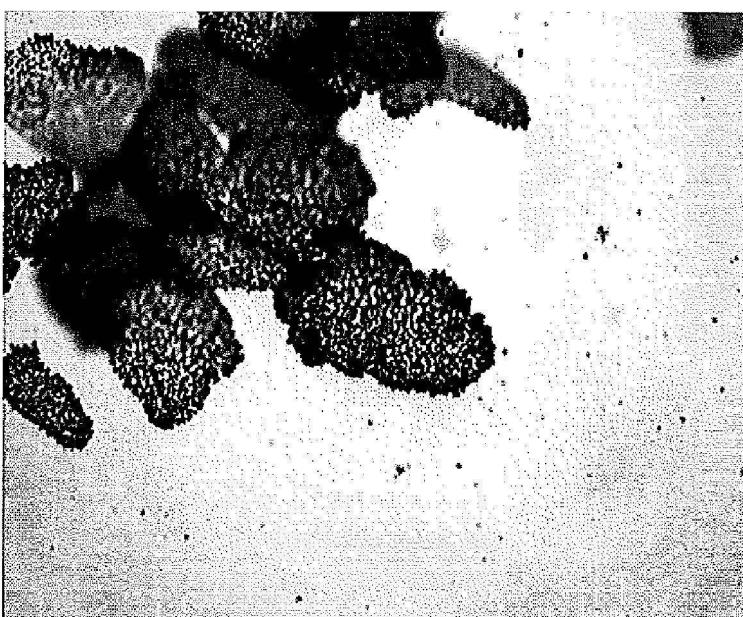
【非特許文献2】コスメティックス:サイエンス及びテクノロジー, 第二版, M. S. バルサム及びエドワード サガーリン編, ウィリー - インターサイエンス (1972)

【非特許文献3】デナバレー (de Navarre), 化粧品ケミストリー及びサイエンス, 第二版, 第1及び2巻 (1962), フォン ノストランド社, 第3及び4巻 (1975), コンチネンタルプレス

【図1】

0.39 wt. %  $\text{SnO}_2$ , 39 wt. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 

【図2】

3.2 wt. %  $\text{SnO}_2$ , 31 wt. %  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

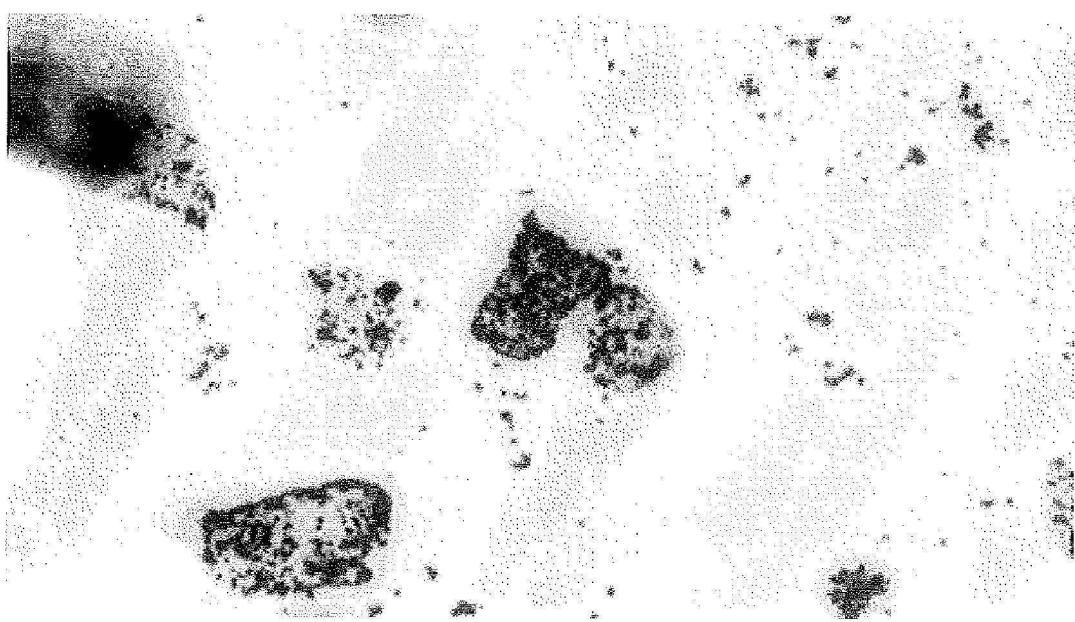
【図3】

2.76 wt. %  $\text{SnO}_2$ , 40 wt.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 

【図4】

1.92 wt. %  $\text{SnO}_2$ , 18.4 wt.%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

【図5】

酸化スズなし, 25 wt.%  $\text{Fe}_3\text{O}_5$

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
C 0 9 C	1/62	(2006.01)	C 0 9 C 1/62
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	1/64	(2006.01)	C 0 9 C 1/64
C 0 9 C	1/66	(2006.01)	C 0 9 C 1/66
C 0 9 C	1/00	(2006.01)	C 0 9 C 1/00
A 6 1 K	8/19	(2006.01)	A 6 1 K 8/19
A 6 1 Q	1/00	(2006.01)	A 6 1 Q 1/00
A 6 1 Q	3/00	(2006.01)	A 6 1 Q 3/00
A 6 1 Q	5/00	(2006.01)	A 6 1 Q 5/00
A 6 1 Q	17/00	(2006.01)	A 6 1 Q 17/00
A 6 1 Q	19/00	(2006.01)	A 6 1 Q 19/00
A 6 1 Q	90/00	(2009.01)	A 6 1 Q 90/00

(72)発明者 サイオス , ジェームズ

アメリカ合衆国 , ニューヨーク州 10598 , ヨークタウン ヘイツ , トニ コート 657

(72)発明者 キライル , トーマス

アメリカ合衆国 , コネチカット州 06810 , ダンベリー , グラニエ ドライブ 4

(72)発明者 アウカー , ベティ

アメリカ合衆国 , ニューヨーク州 10562 , オッシニング , ガヌン ドライブ 63

審査官 桜田 政美

(56)参考文献 特表2011-516688 (JP, A)

特開2004-197099 (JP, A)

特開2010-024460 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

C 0 9 C	3 / 0 6
A 6 1 K	8 / 1 9
A 6 1 Q	1 / 0 0
A 6 1 Q	3 / 0 0
A 6 1 Q	5 / 0 0
A 6 1 Q	17 / 0 0
A 6 1 Q	19 / 0 0
A 6 1 Q	90 / 0 0
C 0 9 C	1 / 0 0
C 0 9 C	1 / 0 4
C 0 9 C	1 / 2 4
C 0 9 C	1 / 2 8
C 0 9 C	1 / 3 6
C 0 9 C	1 / 4 0
C 0 9 C	1 / 4 6
C 0 9 C	1 / 6 2
C 0 9 C	1 / 6 4
C 0 9 C	1 / 6 6