

(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
2023年12月21日(21.12.2023)



(10) 国際公開番号

WO 2023/243573 A1

- (51) 国際特許分類:
C01B 33/193 (2006.01) *A61K 8/25* (2006.01)
A61Q 1/12 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2023/021631
- (22) 国際出願日: 2023年6月9日(09.06.2023)
- (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 2022-095198 2022年6月13日(13.06.2022) JP
特願 2023-006655 2023年1月19日(19.01.2023) JP
- (71) 出願人: A G C 株式会社 (AGC INC.) [JP/JP];
〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目
5番1号 Tokyo (JP). A G C エスアイテ
ック株式会社 (AGC SI-TECH CO., LTD.) [JP/
JP]; 〒8080027 福岡県北九州市若松区北湊
町13番1号 Fukuoka (JP).
- (72) 発明者: 有光 慎之介 (ARIMITSU Shinnosuke);
〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番
1号 A G C 株式会社内 Tokyo (JP). 片山 肇
(KATAYAMA Hajime); 〒1008405 東京都千代
田区丸の内一丁目5番1号 A G C 株式会
社内 Tokyo (JP). 近藤 雅史 (KONDO Masashi);
〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番
1号 A G C 株式会社内 Tokyo (JP). 福本 浩
大 (FUKUMOTO Kohta); 〒1008405 東京都千代
田区丸の内一丁目5番1号 A G C 株式会
社内 Tokyo (JP). 加茂 博道 (KAMO Hiromichi);
〒1008405 東京都千代田区丸の内一丁目5番
1号 A G C 株式会社内 Tokyo (JP). 山隅 大
輔 (YAMAZUMI Daisuke); 〒8080027 福岡県北
九州市若松区北湊町13番1号 A G C エス
アイテック株式会社内 Fukuoka (JP).
- (74) 代理人: 弁理士法人栄光事務所 (EIKOH,
P.C.); 〒1050003 東京都港区西新橋一丁
目7番13号 虎ノ門イーストビルデ
ィング10階 Tokyo (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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC,
EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR,
HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG,
KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU,
LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, 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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.
- (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, CV, GH, GM, KE, LR, LS,
MW, MZ, NA, RW, SC, 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, ME, 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:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: SILICA POWDER FOR COSMETIC PREPARATIONS, AND COSMETIC PREPARATION

(54) 発明の名称: 化粧料用シリカ粉末および化粧料

(57) Abstract: The present invention provides a silica powder for cosmetic preparations, the silica powder being composed of amorphous silica particles, wherein the average circularity of the silica particles is 0.75 or more. This silica powder satisfies at least one of the following conditions: (1) the agglomeration degree is 60% or more; (2) the angle of difference between the angle of repose and the angle of fall is 15 degrees or less; and (3) the degree of dispersity is 50% or less.

(57) 要約: 本発明によれば、非晶質のシリカ粒子からなるシリカ粉末であって、前記シリカ粒子の平均円形度が0.75以上であり、前記シリカ粉末は、(1)凝集度が60%以上、(2)安息角と崩潰角との差角が15度以下、および(3)分散度が50%以下の少なくともいずれか1つの条件を満たす、化粧料用シリカ粉末が提供される。



WO 2023/243573 A1

明 細 書

発明の名称：化粧料用シリカ粉末および化粧料

技術分野

[0001] 本発明は、化粧料用シリカ粉末および化粧料に関する。

背景技術

[0002] 化粧料は、使用感や皮膚とのなじみを調整するため、PMMA（メタクリル酸メチルエステル）粒子やナイロン粒子、シリコーン粒子、ポリウレタン粒子などの、非常に微細な樹脂粒子（マイクロプラスチック）が配合される。

マイクロプラスチックは非常に微細であることから、下水処理場での除去が難しく、河川、海洋、池沼等に流れ込み、海洋生態系への影響を及ぼす懸念がある。また、マイクロプラスチックが魚介類に蓄積し、これらを通して人体への影響を及ぼすおそれがある。そのため、化粧料用の樹脂粒子の代替として、環境および人体により優しい素材の開発が求められている。

[0003] 環境および人体に優しい素材としては、シリカ（ SiO_2 ）を主成分とするシリカ粒子が挙げられ、例えば、特許文献1には、多孔質シリカゲルを高温の気体中に分散させて焼成し無孔質化することにより得られた単分散性の無孔質球状シリカを3～70重量%配合した化粧品が提案されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：日本国特許第2921058号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] シリカ粒子からなるシリカ粉末はさらさらとした感触が強く、ナイロン粒子やウレタン粒子のような柔らかい粒子からなる粉末に感じられるしっとりとした感触は得られにくい。

[0006] そこで本発明は、従来のシリカ粉末とは異なった新たな感触を持ち、化粧

料中に配合させることでしっとりとした感触を発現させ得る、化粧料用シリカ粉末を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明者らは鋭意検討した結果、シリカ粉末が特定の条件を満たすことで上記問題点を解決し得ることを見出し、これに基づいて本発明を完成するに至った。

[0008] すなわち、本発明は下記に関するものである。

＜1＞非晶質のシリカ粒子からなるシリカ粉末であって、

前記シリカ粒子の平均円形度が0.75以上であり、

前記シリカ粉末は、下記（1）～（3）の少なくともいずれか1つの条件を満たす、化粧料用シリカ粉末。

（1）凝集度が60%以上

（2）安息角と崩潰角との差角が15度以下

（3）分散度が50%以下

＜2＞50Nの荷重を加えた際の応力緩和率が18%以下である、＜1＞に記載の化粧料用シリカ粉末。

＜3＞50Nの荷重を加えた際のせん断付着力が2.0kPa以上である、

＜1＞又は＜2＞に記載の化粧料用シリカ粉末。

＜4＞比表面積が5m²/g未満である、＜1＞～＜3＞のいずれか1つに記載の化粧料用シリカ粉末。

＜5＞体積基準による累積粒度分布における50%粒子径（D₅₀）が0.5～100μmであり、

体積基準による累積粒度分布における90%粒子径（D₉₀）の体積基準による累積粒度分布における10%粒子径（D₁₀）に対する比（D₉₀/D₁₀）が1.0～5.0である、＜1＞～＜4＞のいずれか1つに記載の化粧料用シリカ粉末。

＜6＞＜1＞～＜5＞のいずれか1つに記載の化粧料用シリカ粉末を含む、化粧料。

<7>さらに、前記化粧料用シリカ粉末以外のシリカ粉末を1種以上含む、
<6>に記載の化粧料。

発明の効果

[0009] 本発明によれば、化粧料中に配合した時にしっとりとした感触を発現させ得る、化粧料用シリカ粉末を提供できる。さらに、そのような化粧料用シリカ粉末を含む化粧料を提供できる。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明について説明するが、以下の説明における例示によって本発明は限定されない。なお、本明細書において、数値範囲を示す「～」は、その前後に記載された数値を下限値及び上限値として含むことを意味する。

[0011] <化粧料用シリカ粉末>

本実施形態の化粧料用シリカ粉末は、非晶質のシリカ粒子からなるシリカ粉末であって、該シリカ粒子の平均円形度が0.75以上であり、シリカ粉末は、下記(1)～(3)の少なくともいずれか1つの条件を満たす。

(1) 凝集度が60%以上

(2) 安息角と崩潰角との差角が15度以下

(3) 分散度が50%以下

ここで、本明細書において、「粉末」とは個々の粒子の集合体を意味する語として用いる。すなわち、シリカ粉末とは、シリカ粒子の集合体を意味する。

[0012] 本実施形態の化粧料用シリカ粉末（以下、単にシリカ粉末と称する）を構成するシリカ粒子は、非晶質である。シリカ粒子が非晶質であることにより、化粧品用途に使用可能なシリカ粉末を提供できる。なお、本明細書において非晶質とは、粉末X線回折法によって結晶を示す回折ピークが認められないことをいう。

[0013] 本実施形態のシリカ粉末を構成するシリカ粒子は、平均円形度が0.75以上である。平均円形度が0.75以上であると、粒子の形状が球状に近くなるので、該シリカ粉末を含む化粧料を肌に塗布する際の伸び広がりが良好

となり得る。平均円形度は、0.80以上であることが好ましく、0.85以上がより好ましく、0.90以上がさらに好ましく、0.95以上が特に好ましい。平均円形度の上限は特に限定されず、1であることが最も好ましい。該平均円形度は、例えば0.75～1である。

[0014] なお、円形度は、粒子画像解析装置（例えば、マルバーン社製、Morpholog i 4）により得られた画像を、上記装置に付属の画像解析ソフトを用いて粒子の面積と周長を求め、下記式に当てはめて算出できる。平均円形度は、20個の粒子の平均値を求めたものである。

円形度＝投影面積の等しい円の周長／粒子の周長

投影面積の等しい円の周長：ある粒子を真上から観察したとき、下の平面に映った粒子の影の面積を求め、この面積に等しい円を計算し、その円の輪郭の長さ

粒子の周長：粒子を真上から観察したとき、下の平面に映った粒子の影の輪郭の長さ

[0015] 本実施形態のシリカ粉末は、以下の（１）～（３）の少なくともいずれか１つの条件を満たす。

（１）凝集度が60％以上

（２）安息角と崩潰角との差角が15度以下

（３）分散度が50％以下

本実施形態のシリカ粉末が、上記条件（１）～（３）の少なくともいずれか１つを満たすことにより、柔らかく、しっとりとした感触を示すため、化粧品へ配合した際においても優れたしっとり感を発現させ得る。

[0016] ここで、本実施形態のシリカ粉末の凝集度が60％以上（条件（１））であると、シリカ粒子間の相互作用が大きく、粒子同士の付着性が向上することで、皮膚上で塗り広げた際に、柔らかく、しっとりした感触が得られる。凝集度は、65％以上が好ましく、70％以上がより好ましく、75％以上がさらに好ましく、80％以上が特に好ましい。また、凝集度の上限は特に限定されず、100％が好ましい。該凝集度は、例えば60～100％であ

る。

凝集度は、パウダーテスト（例えば、ホソカワミクロン社製、型番PT-X）によって測定でき、具体的には、パウダーテストの振動台に、上から目開きが250 μ mの篩、目開き150 μ mの篩、目開き75 μ mの篩を順にセットし、上段の篩（目開きが250 μ m）の上に粉末を2.0g乗せ、1.0mmの振動幅で90秒間振動させて、各篩上に残存した粉末の質量を測定し、下記式に基づき凝集度を算出する。

$$\text{凝集度 (\%)} = \{ (A + B \times 3 / 5 + C \times 1 / 5) / 2 \} \times 100$$

A：上段篩上の粉末の質量、B：中段篩上の粉末の質量、C：下段篩上の粉末の質量

[0017] また、本実施形態のシリカ粉末の安息角と崩潰角との差角が15度以下（条件（2））であると、シリカ粒子間の相互作用が大きいため、付着性が向上し、柔らかく、しっとりとした感触が得られる。該差角は、好ましくは14度以下、より好ましくは13度以下、さらに好ましくは12度以下、特に好ましくは11度以下、最も好ましくは10度以下である。また、該差角は、0度以上が好ましく、0.5度以上がより好ましく、1度以上がさらに好ましい。該差角は、例えば0～15度である。

[0018] ここで、安息角と崩潰角について説明する。

安息角とは、一定の高さの漏斗から粉末を落下させて、自発的に崩れることなく安定を保つ時に、形成する円錐形状の山の斜面と水平面とのなす角度をいう。

本実施形態のシリカ粉末の安息角は、20度以上であることが好ましい。安息角が20度以上であることで、皮膚上にシリカ粉末を塗布した際に均一に広げ得る。安息角は22度以上がより好ましく、25度以上がさらに好ましく、30度以上が特に好ましい。また、伸び広げやすさの観点から、安息角は、80度以下が好ましく、75度以下がより好ましく、70度以下がさらに好ましい。該安息角は、好ましくは20～80度である。

[0019] また、崩潰角とは、安息角の測定で形成した円錐状の山に規定の衝撃を加

えて、円錐の一部を崩潰させたときの円錐の母線と水平面とのなす角度をいう。

本実施形態のシリカ粉末の崩潰角は、20度以上であることが好ましい。崩潰角が20度以上であることで、シリカ粒子同士の付着性が非常に高く、優れたしっとり感が得られる。崩潰角は22度以上がより好ましく、25度以上がさらに好ましく、30度以上が特に好ましい。また、崩潰角は、70度以下が好ましく、65度以下がより好ましく、60度以下がさらに好ましい。該崩潰角は、好ましくは20～70度である。

[0020] 安息角および崩潰角の測定は、パウダーテスタ（例えば、ホソカワミクロン社製、型番PT-X）を用いて測定できる。

具体的には、直径80mmの計測台を水平に設置し、計測台の上方に目開き1.7mmの篩および漏斗（例えば、ステンレス製、上側開口径70mm、下側開口径7mm、傾斜角63度、計測台から漏斗の下側開口部までの高さは7.5cm）を設置する。粉末250mLを篩に静かに入れた後、篩を振幅1.5mmで振動させ、篩および漏斗を通して計測台に落下させ、粉末を円錐形状に堆積させる。次いで、円錐形状を真横から写真撮影し、円錐の母線と水平面との間の角度を1回測定し、安息角とする。崩潰角は、安息角を測定した粉末に対して、装置付属の自動ショッカーにより同一の衝撃を3回与えた後、試料の円錐形状を真横から写真撮影し、円錐の母線と水平面との間の角度を1回測定し、崩潰角とする。

[0021] また、本実施形態のシリカ粉末は、分散度が50%以下（条件（3））であることで、シリカ粒子間の相互作用が大きくなり、付着性が向上し、しっとりした感触が得られる。分散度は45%以下であることが好ましく、40%以下がより好ましく、35%以下がさらに好ましく、30%以下が特に好ましい。また、シリカ粉末の分散度は、0%以上が好ましく、1%以上がより好ましい。該分散度は、例えば0～50%である。

[0022] ここで、分散度（%）とは、一定量のシリカ粉末を測定台に向けて落下させた際の、落下前の粉末の質量と測定台上に落下せずに飛散した質量の割合

である。分散度（％）はパウダーテスタ（例えば、ホソカワミクロン社製、型番P T-X）を用いて測定できる。具体的には、パウダーテスタの分散度測定ユニットの最上部に粉末10gをのせ、該分散度測定ユニットから60cm下部に置いた直径100mmのウォッチグラスの上に粉末を落下させる。ウォッチグラスの上に積もった粉末の質量を秤量し、下記式によって分散度を求める。

$$\text{分散度（％）} = \{ (\text{落下前の粉末の質量（g）} - \text{ウォッチグラスに積もった粉末の質量（g）}) / \text{落下前の粉末の質量（g）} \} \times 100$$

[0023] 本実施形態のシリカ粉末は、上記（１）～（３）のうちいずれか１つの条件のみを満たしてもよいし、上記（１）～（３）のうちいずれか２つの条件を満たしてもよいし、上記（１）～（３）の全ての条件を満たしてもよい。これらの中でも、シリカ粒子同士の付着性を向上させ、しっとり感をより高める観点から、上記（１）～（３）の全ての条件を満たすことが好ましい。

また、上記（１）～（３）のうちいずれか１つもしくは２つの条件のみを満たす場合においては、しっとり感向上の効果が最も顕著に表れることから、条件（１）を満たしていることが特に好ましい。

[0024] （50％粒子径（ D_{50} ））

シリカ粉末の体積基準による累積粒度分布における50％粒子径（ D_{50} ）は、0.5～100 μm であることが好ましい。本実施形態のシリカ粉末の50％粒子径（ D_{50} ）が0.5 μm 以上であれば、シリカ粒子の二次凝集を抑制でき、化粧料中で良好な分散が得られやすくなる。 D_{50} は、0.7 μm 以上であることがより好ましく、0.9 μm 以上がさらに好ましく、1.0 μm 以上が特に好ましい。

また、 D_{50} が100 μm 以下であれば、シリカ粒子が大きすぎないため、化粧料に配合した際の使用感が向上する。 D_{50} は、50 μm 以下であることがより好ましく、20 μm 以下がさらに好ましく、15 μm 以下が特に好ましい。

[0025] また、シリカ粉末の体積基準による累積粒度分布における90％粒子径（

D_{90}) の、体積基準による累積粒度分布における 10% 粒子径 (D_{10}) に対する比 (D_{90}/D_{10}) が 1.0 ~ 5.0 であることが好ましい。本実施形態のシリカ粉末の D_{90}/D_{10} が前記範囲内であると、粗大粒子の低減ならびに微小粒子による比表面積増加が抑制されるため、皮膚上に塗布した際に良好な感触が得られる。 D_{90}/D_{10} は、4.5 以下であることがより好ましく、4.0 以下がさらに好ましく、3.5 以下が特に好ましい。また、 D_{90}/D_{10} は、1.1 以上がより好ましく、1.2 以上がさらに好ましく、1.5 以上が特に好ましい。

[0026] なお、体積基準による累積粒度分布における 10% 粒子径 (D_{10})、50% 粒子径 (D_{50}) および 90% 粒子径 (D_{90}) は、電氣的検知法による粒度分布測定装置（例えば、ベックマン・コールター社製、Multisizer 4 e）を用いて算出できる。

[0027] (せん断付着力)

本実施形態のシリカ粉末は、50N の荷重を加えた際のせん断付着力が 2.0 kPa 以上であることが好ましい。

せん断付着力はシリカ粒子同士の付着性を示し、せん断付着力が大きいほど付着性が強く、シリカ粉末を化粧料に配合した際のしっとり感が向上する。せん断付着力が 2.0 kPa 以上であることにより、しっとり感が強く感じられる。シリカ粉末のせん断付着力は、2.2 kPa 以上がより好ましく、2.4 kPa 以上がさらに好ましく、2.6 kPa 以上が特に好ましい。また、せん断付着力は、5.0 kPa 以下が好ましく、4.5 kPa 以下がより好ましく、4.0 kPa 以下がさらに好ましい。すなわち、シリカ粉末のせん断付着力は 2.0 ~ 5.0 kPa の範囲が好ましい。

[0028] せん断付着力は、粉体層せん断力測定装置（例えば、ナノシーズ社製、型番 NS-S500）を用い、JIS Z 8835:2016 に準じ、以下の条件で測定し、各垂直応力 (x 軸) に応じたせん断応力 (y 軸) をプロットした破壊包絡線 (YL) を得る。YL と y 軸の交点から、せん断付着力が得られる。

条件：セル内径43mm、押し込み隙間0.2mm、押し込み速度0.2mm/秒、応力緩和時間100秒、せん断速度10μm/秒、垂直荷重50N

[0029] (応力緩和率)

応力緩和率はシリカ粉末が荷重により圧密された際の、シリカ粒子再配列の度合いである。応力緩和率が小さいほど、シリカ粒子間の相互作用が大きくなる。これにより、シリカ粒子同士の付着性が向上し、しっとり感が得られる。

本実施形態のシリカ粉末は、50Nの荷重を加えた際の応力緩和率が18%以下であることが好ましい。応力緩和率が18%以下であれば、しっとりとした感触が十分に得られる。シリカ粉末の応力緩和率は、17%以下がより好ましく、16%以下がさらに好ましく、15%以下が特に好ましい。また、応力緩和率の下限は特に限定されず、1%以上が好ましく、3%以上がより好ましい。すなわち、シリカ粉末の応力緩和率は1～18%の範囲が好ましい。

[0030] 応力緩和率は、粉体層せん断力測定装置（例えば、ナノシーズ社製、型番NS-S500）によって測定できる。

具体的には、粉体層に負荷する垂直荷重を50Nとし、予圧密時の粉体層上面の最大垂直荷重a、応力緩和100秒後の粉体層上面の垂直荷重bから、次式を用いせん断開始時の垂直応力に対する応力緩和率(%)を算出できる。

$$\text{応力緩和率}(\%) = (1 - b/a) \times 100$$

[0031] (静摩擦係数)

本実施形態のシリカ粉末は、静摩擦係数が0.50以上であることが好ましい。静摩擦係数が0.50以上であると、肌へ塗り始めた際の抵抗としっとりした感触を両立できる。静摩擦係数は、0.51以上がより好ましく、0.53以上がさらに好ましく、0.54以上が特に好ましい。また、塗り始めの抵抗を抑制する観点から、静摩擦係数は1.00以下が好ましく、0

、 95 以下がより好ましく、 0.90 以下がさらに好ましい。すなわち、シリカ粉末の静摩擦係数は 0.50 ~ 1.00 の範囲が好ましい。

なお、動摩擦係数は、静・動摩擦測定機（例えば、トリニティーラボ社製「TL201Tt」）を用いて測定できる。具体的には、接触子はウレタン製疑似指とし、荷重は 30 gf とし、走査距離は 40 mm とし、走査速度は 10 mm/sec とし、塗布基板は人工皮革サプラーレ（例えば、イデアテックスジャパン株式会社製）とし、シリカ粉末の塗布量は単位面積あたりの嵩容積を $0.8 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ として摩擦係数を測定する。得られる摩擦係数のうち、0 msec から 1,000 msec の範囲の最大値を静摩擦係数とする。

[0032] （動摩擦係数）

本実施形態のシリカ粉末は、動摩擦係数が 0.30 以上であることが好ましい。動摩擦係数が 0.30 以上であると、しっとりした感触を維持したまま皮膚上に塗り広げることができる。動摩擦係数は、0.33 以上がより好ましく、0.35 以上がさらに好ましく、0.36 以上が特に好ましい。また、塗り広げやすさの観点から、動摩擦係数は 0.80 以下が好ましく、0.75 以下がより好ましく、0.70 以下がさらに好ましい。すなわち、シリカ粉末の動摩擦係数は 0.30 ~ 0.80 の範囲が好ましい。

静摩擦係数は、上記静・動摩擦測定機により測定できる。具体的には、上記と同様の方法で摩擦係数を測定し、得られた摩擦係数のうち、1,000 msec から 4,000 msec の範囲の平均値を動摩擦係数とする。

[0033] （ゆるめ嵩密度）

本実施形態のシリカ粉末は、ゆるめ嵩密度が $0.45 \text{ g}/\text{cm}^3$ 以上 $0.85 \text{ g}/\text{cm}^3$ 以下であることが好ましい。ゆるめ嵩密度とは、容器内へ粉末を静かに充填した状態で計測した嵩密度をいう。静かに充填された粉末は、粒子間に多くの隙間が存在している状態となる。ゆるめ嵩密度が上記範囲内であると、シリカ粒子間の相互作用が大きいために隙間が多く、荷重に対する変化率が大きくなることから、しっとり感を得やすくなる。ゆるめ嵩密度は

、 0.47 g/cm^3 以上 0.83 g/cm^3 以下であることがより好ましく、 0.49 g/cm^3 以上 0.81 g/cm^3 以下がさらに好ましく、 0.51 g/cm^3 以上 0.79 g/cm^3 以下が特に好ましい。

[0034] (固め嵩密度)

本実施形態のシリカ粉末は、固め嵩密度が 1.0 g/cm^3 以上 1.5 g/cm^3 以下であることが好ましい。固め嵩密度とは、粉末が静かに充填された容器に一定の振動を与えることで粒子間の隙間を埋めて、再充填した後に測定した嵩密度をいう。固め嵩密度が上記範囲内であると粒子が圧密されるといえる。固め嵩密度は、 1.02 g/cm^3 以上 1.40 g/cm^3 以下であることがより好ましく、 1.04 g/cm^3 以上 1.35 g/cm^3 以下がさらに好ましく、 1.05 g/cm^3 以上 1.30 g/cm^3 以下が特に好ましい。

[0035] なお、ゆるめ嵩密度および固め嵩密度は、パウダーテスタ（例えば、ホソカワミクロン社製、型番PT-X）によって測定できる。

具体的には、シリカ粉末を静かに専用カップに注ぎ、専用カップ口からシリカ粉末が溢れるまで充填させた後、専用カップから溢れた粉末を付属のブレードで表面部分をすり切り、カップも含めて質量を測定する。この値から、予め測定したカップの質量を引いてシリカ粉末の質量を求め、これをカップの内容積で除した値をゆるめ嵩密度とする。

次に、上記専用カップにキャップをはめ、パウダーテスタのタッピングホルダーに設置した後、シリカ粉末を更に充填させ、キャップの上にキャップカバーを取り付ける。次いでこれを180回タッピングする。タッピング終了後、キャップ及びキャップカバーを取り外し、付属のブレードで専用カップの表面部分をすり切り、カップも含めて質量を測定する。この値から、予め測定したカップの質量を引いてシリカ粉末の質量を求め、これをカップの内容積で除した値を固め嵩密度とする。

[0036] (圧縮度)

圧縮度は、粉末に荷重を加えない状態から設定荷重を加えた状態までの粉

末の体積の減少率である。

本実施形態のシリカ粉末は、圧縮度が37%以上であることが好ましい。圧縮度が37%以上であると、皮膚上に塗布する際に荷重に応じてシリカ粉末が圧密されることから、しっとりした感触を感じ得る。圧縮度は38%以上がより好ましく、39%以上がさらに好ましく、39.5%以上が特に好ましい。また、圧縮度は70%以下が好ましく、65%以下がより好ましく、60%以下がさらに好ましく、55%以下が特に好ましい。すなわち、シリカ粉末の圧縮度は37～70%の範囲が好ましい。

圧縮度は、上記ゆるめ嵩密度と固め嵩密度の値を用い、下記式により求められる。

$$\text{圧縮度 (\%)} = \{ (\text{固め嵩密度} - \text{ゆるめ嵩密度}) / \text{固め嵩密度} \} \times 100$$

[0037] (比表面積)

本実施形態のシリカ粉末は、窒素吸着法に基づいて求められる比表面積が $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 未満であることが好ましい。シリカ粉末の比表面積が $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 未満であると、シリカ粒子のシラノール基が低減することで、シリカ粒子間の付着性が向上するため、シリカ粉末を化粧料に配合した際のしっとりとした感触が向上する。

シリカ粉末の比表面積は小さいほどより優れたしっとり感を付与できるため、 $4.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下であることがより好ましく、 $4 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下がさらに好ましく、 $3 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下が特に好ましく、 $2 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下が最も好ましい。また、下限は特に限定されないが、比表面積は $0.1 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上が好ましい。すなわち、シリカ粉末の比表面積は $0.1 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 未満であることが好ましい。

なお、比表面積は、窒素吸着法により吸着等温線を得た後、BETの理論を用いて算出できる。

[0038] (細孔容積)

本実施形態のシリカ粉末の細孔容積は、 $0.1 \text{ cm}^3/\text{g}$ 未満であることが好ましい。ここで、細孔容積とは、細孔直径が1～100 nmの細孔に由来

する細孔容積を意味する。焼成によりシリカ成分を溶解させ、無孔質化することで比表面積を低下させるため、細孔容積は $0.1 \text{ cm}^3/\text{g}$ 未満であることが好ましい。

シリカ粉末の細孔容積は、 $0.08 \text{ cm}^3/\text{g}$ 以下であることがより好ましく、 $0.06 \text{ cm}^3/\text{g}$ 以下がさらに好ましく、 $0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$ 以下が特に好ましい。シリカ粉末の細孔容積の下限値は特に限定されないが、 $0 \text{ cm}^3/\text{g}$ 以上であることが好ましく、 $0.001 \text{ cm}^3/\text{g}$ 以上がより好ましく、 $0.005 \text{ cm}^3/\text{g}$ 以上がさらに好ましい。すなわち、シリカ粉末の細孔容積は $0 \text{ cm}^3/\text{g}$ 以上 $0.1 \text{ cm}^3/\text{g}$ 未満であることが好ましい。

なお、細孔容積は、窒素吸着法によりB J H法を用いて算出できる。

[0039] (粒子強度)

また、本実施形態のシリカ粉末は、粒子強度が 10 MPa 以上であることが好ましい。粒子強度が 10 MPa 以上であると、シリカ粉末を構成する粒子が崩壊し難い強度を有するので、化粧料配合時の感触が良好となる。

シリカ粉末の粒子強度は、 15 MPa 以上であることがより好ましく、 20 MPa 以上がさらに好ましく、 25 MPa 以上が特に好ましく、特に上限は限定されない。

なお、シリカ粉末の粒子強度は、微小圧縮試験機（例えば、株式会社島津製作所製、MCT-510）を用いて測定できる。本実施形態において、粒子強度は、40個のシリカ粒子の圧縮強度を測定し、その平均値により求める。

[0040] (ナトリウム濃度)

本実施形態のシリカ粉末は、ナトリウムを $1 \sim 300 \text{ ppm}$ の濃度で含んでいてもよい。ナトリウムを上記範囲内の濃度で含むことで、結晶化を抑制しつつ、高温での焼成が可能となる。ナトリウム濃度は 2 ppm 以上であることが好ましく、 3 ppm 以上がより好ましく、 10 ppm 以上がさらに好ましい。また、ナトリウムの濃度は 200 ppm 以下であることが好ましく、 200 ppm 未満がより好ましく、 150 ppm 以下がさらに好ましく、

100ppm以下が特に好ましく、50ppm以下が最も好ましい。

[0041] 本実施形態のシリカ粉末を構成するシリカ粒子は、本発明の効果を妨げない範囲において、ナトリウム以外の不純物元素を含んでいてもよい。他の不純物元素としては、例えば、Mg、Ca、Al、Fe、Ti等が挙げられる。

他の不純物元素の各濃度は、500ppm以下であることが好ましく、300ppm以下がより好ましく、100ppm以下がさらに好ましい。

ナトリウムおよび他の不純物元素の濃度は、シリカ粉末に過塩素酸とフッ酸を加えて強熱し主成分のケイ素を除去したのちに誘導結合プラズマ（ICP）発光分析で測定できる。

[0042] （吸油量）

本実施形態のシリカ粉末を構成するシリカ粒子は、無孔質粒子であることが好ましい。多孔質粒子であると、吸油量が大きくなり、シリカ粒子間の付着性が低減することで、しっとりした感触が減少するおそれがある。具体的には、シリカ粉末の吸油量は、100ml/100g以下であることが好ましく、70ml/100g以下であることがより好ましく、50ml/100g以下であることが最も好ましい。下限値は特に限定されないが、吸油量を20ml/100g以下とすることは実質的に困難である。

吸油量の測定は、JIS K5101-13-2:2004に従い煮亜麻仁油を用いることが好ましい。

[0043] <化粧料用シリカ粉末の製造方法>

本実施形態のシリカ粉末は、例えば、球状のシリカ前駆体を形成し、該シリカ前駆体を熱処理することにより得られる。

[0044] シリカ前駆体は、製造により得てもよいし、市販品を用いてもよい。シリカ前駆体の製造方法としては、例えば、湿式法、造粒法が挙げられる。

[0045] 湿式法とは、シリカ源として液体のものを扱い、これをゲル化させることで球状のシリカ粒子の原料を得る工程を含む方式を指す。造粒法は、シリカ微粒子を用いてバインダー等を用いて球形に成型する方法である。これらの

中でも、粒度分布を制御することが可能で球状粒子をつくるのが可能な湿式法を用いることで、球状のシリカ粒子を形成できるので、粉碎等により粒子の形状を整える必要が無く、結果、比表面積の小さい粒子が得られる。また、湿式法は、平均粒子径に対して大幅に小さい粒子が生成しにくく、焼成後に比表面積が小さくなりやすい傾向がある。また、湿式法では、シリカ源の不純物を調整することで、チタンなどの不純物元素の量を調整でき、さらに前述の不純物元素を、粒子中に均一に分散させた状態とすることができる。

[0046] 湿式法としては、例えば、噴霧法、エマルション・ゲル化法等が挙げられる。エマルション・ゲル化法としては、例えば、シリカ前駆体を含む分散相と連続相とを乳化し、得られたエマルションをゲル化して球状のシリカ前駆体を得る。乳化方法としては、シリカ前駆体を含む分散相を連続相に微小孔部または多孔質膜を介して供給しエマルションを作製する方法が好ましい。これによって、均一な液滴径のエマルションを作製して、結果として均一な粒子径のシリカ粒子からなるシリカ粉末が得られる。ここで、乳化時の攪拌速度を調整することによって、シリカ粒子の粒子径を調整できる。

このような乳化方法としては、マイクロミキサー法や膜乳化法を用いることができる。例えば、マイクロミキサー法は国際公開第2013/062105号に開示されている。

[0047] 湿式法により得られるシリカ前駆体は、多孔質であることが好ましい。多孔質のシリカ前駆体であることで、シリカ前駆体を焼成しシリカ粒子を得る際に、無孔質の原料を粉碎したものを焼成して作るシリカ粒子に比べて、シリカ粒子の形状や、粉末の粒度分布などが制御されたものを得ることが容易になる。また、多孔質のシリカ前駆体は、加熱により、内部の細孔構造を構成する数nm～数10nmの一次粒子が溶融し表面積が低下し、さらに細孔が埋まっていく。ナトリウムが存在すると融点が下がることも知られている。

ここで、シリカ前駆体が多孔質であるとは、シリカ前駆体中に孔が均等に

分布していることをいう。

[0048] 湿式法により得られるシリカ前駆体の細孔容積は、 $0.05 \sim 2.2 \text{ ml/g}$ であることが望ましい。シリカ前駆体の細孔容積が 0.05 ml/g 以上であると、焼成時にシリカ粒子が十分に収縮し、比表面積を小さくできる。また、シリカ前駆体の細孔容積が 2.2 ml/g 以下であると、焼成前の仕込みかさ密度が大きくなり過ぎるのを抑制し、生産性を向上できる。シリカ前駆体の細孔容積は、 $0.1 \sim 2.2 \text{ ml/g}$ がより好ましく、 $0.3 \sim 2.2 \text{ ml/g}$ がより好ましく、 $0.3 \sim 1.8 \text{ ml/g}$ がさらに好ましく、 $0.6 \sim 1.8 \text{ ml/g}$ が特に好ましく、 $0.7 \sim 1.5 \text{ ml/g}$ が最も好ましい。

[0049] 細孔容積は、上記した同様の方法で測定できる。

[0050] 湿式法により得られるシリカ前駆体の強熱減量は、 $5.0 \sim 15.0$ 質量％であるのが望ましい。強熱減量は、シリカ前駆体に付着している付着水と、シリカ前駆体に含まれるシラノール基の縮合により発生する水との総和となっており、シリカ前駆体が適度なシラノール基を持つことで、焼成時に縮合が進み、シラノール基が減りやすくなる。シラノール基が減ることで、シリカ粒子が帯電し、シリカ粒子間の相互作用が増大する。強熱減量が多過ぎると、焼成時の収率が低下し、生産性が悪化するおそれがあることから、シリカ前駆体の強熱減量は、 15.0 質量％以下が好ましく、 13.0 質量％以下がより好ましく、 12.0 質量％以下が最も好ましい。強熱減量が少な過ぎると、焼成時にシラノール基が残りやすくなるため、シリカ前駆体の強熱減量は、 5.0 質量％以上が好ましく、 6.0 質量％以上がより好ましく、 7.0 質量％以上が最も好ましい。

ここで、強熱減量は、JIS K 0067 (1992) に準拠して、シリカ前駆体 1 g を、 850°C で 0.5 時間加熱乾燥したときの質量減量として求める。

[0051] 湿式法により得られるシリカ前駆体の平均細孔径は、 $1.0 \sim 50.0 \text{ nm}$ であることが好ましい。平均細孔径が 1.0 nm 以上であるとシリカ粒子

内部まで均質に無孔質化できる。平均細孔径が50.0nm以下であると焼成により細孔を残さずにシリカ粒子を緻密化（低比表面積化）できるので、しっとりした感触が得られる。平均細孔径は、2.0～40.0nmがより好ましく、3.0～30.0nmがさらに好ましく、4.0～20.0nmが特に好ましい。

[0052] 平均細孔径は、比表面積・細孔分布測定装置（例えば、マイクロトラック・ベル社製「BELSORP-mini II」、マイクロメリテック社製「トライスターII」等）を用いた窒素吸着法に基づくBET法により求められる。

[0053] また湿式法により得られるシリカ前駆体は、230℃で12時間乾燥したときの質量の減少率が10%以下であるのが好ましい。かかる質量の減少率が10%以下であると、シリカ前駆体をその粒子同士が接した状態で焼成したときに粒子同士の焼結が起こり難く、球状のシリカ粒子が得られやすい。

かかる質量の減少率は、9%以下であるのがより好ましく、8%以下がさらに好ましく、6%以下が特に好ましく、また、230℃で12時間乾燥しても質量変化がないものが望ましいため、下限は特に限定されない。

[0054] 得られたシリカ前駆体の含水量が多く、230℃で12時間乾燥したときの質量の減少率が10%を超えるときは10%以下になるまで乾燥させるのが好ましい。乾燥手段としては、例えば、スプレードライヤー、乾燥機での静置乾燥、乾燥空気の通風処理等が挙げられる。

[0055] シリカ前駆体に対する熱処理の手段としては特に限定されないが、静置による熱処理、回転炉による熱処理、噴霧燃焼による熱処理等が挙げられる。静置による熱処理には、静置式の電気炉、ローラーハースキルン、トンネル炉に分類される連続炉等が使用できる。回転炉による熱処理には、水平回転炉（ロータリーキルン）、回転式管状炉等が使用できる。これらの中でも、焼成の均一性の観点から、連続炉あるいは、回転炉による熱処理により焼成するのが好ましい。ここで、熱処理時の温度を調整することによって、シリカ粉末の凝集度、安息角、崩潰角、分散度、比表面積、せん断付着力、応力

緩和率、圧縮度、摩擦係数等を調整できる。

[0056] 熱処理温度は、700℃以上であるのが好ましく、800℃以上がより好ましく、900℃以上がさらに好ましく、1000℃以上が特に好ましい。また、結晶化を抑制する観点から、熱処理温度は1600℃以下であるのが好ましく、1500℃以下がより好ましく、1400℃以下がさらに好ましい。すなわち、熱処理温度は、700℃以上1600℃以下であるのが好ましい。

[0057] 焼成時間は、使用する焼成装置や焼成時間に応じて適宜調整すればよいが、例えば、0.5～50時間で行うのが好ましく、1～10時間がより好ましい。

[0058] 焼成時の雰囲気は、酸素を含む雰囲気であっても、酸素を含まない雰囲気であってもよい。湿式法でシリカ前駆体を得る場合には、乳化剤等の有機物を利用することが多く、シリカ前駆体中に有機物が残存する場合が多い。有機物を含むシリカ前駆体を焼成する場合に、酸素が少ない条件では有機物が炭化するため、着色の原因になる。よって、シリカ前駆体が有機物を含む場合は、好ましくは酸素を含む雰囲気、より好ましくは大気雰囲気下で焼成を行う。

[0059] また、焼成時において、シリカ前駆体を粒子同士が接する状態で焼成することが好ましい。粒子同士が接する状態で焼成することで、小さな容積で焼成することが可能となるため、例えばシリカ前駆体を気体中に分散させて焼成する場合と比べて焼成時の温度ムラや時間ムラが小さくなり、品質の一定なシリカ粒子が得られる。シリカ前駆体を気体中に分散させる噴霧燃焼法では火炎中央部から原料粉体を吹き込む場合であっても、同時に吹き込むガスの温度、原料の分散状態、火炎を通過する部分の違いによる温度差、火炎を通過するまでの時間の差、装置内の気流（流速）分布に伴う冷却されるまでの時間、これらすべてが焼成条件のばらつきにつながる。シリカ前駆体をその粒子同士が接する状態で焼成することで各シリカ前駆体における焼成条件を均一にし、一定の品質を保てる。

- [0060] シリカ粒子は、焼成後に粒子同士が弱く焼結している場合があるので、その場合は解砕を行ってもよい。解砕は本発明の効果を損なわないよう、平均円形度や比表面積を保つために粒子の平均円形度が0.75を下回らないように行うのが好ましい。また、解砕処理により比表面積が上昇しないのが好ましい。解砕処理で比表面積が大きく増大することは、一部のシリカ粒子が粉碎されていることや、表面に微細な損壊が生じて微粉が発生していることを意味する。比表面積の上昇は、シリカ粉末を化粧料に配合した際のしっとり感の低下につながるため好ましくない。
- [0061] 解砕は、例えば、サイクロンミル、ジェットミル等の解砕装置を用いて行うことができ、また、振動篩を用いても解砕が可能である。
- [0062] 焼成により得られたシリカ粒子は、シランカップリング剤で表面処理してもよい。この工程により、シリカ粉末を構成するシリカ粒子の表面に存在するシラノール基とシランカップリング剤とが反応し、表面のシラノール基が減少して、油中での分散性を向上させることもできる。
- [0063] 表面処理の条件は特に制限はなく、一般的な表面処理条件でよく、湿式処理法や乾式処理法を用いることができる。均一な処理を行う観点から、湿式処理法が好ましい。
- [0064] 表面処理に用いるシランカップリング剤としては、アミノシラン系カップリング剤、エポキシシラン系カップリング剤、メルカプトシラン系カップリング剤、シラン系カップリング剤、オルガノシラザン化合物等が挙げられる。これらは1種または2種以上を組み合わせ使用してもよい。
- [0065] 具体的に表面処理剤としては、アミノプロピルメトキシシラン、アミノプロピルトリエトキシシラン、ウレイドプロピルトリエトキシシラン、N-フェニルアミノプロピルトリメトキシシラン、N-2（アミノエチル）アミノプロピルトリメトキシシラン等のアミノシラン系カップリング剤、グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、グリシジルブチルトリメトキシシラン、（3，4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリメトキシ

シラン等のエポキシシラン系カップリング剤、メルカプトプロピルトリメトキシシラン、メルカプトプロピルトリエトキシシラン等のメルカプトシラン系カップリング剤、メチルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、オクタデシルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、メタクロキシプロピルトリメトキシシラン、イミダゾールシラン、トリアジンシラン等のシラン系カップリング剤、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCl}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_2$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCl}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCl}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_3\text{H}_7)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{C}_7\text{F}_{15}\text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{C}_8\text{F}_{17}-\text{O}-\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2-\text{O}-\text{C}_3\text{H}_6\text{SiCl}_3$ 、 $\text{C}_3\text{F}_7-\text{O}-(\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2-\text{O})_2-\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 等のフッ素含有シランカップリング剤、ヘキサメチルジシラザン、ヘキサフェニルジシラザン、トリシラザン、シクロトリシラザン、1, 1, 3, 3, 5, 5-ヘキサメチルシクロトリシラザン等のオルガノシラザン化合物等が挙げられる。

[0066] シランカップリング剤の処理量としては、シリカ粒子100質量部に対して、0.01質量部以上であることが好ましく、0.02質量部以上がより好ましく、0.10質量部以上がさらに好ましく、また、5質量部以下であることが好ましく、2質量部以下がより好ましい。

[0067] シランカップリング剤で処理する方法としては、例えば、シリカ粒子にシランカップリング剤をスプレーする乾式法や、シリカ粒子を溶剤に分散させてからシランカップリング剤を加えて反応させる湿式法等が挙げられる。

[0068] なお、シリカ粒子の表面がシランカップリング剤で処理されていることはIRによるシランカップリング剤の置換基によるピークの検出により確認できる。また、シランカップリング剤の付着量は、炭素量により測定できる。

[0069] シリカ粉末は上記の方法によりシリカ粒子の集合体として得られる。なお、上記により得られるシリカ粒子は非晶質である。

[0070] <化粧料>

本実施形態の化粧料は、本実施形態の化粧料用シリカ粉末を含む。上述の通り、本実施形態の化粧料用シリカ粉末は、化粧料中に配合させるとしっとりとした感触を発現させ得るため、本実施形態の化粧料はしっとりとした感触を示す。

[0071] 本実施形態の化粧料中における本実施形態の化粧料用シリカ粉末の含有割合は、適宜調整され得る。

[0072] 本実施形態の化粧料は、本実施形態の化粧料用シリカ粉末以外に、一般的に化粧料に用いられ得る他の成分が含まれていてもよい。他の成分としては、例えば、水、油剤成分、水混和性有機溶剤、UV吸収剤、酸化防止剤、防腐・抗菌剤、香料、界面活性剤、増粘剤、無機粉体、酸、アルカリ、糖などを含んでいてもよい。本実施形態に係る化粧料中の、これらの他の成分の含有割合は、使用目的によって適宜調整され得る。

[0073] また、本実施形態に係る化粧料は、本実施形態のシリカ粉末に加え、本実施形態のシリカ粉末以外のシリカ粉末を1種以上含んでいてもよい。本実施形態のシリカ粉末以外のシリカ粉末を含むことで、樹脂に近い感触、すなわち、柔らかく、しっとりとした感触に調整し得る。

本実施形態のシリカ粉末以外のシリカ粉末の形状としては、真球状、鱗片状、板状、バルーン状、破碎状であることが好ましく、真球状であることがより好ましい。

[0074] 本実施形態に係る化粧料は、配合や目的に応じて任意の適切な性状になり得る。このような性状としては、例えば、粉状、液状、クリーム状、ジェル状、ゲル状、スティック状などが挙げられる。

[0075] 本実施形態に係る化粧料としては、例えば、化粧用下地、ファンデーション、化粧クリーム、サンスクリーン、化粧水、乳液、美容液、パック料、洗顔料、アイカラー、口紅、リップクリーム、デオドラント、制汗剤、水系ジ

エルなどが挙げられる。

実施例

[0076] 以下、本発明を実施例により詳しく説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。以下の説明において、共通する成分は同じものを用いている。

例1～6は実施例であり、例7～9は比較例であり、例10は参考例である。

[0077] (例1)

分散相として、3号ケイ酸ソーダ（AGCエスアイテック社製、ケイ酸ナトリウム水溶液、 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ （モル比）＝3、 SiO_2 濃度＝24質量％）を30g用いた。

連続相として、*n*-デカン（東ソー株式会社製、HC-250、 $\text{C}_{10}\text{H}_{22}$ ）に予め界面活性剤としてモノオレイン酸ソルビタン（三洋化成株式会社製、イオネットS80）を0.7質量％溶解させたものを150g用いた。

連続相である界面活性剤入り*n*-デカンをホモジナイザー（株式会社マイクロテック・ニチオン製、ヒスコترون、ジェネレーターシャフトNS-30UG/20P）で攪拌しながら、分散相である3号ケイ酸ソーダを加えて、13,000rpmで5分間攪拌乳化した。

得られた乳化液をスリーワンモーターで攪拌しながら、炭酸ガスを0.4L/minの速度で20分間吹き込むことでシリカを析出させた。

その後、油相を除去して得たシリカゲルを含有する水相を室温で攪拌しながら、硫酸をpH2になるまで添加した後、温浴80℃で1時間攪拌し残留デカンの除去を行った。残留溶媒除去後のスラリーは、ナトリウム（Na）量を調整する目的で、硫酸でpH1に調整した酸性脱塩水を40ml/g- SiO_2 かけ流してろ過洗浄を行い、さらに80℃に加熱した脱塩水で洗液のpHが5以上になるまでろ過洗浄を行った。得られたスラリーをスプレードライヤー（日本ビュッヒ株式会社製、ミニスプレードライヤーB290）で乾燥し、シリカ前駆体を得た。

得られたシリカ前駆体をアルミナ坩堝に入れ、電気炉にて1200℃で1時間加熱処理した。なお、加熱処理時の熱履歴を把握するため、リファサーモ（セラミック粉末を成形したもので、熱履歴に応じて精度よく収縮する）を同じ電気炉内にセットした。リファサーモの指示温度は1200℃であった。

加熱処理後のシリカ粒子を室温まで冷却し、目開き150 μ mのステンレス篩とゴムへらを利用して粗凝集したシリカ粒子を解砕しながら篩下を回収し、シリカ粒子の集合体である例1のシリカ粉末を得た。

[0078] (例2)

ホモジナイザーの回転数を10000rpmに変更した以外、例1と同様の操作でシリカ粉末を得た。

[0079] (例3)

ホモジナイザーの回転数を5000rpmに変更した以外、例1と同様の操作でシリカ粉末を得た。

[0080] (例4)

加熱処理温度を1165℃に変更した以外、例1と同様の操作でシリカ粉末を得た。

[0081] (例5)

加熱処理温度を1090℃に変更した以外、例1と同様の操作でシリカ粉末を得た。

[0082] (例6)

例1で得られたシリカ粉末と、他のシリカ粉末（AGCエスアイテック社製、サンスフェアNP-30）とを、質量比1：1で混合し、シリカ粉末を得た。

[0083] (例7)

シリカ粉末として、AGCエスアイテック社製のサンスフェアNP-20を準備した。

[0084] (例8)

シリカ粉末として、AGCエスアイテック社製のサンスフェアNP-30を準備した。

[0085] (例9)

シリカ粉末として、AGCエスアイテック社製のサンスフェアNP-100を準備した。

[0086] (例10)

ナイロン粉末として、アルケマ株式会社製Orgasol 2002 EXD NAT COSを用意した。

[0087] 例1～例9のシリカ粉末について粉末X線回折測定を実施した結果、いずれも非晶質のシリカ粒子により構成されていることがわかった。

[0088] また、例1～例9のシリカ粉末および例10のナイロン粉末について、以下の測定を行った。結果を表1に示す。

[0089] <粒子の平均円形度>

粉末を走査型電子顕微鏡（日本電子株式会社製、JCM-7000）により撮影し、画像解析ソフト（マルバーン社製粒子画像解析装置「Morpho-log i 4」に付属の画像解析ソフト）を用いて粒子の面積と周長を求め、下記式に当てはめて算出した。20個の粒子の円形度の平均値を求めたものを平均円形度とした。

円形度＝投影面積の等しい円の周長／粒子の周長

投影面積の等しい円の周長：ある粒子を真上から観察したとき、下の平面に映った粒子の影の面積を求め、この面積に等しい円を計算し、その円の輪郭の長さ

粒子の周長：粒子を真上から観察したとき、下の平面に映った粒子の影の輪郭の長さ

[0090] <粉末の50%粒子径 (D_{50})、90%粒子径 (D_{90}) の10%粒子径 (D_{10}) に対する比 (D_{90}/D_{10}) >

粉末に蒸留水を加えて0.05質量%スラリーとした後、超音波洗浄機により周波数45kHzで2分間処理し、電気的検知法の粒度分布測定装置（

ベックマン・コールター社製、Multisizer 4 e) を用いて、体積基準による累積粒度分布における 50% 粒子径 (D_{50}) を算出した (設定: アパチャー径 50 μm 、有効 N 数 50, 000、カレント 800 μA 、ゲイン 4、攪拌スピード 15、電解液アイソトン)。

また、上記と同様の手順で、体積基準による累積粒度分布における 90% 粒子径 (D_{90}) と 10% 粒子径 (D_{10}) とを算出し、得られた値から D_{90} の D_{10} に対する比 (D_{90}/D_{10}) を算出した。

[0091] <粉末の比表面積>

粉末を 230℃ で減圧乾燥して水分を完全に除去し、試料とした。この試料について、マイクロメリティック社製の自動比表面積・細孔分布測定装置「トライスター II」にて、窒素ガスを用いて多点 BET 法により比表面積を求めた。

[0092] <粉末のせん断付着力>

粉体層せん断力測定装置 (ナノシーズ社製、NS-S500 型) を用い、JIS Z 8835:2016 に準じ、以下の条件で測定し、各垂直応力 (x 軸) に応じたせん断応力 (y 軸) をプロットした破壊包絡線 (YL) を得た。YL と y 軸の交点から、せん断付着力を求めた。

条件: セル内径 43 mm、押し込み隙間 0.2 mm、押し込み速度 0.2 mm/秒、応力緩和時間 100 秒、せん断速度 10 μm /秒、垂直荷重 50 N

[0093] <粉末の応力緩和率>

粉体層せん断力測定装置 (ナノシーズ社製、NS-S500 型) を用い、粉体層に負荷する垂直荷重を 50 N とし、予圧密時の粉体層上面の最大垂直荷重 a、応力緩和 100 秒後の粉体層上面の垂直荷重 b から、次式を用いせん断開始時の垂直応力に対する応力緩和率 (%) を算出した。

$$\text{応力緩和率 (\%)} = (1 - b/a) \times 100$$

[0094] <粉末のゆるめ嵩密度、固め嵩密度、凝集度、安息角、崩潰角、差角、および分散度>

ホソカワミクロン社製パウダーテスター（型番：PT-X）を用いて測定を行った。

[0095]（ゆるめ嵩密度）

内容積100mLの専用カップに粉末を静かに注ぎ、カップから粉末が溢れるまで充満させた。カップから溢れた粉末を付属のブレードですり切り、カップの質量も含めて質量を測定した。この値から、予め測定したカップの質量を引いて粉末の質量を求め、これを上記カップの内容積で除して、ゆるめ嵩密度を算出した。

[0096]（固め嵩密度）

ゆるめ嵩密度の測定後、上記専用カップにキャップをはめ、パウダーテストのタッピングホルダーに設置した後、粉末を更に充満させ、キャップの上にキャップカバーを取り付けた。次いで、これを180回タッピングした。タッピング終了後、キャップ及びキャップカバーを取り外し、付属のブレードでカップの表面部分をすり切り、上記カップも含めて質量を測定した。この値から、予め測定したカップの質量を引いてシリカ粉末の質量を求め、これを上記カップの内容積で除して、固め嵩密度を算出した。

[0097]（圧縮度）

上記固め嵩密度及びゆるめ嵩密度の値から、下記式に基づいて圧縮度を測定した。

$$\text{圧縮度 (\%)} = \{ (\text{固め嵩密度} - \text{ゆるめ嵩密度}) / \text{固め嵩密度} \} \times 100$$

[0098]（凝集度）

パウダーテストの振動台に、上から目開き250μmの篩、目開き150μmの篩、目開き75μmの篩を順にセットし、上段の篩（目開きが250μm）の上に粉末を2.0g乗せ、1.0mmの振動幅で90秒間振動させて、各篩上に残存した粉末の質量を測定し、下記式に基づき凝集度を算出した。

$$\text{凝集度 (\%)} = \{ (A + B \times 3 / 5 + C \times 1 / 5) / 2 \} \times 100$$

A：上段篩上の粉末の質量、B：中段篩上の粉末の質量、C：下段篩上の

粉末の質量

[0099] (安息角)

直径 80 mm の計測台を水平に設置し、計測台の上方に目開き 1.7 mm の篩および漏斗（ステンレス製、上側開口径 70 mm、下側開口径 7 mm、傾斜角 63 度、計測台から漏斗の下側開口部までの高さは 7.5 cm）を設置した。粉末 250 mL を篩に静かに入れた後、篩を振幅 1.5 mm で振動させ、篩および漏斗を通して計測台に落下させ、粉末を円錐形状に堆積させた。次いで、円錐形状を真横から写真撮影し、円錐の母線と水平面との間の角度を測定した。1 回の測定の数平均値を安息角とした。

[0100] (崩潰角)

安息角を測定した粉末に対して、装置付属の自動ショッカーにより同一の衝撃を 3 回加えた後、試料の円錐形状を真横から写真撮影し、円錐の母線と水平面との間の角度を測定した。1 回の測定の数平均値を崩潰角とした。

[0101] (差角)

安息角と崩潰角との差角を算出した。

[0102] (分散度)

分散度測定ユニットの最上部に粉末 10 g をのせ、分散度測定ユニットから 60 cm 下部に置いた直径 100 mm のウォッチグラスの上に粉末を落下させた。ウォッチグラス上に積もった粉末の質量から、次式を用いて分散度 (%) を計算した。

$$\text{分散度 (\%)} = \{ (\text{落下前の粉末の質量 (g)} - \text{ウォッチグラスに積もった粉末の質量 (g)}) / \text{落下前の粉末の質量 (g)} \} \times 100$$

[0103] <粉末の摩擦特性評価>

(静摩擦係数)

静・動摩擦測定機（トリニティーラボ社製、TL201Tt 型）を用い、接触子はウレタン製疑似指とし、荷重は 30 gf とし、走査距離は 40 mm とし、走査速度は 10 mm/sec とし、塗布基板は人工皮革サプラーレ（イデアテックスジャパン株式会社製）とし、粉末の塗布量は単位面積あたり

の嵩容積を $0.8 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ として摩擦係数を測定した。得られる摩擦係数のうち、 0 msec から $1,000 \text{ msec}$ の範囲の最大値を静摩擦係数とした。

[0104] (動摩擦係数)

静・動摩擦測定機（トリニティーラボ社製、TL201Tt型）を用い、上記と同様の方法で摩擦係数を測定し、得られた摩擦係数のうち、 $1,000 \text{ msec}$ から $4,000 \text{ msec}$ の範囲の平均値を動摩擦係数とした。

[0105] <感触評価>

(粉末：例1～10)

上記で得られた例1～10の粉末の感触について、下記の手順に従って、5名のパネラーにより官能評価を行った。評価結果は、表1に示す。

(手順)

適量（ミクロスパーテル一匙程度）の粉末を手の甲もしくは前腕内側に取り、指で馴染ませた。このとき、「しっとり感」および「柔らかさ」について、下記基準により評価した。各項目の平均点を算出し、感触を評価した。

〔しっとり感〕

5点：しっとり

1点：ドライ

〔柔らかさ〕

5点：柔らかい

1点：硬い

[0106]

[表1]

表 1		例 1	例 2	例 3	例 4	例 5	例 6	例 7	例 8	例 9	例 1 0
物性	平均円形度	—	0.976	0.982	0.968	0.962	0.971	0.966	0.973	0.967	0.735
	D ₁₀	μ m	1.9	2.5	4.9	1.9	1.8	2.3	1.7	2.6	—
	D ₅₀	μ m	3.7	4.1	9.7	3.6	3.7	3.9	3.1	4.4	11.7
	D ₉₀	μ m	4.2	7.0	15.7	4.3	4.2	5.7	3.9	7.2	—
	D ₉₀ /D ₁₀	—	2.2	2.8	3.2	2.3	2.3	2.5	2.3	3.1	—
粉体層せん断試験	比表面積	m ² /g	1.2	0.8	0.4	2.3	4.0	16	60	32	—
	せん断付着力 (50N)	kPa	3.6	2.9	2.6	3.3	2.8	2.9	1.9	1.8	2.6
	応力緩和率 (50N)	%	14	11	9	12	11	26	36	31	30
	ゆるめ嵩密度	g/cm ³	0.51	0.55	0.75	0.53	0.53	0.59	0.59	0.59	0.3
	固め嵩密度	g/cm ³	1.09	1.12	1.24	1.07	1.08	0.98	0.89	0.94	0.5
パウダーテスト	圧縮度	%	53.3	50.8	39.9	52.6	51.4	40.3	33.7	36.9	39.2
	凝集度	%	100	99.2	98	99.4	99.6	67.4	50	45.5	58.1
	安息角	deg(°)	42	32	41	39	41	47	44	32	46
	崩潰角	deg(°)	33	31	33	32	33	27	26	16	31
	差角	deg(°)	9	1	8	7	8	20	18	16	15
摩擦特性	分散度	%	3.9	3	11	4.1	5.2	24.1	65.7	55.5	28.4
	静摩擦係数	—	0.89	0.87	0.54	0.75	0.67	0.46	0.42	0.46	0.49
	動摩擦係数	—	0.7	0.63	0.38	0.56	0.49	0.34	0.25	0.19	0.25
感触評価	しっとり感	—	4.6	4.2	3.4	4.4	3.8	3.2	2.2	1.4	4.2
	柔らかさ	—	4.6	4.2	3.2	4.2	3.8	3.2	2.2	2.4	4.2

[0107] 表 1 に示す結果より、実施例である例 1 ～ 6 のシリカ粉末は、比較例と比べて優れたしっとり感と柔らかな感触を示した。一方、比較例である例 7 ～ 9 のシリカ粉末は、凝集度が 60 %未満であり、安息角と崩潰角との差角が 15 度超であり、分散度が 50 %超であったため、しっとり感と柔らかさに関する感触が劣った。

[0108] <化粧品>

(パウダーファンデーション：例 11 ～ 18)

下記表 2 に記載の組成に従い、パウダーファンデーションを調製した。

(製造方法)

1) A 群を秤量し、ヘンシェルミキサー (HANIL ELECTRIC CO., LTD 製、ハニルミキサー、型式 LM-110T) で均一となるよう 30 秒で 3 回混合した。

2) B 群を秤量し、スパチュラで均一に混合した。

3) B 群を、混合し均一となった A 群に添加し、ヘンシェルミキサーで均一となるよう 30 秒で 3 回混合することでパウダーファンデーションを得た。

[0109]

[表2]

		(配合量: 質量%)										
表 2		例 1.1	例 1.2	例 1.3	例 1.4	例 1.5	例 1.6	例 1.7	例 1.8			
A	ステアリン酸Mg処理タルク (※1)	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19	62.19			
	ステアリン酸Mg処理マイカ (※2)	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00	22.00			
	例1の粒子	10.00	-	-	-	-	-	-	-			
	例2の粒子	-	10.00	-	-	-	-	-	-			
	例5の粒子	-	-	10.00	-	-	-	-	-			
	例6の粒子	-	-	-	10.00	-	-	-	-			
	例7の粒子	-	-	-	-	10.00	-	-	-			
	例8の粒子	-	-	-	-	-	10.00	-	-			
	例9の粒子	-	-	-	-	-	-	10.00	-			
	例10の粒子	-	-	-	-	-	-	-	-			
B	ステアリン酸Mg処理二酸化チタン (※3)	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00
	黄色酸化鉄 (※4)	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
	赤色酸化鉄 (※5)	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
	黒色酸化鉄 (※6)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
	コハク酸ジヘブチル, (カプリロイルグリセリン/セバシン酸) コポリマーの混合物 (※7)	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
	エチルヘキシルグリセリンとカプリル酸グリセリンの混合物 (※8)	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
	合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	しっとり感	4.8	4.4	4.2	4.2	3.0	2.8	2.2	4.2	2.2	4.2	4.4
感触評価	柔らかさ	4.4	4.4	3.8	4.2	3.6	3.4	2.2	4.4	2.2	4.4	4.4

[0110] 表2中の(※1)～(※8)は以下のとおりである。

(※1) ステアリン酸Mg処理タルク: MST-1 TALC SX (大東

化成工業株式会社)

(※2) ステアリン酸Mg処理マイカ: MST-2 SERICITE S

(大東化成工業株式会社)

(※3) ステアリン酸Mg処理二酸化チタン: MST-1 TiO₂ R250 (大東化成工業株式会社)

(※4) 黄色酸化鉄: SunPURO Yellow Iron Oxide: (SUNCHEMICAL)

(※5) 赤色酸化鉄: SunPURO Red Iron Oxide

(※6) 黒色酸化鉄: SunPURO Red Iron Oxide

(※7) コハク酸ジヘプチル, (カプリロイルグリセリン/セバシン酸) コポリマーの混合物

(※8) エチルヘキシルグリセリンとカプリル酸グリセリルの混合物: NIKKOGUARD

[0111] 上記で得られた各パウダーファンデーションの感触について、下記の手順に従って、5名のパネラーにより官能評価を行った。

[手順]

適量(ミクロスパーテル一匙程度)のパウダーファンデーションを手の甲もしくは前腕内側に取り、指で馴染ませた。このとき、「しっとり感」、「柔らかさ」および「伸び広がり良さ」について、下記基準により評価した。各項目の平均点を算出し、感触を評価した。

[しっとり感]

5点: しっとり

1点: ドライ

[柔らかさ]

5点: 柔らかい

1点: 硬い

[0112] 「しっとり感」、「柔らかさ」、「伸び広がり良さ」に関して、例11~14のパウダーファンデーションの方が、例15~17に比べて、例18

のパウダーファンデーションに触感が近かった。

同様の効果の付与のため、そのほかの製剤（乳化系製剤含む）、例えば、プレストファンデーション、フェイスカラー（アイシャドウ、チーク）、フェイスパウダー、ハイライター、アイブロー、ドライシャンプー、入浴剤、パウダーのデオドラントなどにも本実施形態のシリカ粉末を配合できる。

[0113]（水系ジェル：例１９～２１）

下記表３に記載の組成に従い、水系ジェルを調製した。

（製造方法）

- １）Ａ群に、事前に分散させたＢ群を投入し、均一になるまで攪拌し、第１組成物を得た。
- ２）第１組成物を攪拌しながら、Ｃ群水溶液を投入し、均一になるまで攪拌を続け、第２組成物を得た。
- ３）第２組成物にＤ群を投入し、均一になるまで攪拌し、第３組成物を得た。
- ４）第３組成物に、Ｅ群の水もしくはシリカ分散液を投入し、均一になるまで攪拌し、水系ジェルを得た。

[0114] [表３]

表 3		(配合量: 質量%)		
	成分	例 1 9	例 2 0	例 2 1
A	水	67.7	67.7	67.7
	プロパンジオール (※ 1)	10.0	10.0	10.0
B	水	14.7	14.7	14.7
	カルボマー (※ 2)	0.3	0.3	0.3
C	水	0.9	0.9	0.9
	水酸化 K (※ 3)	0.1	0.1	0.1
D	フェノキシエタノール (※ 4)	0.3	0.3	0.3
E	水	6.0	3.0	3.0
	例 2 の粒子	—	3.0	—
	例 8 の粒子	—	—	3.0

[0115] 表 3 中の (※ 1) ～ (※ 4) は以下のとおりである。

(※ 1) プロパンジオール: Z E M E A S e l e c t プロパンジオール
(D u P o n t T a t e & L y l e B i o P r o d u c t s)

(※ 2) カルボマー: C a r b o p o l U l t r e z 1 0 p o l y m

er (Lubrizol)

(※3) 水酸化K：水酸化カリウム（関東化学株式会社）

(※4) フェノキシエタノール：フェノキシエタノールS（四日市合成株式会社）

[0116] 上記で得られた例19～21の水系ジェルについて、下記の手順に従って1名のパネラーにより官能評価を行った。

〔手順〕

適量（ミクロスパーテル一匙程度）の水系ジェルを手の甲に取り、指先で馴染ませた。

[0117] 官能評価を行った結果、例20は、例19および例21と比べ良好な感触が得られた。

[0118] 同様の効果の付与のため、そのほかの製剤（乳化系製剤含む）、例えば、化粧水、美容液、マスク、ピールオフタイプのパック、筆タイプのアイライナーやアイブロー、育毛剤、忌避剤、乳液、ジェルクリーム、フェイスクリーム、ハンドクリーム、ボディクリーム、サンスクリーン、化粧下地、ファンデーション、コンシーラー、マスカラ、クレンジングミルク、クレンジングクリーム、リンスオフのパック、エナメルトリートメント、リンス、ヘアトリートメント、カラートリートメント、整髪料、デオドラント、などにも、本実施形態のシリカ粉末を配合できる。

[0119] （口紅：例22～24）

下記表4に記載の組成に従い、口紅を調製した。

[0120] （製造方法）

1) A群を秤量し、120℃で温めながら、ディスパーミキサーで均一となるまで攪拌し、第1組成物を得た。

2) 第1組成物に、B群を投入し、ディスパーミキサーで均一になるまで攪拌を続け、第2組成物を得た。

3) 第2組成物にC群を投入し、均一になるまで攪拌し、第3組成物を得た。

4) 第3組成物を口紅の容器に流し込み、室温で5分、 -15°C で15分静置することで口紅を得た。

[0121] [表4]

表 4	成分	(配合量: 質量%)			
		例 2 2	例 2 3	例 2 4	
A	リンゴ酸ジイソステアリル (※1)	13.0	13.0	14.0	
	水添ポリイソブテン (※2)	12.5	12.5	13.5	
	パラフィン (※3)	12.0	12.0	12.5	
	安息香酸アルキル(C12-15) (※4)	10.0	10.0	11.0	
	コハク酸ジヘブチルと(カプリロイルグリセリン/セバシン酸)コポリマーの混合物 (※5)	9.0	9.0	9.0	
	オクチルデカノール (※6)	6.0	6.0	6.5	
	ジリノール酸ジイソブチル (※7)	6.0	6.0	6.5	
	テトラエチルヘキサ酸ペンタエリスリチル (※8)	6.0	6.0	6.0	
	テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル (※9)	6.0	6.0	6.0	
	イソステアリン酸ポリグリセリル-2 (※10)	4.5	4.5	4.5	
	合成ワックス (※11)	2.5	2.5	3.0	
	マイクロクリスタリンワックス (※12)	1.8	1.8	1.8	
	プロピルパラベン (※13)	0.1	0.1	0.1	
	トコフェロール (※14)	0.1	0.1	0.1	
	白色顔料ベースト (酸化チタン、トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2) (※15)	1.0	1.0	1.0	
	赤色顔料ベースト (トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2、赤202) (※16)	1.0	1.0	1.0	
	赤色顔料ベースト (赤226、トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2) (※17)	1.2	1.2	1.2	
	黄色顔料ベースト (トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2、黄4) (※18)	0.3	0.3	0.3	
	パール顔料 (酸化チタン被覆マイカ) (※19)	2.0	2.0	2.0	
C	例2の粒子	5.0	—	—	
	例8の粒子	—	5.0	—	

[0122] 表4中の(※1)～(※19)は以下のとおりである。

(※1) リンゴ酸ジイソステアリル: コスモール222 (日清オイリオグループ株式会社)

- (※2) 水添ポリイソブテン：パールリーム18（日油株式会社）
- (※3) パラフィン：Paraffin Wax-125（日本精蠟株式会社）
- (※4) 安息香酸アルキル（C12-15）：クロダモル AB（クロダジャパン株式会社）
- (※5) コハク酸ジヘプチルと（カプリロイルグリセリン／セバシン酸）コポリマーの混合物：LexFeel N5 MB（INOLEX, INC.）
- (※6) オクチルドデカノール：リソノール20SP（高級アルコール工業株式会社）
- (※7) ジリノール酸ジイソプロピル：KAK DADIP-R（高級アルコール工業株式会社）
- (※8) テトラエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル：サラコス 5408（日清オイリオグループ株式会社）
- (※9) テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル：サラコス 5418 V（日清オイリオグループ株式会社）
- (※10) イソステアリン酸ポリグリセリル-2：コスモール 41V（日清オイリオグループ株式会社）
- (※11) 合成ワックス：Microease 114S（MICRO POWDERS, INC.）
- (※12) マイクロクリスタリンワックス：MULTIWAX W-445（Sonneborn LLC）
- (※13) プロピルパラベン：メッキンスーP（C）（上野製薬株式会社）
- (※14) トコフェロール：トコフェロール 100（日清オイリオグループ株式会社）
- (※15) 白色顔料ペースト（酸化チタン、トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2）：DK-PGT PASTE Ti（大東化成工業株式会社）
- (※16) 赤色顔料ペースト（トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2、

赤 202) : DK-PGT PASTE R7 (大東化成工業株式会社)

(※17) 赤色顔料ペースト (赤 226、トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2) : コスモール 43V (日清オイリオグループ株式会社) に 30 wt % となるよう DK D&C RED No. 30 を三本ロールミル (EXAKT, EXAKT Technologies, Inc.) にて分散させたもの。

(※18) 黄色顔料ペースト (トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2、黄 4) : DK-PGT PASTE Y5L (大東化成工業株式会社)

(※19) パール顔料 : Sunpuro Fine white (Sun Chemical Corporation)

[0123] 上記で得られた例 22～24 の口紅について、下記の手順に従って 1 名のパネラーにより官能評価を行った。

[手順]

口紅を口唇に塗布した。このとき、伸び広がりの方を評価した。

[0124] 官能評価の結果、口紅の伸び広がり、例 22、23 の口紅が、例 24 よりも良好であった。

[0125] 同様の効果の付与のため、そのほかの固体のオイル系製剤、例えば、ファンデーション、コンシーラー、リップ、アイライナー、アイブロー、スティックのデオドラント、スティックのアイシャドウ、スティックの美容液、スティックのハイライター、クレンジングバーム、整髪料などにも、本実施形態のシリカ粉末を配合できる。

[0126] 以上、各種の実施の形態について説明したが、本発明はかかる例に限定されないことは言うまでもない。当業者であれば、特許請求の範囲に記載された範囲内において、各種の変更例又は修正例に想到し得ることは明らかであり、それらについても当然に本発明の技術的範囲に属するものと了解される。また、発明の趣旨を逸脱しない範囲において、上記実施の形態における各構成要素を任意に組み合わせてもよい。

[0127] なお、本出願は、2022年6月13日出願の日本特許出願（特願202

2-095198) 及び2023年1月19日出願の日本特許出願(特願2023-006655)に基づくものであり、その内容は本出願の中に参照として援用される。

請求の範囲

- [請求項1] 非晶質のシリカ粒子からなるシリカ粉末であって、
前記シリカ粒子の平均円形度が0.75以上であり、
前記シリカ粉末は、下記(1)～(3)の少なくともいずれか1つの条件を満たす、化粧料用シリカ粉末。
(1) 凝集度が60%以上
(2) 安息角と崩潰角との差角が15度以下
(3) 分散度が50%以下
- [請求項2] 50Nの荷重を加えた際の応力緩和率が18%以下である、請求項1に記載の化粧料用シリカ粉末。
- [請求項3] 50Nの荷重を加えた際のせん断付着力が2.0kPa以上である、請求項1又は2に記載の化粧料用シリカ粉末。
- [請求項4] 比表面積が5m²/g未満である、請求項1又は2に記載の化粧料用シリカ粉末。
- [請求項5] 体積基準による累積粒度分布における50%粒子径(D₅₀)が0.5～100μmであり、
体積基準による累積粒度分布における90%粒子径(D₉₀)の体積基準による累積粒度分布における10%粒子径(D₁₀)に対する比(D₉₀/D₁₀)が1.0～5.0である、請求項1又は2に記載の化粧料用シリカ粉末。
- [請求項6] 請求項1又は2に記載の化粧料用シリカ粉末を含む、化粧料。
- [請求項7] さらに、前記化粧料用シリカ粉末以外のシリカ粉末を1種以上含む、請求項6に記載の化粧料。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/021631

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**C01B 33/193**(2006.01)i; **A61Q 1/12**(2006.01)i; **A61K 8/25**(2006.01)i

FI: A61K8/25; C01B33/193; A61Q1/12

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)

A61K8/00-8/99; A61Q1/00-90/00; C01B33/12-C01B33/193

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 1971-2023
 Registered utility model specifications of Japan 1996-2023
 Published registered utility model applications of Japan 1994-2023

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 4-83712 A (ASAHI GLASS CO LTD) 17 March 1992 (1992-03-17) p. 2, upper left column, line 3 to p. 3, lower left column, line 6	1-7
X	JP 2021-6513 A (NIPPON SHOKUBAI CO., LTD.) 21 January 2021 (2021-01-21) paragraphs [0001]-[0061], [0147], [0161], [0168]-[0186]	1-7
A	JP 2017-57094 A (FUJI XEROX CO LTD) 23 March 2017 (2017-03-23)	1-7
A	JP 2005-60263 A (DOKAI CHEMICAL INDUSTRIES CO LTD) 10 March 2005 (2005-03-10)	1-7
A	JP 11-302011 A (DOKAI CHEMICAL INDUSTRIES CO LTD) 02 November 1999 (1999-11-02)	1-7
A	JP 3-193619 A (NITTO CHEMICAL INDUSTRY CO LTD) 23 August 1991 (1991-08-23)	1-7
A	WO 2011/049121 A1 (NIPPON SHOKUBAI CO., LTD.) 28 April 2011 (2011-04-28)	1-7
P, X	JP 2022-102438 A (AGC INC) 07 July 2022 (2022-07-07) paragraphs [0095]-[0116]	1-6



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

06 July 2023

Date of mailing of the international search report

18 July 2023

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
 Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2023/021631

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	4-83712	A	17 March 1992	(Family: none)	
JP	2021-6513	A	21 January 2021	(Family: none)	
JP	2017-57094	A	23 March 2017	US 2017/0073236 A1 CN 106517214 A	
JP	2005-60263	A	10 March 2005	(Family: none)	
JP	11-302011	A	02 November 1999	(Family: none)	
JP	3-193619	A	23 August 1991	(Family: none)	
WO	2011/049121	A1	28 April 2011	US 2012/0202923 A1 CN 102574692 A KR 10-2012-0085290 A	
JP	2022-102438	A	07 July 2022	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C01B 33/193(2006.01)i; A61Q 1/12(2006.01)i; A61K 8/25(2006.01)i FI: A61K8/25; C01B33/193; A61Q1/12										
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）） A61K8/00-8/99; A61Q1/00-90/00; C01B33/12-C01B33/193										
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2023年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2023年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2023年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2023年	日本国実用新案登録公報	1996-2023年	日本国登録実用新案公報	1994-2023年
日本国実用新案公報	1922-1996年									
日本国公開実用新案公報	1971-2023年									
日本国実用新案登録公報	1996-2023年									
日本国登録実用新案公報	1994-2023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 4-83712 A (旭硝子株式会社) 17.03.1992 (1992 - 03 - 17) 第2頁左上欄第3行-第3頁左下欄第6行	1-7								
X	JP 2021-6513 A (株式会社日本触媒) 21.01.2021 (2021 - 01 - 21) 段落[0001]-[0061], [0147], [0161], [0168]-[0186]	1-7								
A	JP 2017-57094 A (富士ゼロックス株式会社) 23.03.2017 (2017 - 03 - 23)	1-7								
A	JP 2005-60263 A (洞海化学工業株式会社) 10.03.2005 (2005 - 03 - 10)	1-7								
A	JP 11-302011 A (洞海化学工業株式会社) 02.11.1999 (1999 - 11 - 02)	1-7								
A	JP 3-193619 A (日東化学工業株式会社) 23.08.1991 (1991 - 08 - 23)	1-7								
A	WO 2011/049121 A1 (株式会社日本触媒) 28.04.2011 (2011 - 04 - 28)	1-7								
P, X	JP 2022-102438 A (AGC株式会社) 07.07.2022 (2022 - 07 - 07) 段落[0095]-[0116]	1-6								
☐ 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、一般的な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抵触するものではなく、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 06.07.2023		国際調査報告の発送日 18.07.2023								
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		権限のある職員（特許庁審査官） 伊藤 真明 4D 3640 電話番号 03-3581-1101 内線 3421								

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2023/021631

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	4-83712	A	17.03.1992	(ファミリーなし)	
JP	2021-6513	A	21.01.2021	(ファミリーなし)	
JP	2017-57094	A	23.03.2017	US 2017/0073236 A1	
				CN 106517214 A	
JP	2005-60263	A	10.03.2005	(ファミリーなし)	
JP	11-302011	A	02.11.1999	(ファミリーなし)	
JP	3-193619	A	23.08.1991	(ファミリーなし)	
WO	2011/049121	A1	28.04.2011	US 2012/0202923 A1	
				CN 102574692 A	
				KR 10-2012-0085290 A	
JP	2022-102438	A	07.07.2022	(ファミリーなし)	