

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4141663号
(P4141663)

(45) 発行日 平成20年8月27日(2008.8.27)

(24) 登録日 平成20年6月20日(2008.6.20)

(51) Int.Cl.		F I	
C O 1 G	9/02	(2006.01)	C O 1 G 9/02 A
A 6 1 K	8/27	(2006.01)	A 6 1 K 8/27
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

請求項の数 6 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2001-171554 (P2001-171554)	(73) 特許権者	000183266
(22) 出願日	平成13年6月6日(2001.6.6)		住友大阪セメント株式会社
(65) 公開番号	特開2002-362925 (P2002-362925A)		東京都千代田区六番町6番地28
(43) 公開日	平成14年12月18日(2002.12.18)	(74) 代理人	100064908
審査請求日	平成16年4月15日(2004.4.15)		弁理士 志賀 正武
		(74) 代理人	100108578
			弁理士 高橋 詔男
		(74) 代理人	100089037
			弁理士 渡邊 隆
		(74) 代理人	100101465
			弁理士 青山 正和
		(74) 代理人	100094400
			弁理士 鈴木 三義
		(74) 代理人	100107836
			弁理士 西 和哉

最終頁に続く

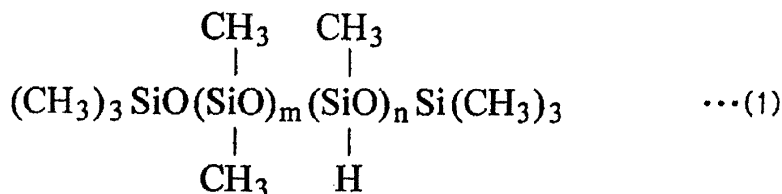
(54) 【発明の名称】 表面被覆酸化亜鉛微粉末およびそれを含有する化粧料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

酸化亜鉛微粉末の表面に、
下記的一般式(1)

【化1】



10

(ただし、m及びnは、mが5～100かつnが1～20であり、かつm:nが20:1～5:1を満たす数である)で表されるメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体による表面処理が施されて被膜が形成されていることを特徴とする表面被覆酸化亜鉛微粉末。

【請求項2】

前記被膜は、前記メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体を加熱処理してなるシリコンを主成分としたことを特徴とする請求項1記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末。

20

【請求項 3】

前記酸化亜鉛微粉末の平均一次粒子径は 3 nm ~ 100 nmであることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末。

【請求項 4】

前記被膜は、前記酸化亜鉛微粉末に対して 1 重量% ~ 40 重量%であることを特徴とする請求項 1、2 または 3 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末。

【請求項 5】

表面処理後の前記酸化亜鉛微粉末の平均一次粒子径は 3 ~ 150 nmであることを特徴とする請求項 1 ないし 4 のいずれか 1 項記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末。

【請求項 6】

請求項 1 ないし 5 のいずれか 1 項記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末を含有することを特徴とする化粧品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、表面被覆酸化亜鉛微粉末およびそれを含有する化粧品に関し、更に詳しくは、分散性が大きく改良され、撥水性、耐水性に優れ、光触媒活性が抑制され、かつ表面処理後の化学的安定性に優れた表面被覆酸化亜鉛微粉末、および該表面被覆酸化亜鉛微粉末を含有することで、サンスクリーン剤、耐皮脂化粧品等に好適に用いられる化粧品に関するものである。

【0002】

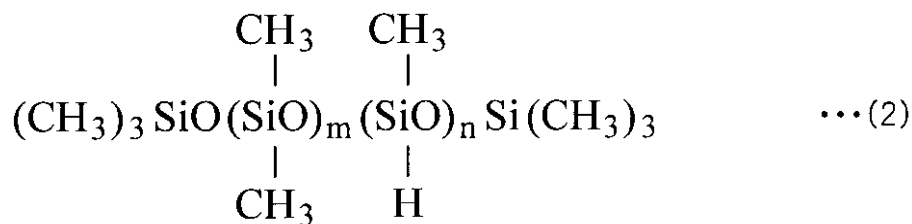
【従来の技術】

従来、メチルヒドロジェンポリシロキサン、あるいはメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体で表面処理された表面被覆酸化亜鉛微粉末は、撥水性が高く、主に化粧くずれを防ぐ目的で近年広く用いられている。

従来用いられているメチルヒドロジェンポリシロキサンあるいはメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体は、

下記の一般式(2)

【化 2】



(ただし、m 及び n は、m ≥ 0、n > 1 であり、m / n < 1.5 となる数) で表される。

【0003】

従来の表面被覆酸化亜鉛微粉末は、前記化合物で酸化亜鉛微粉末の表面を覆ったのち、加熱処理することで得られる。

このメチルヒドロジェンポリシロキサンあるいはメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体としては、例えば、KF-99-P、KF-9901 (信越化学工業(株)製)、TSF484 (東芝シリコン(株)製)、SH1107 (東レ・ダウコーニング・シリコン(株)製) 等がある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、上述した従来の表面被覆酸化亜鉛微粉末には、次のような問題点があった。

従来のメチルヒドロジェンポリシロキサンあるいはメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体は、m / n が 1.5 より小さいために、無機粉体の

10

20

30

40

50

表面処理剤として使用される際に、無機粉体の表面上で架橋重合反応をおこす結果、網目状の三次元構造をとることとなり、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体の一部の水素原子が無機粉体表面の水酸基には届かず、未反応の水素原子として残留してしまうことになる。

【 0 0 0 5 】

そのために、無機粉体間の残留水素同士が反応して、無機粉体の造粒や凝集をおこす原因となり、白味が強い化粧料になってしまうおそれがある。また、化粧料に含まれるアルカリ成分により還元されて水素ガスが発生するおそれがある。

この水素ガスは、化粧品容器の膨張、破損等を生じるおそれがあり、化粧料自体の品質を著しく劣化させる原因ともなり得る。

10

【 0 0 0 6 】

一方、 m/n が大きい共重合体、例えば、 m/n が 50 を超えるメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体は、水素原子が少ないために無機粉体表面の水酸基と反応する量が少なく、結合が十分ではない。そのために、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体は無機粉体より脱離し易く、表面処理剤としての機能の持続性に問題がある。

【 0 0 0 7 】

本発明は、上記の課題を解決するためになされたものであって、分散性、撥水性、耐水性に優れ、光触媒活性が抑制され、かつ表面処理後の化学的安定性に優れた表面被覆酸化亜鉛微粉末、および、それを含有した化粧料を提供することを目的とする。

20

【 0 0 0 8 】

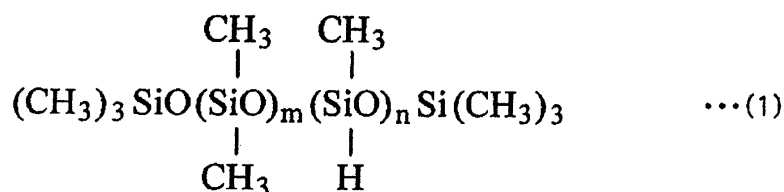
【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために、本発明は次の様な表面被覆酸化亜鉛微粉末およびそれを含有する化粧料を採用した。

すなわち、本発明の請求項 1 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末は、酸化亜鉛微粉末の表面に、

下記的一般式 (1)

【化 3】



30

(ただし、 m 及び n は、 m が 5 ~ 1000 かつ n が 1 ~ 20 であり、かつ $m:n$ が 20:1 ~ 5:1 を満たす数である) で表されるメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体による表面処理が施されて被膜が形成されていることを特徴とする。

【 0 0 0 9 】

請求項 2 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末は、請求項 1 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末において、前記被膜は、前記メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体を加熱処理してなるシリコンを主成分としたことを特徴とする。

40

【 0 0 1 0 】

請求項 3 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末は、請求項 1 または 2 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末において、前記酸化亜鉛微粉末の平均一次粒子径は 3 nm ~ 100 nm であることを特徴とする。

【 0 0 1 1 】

請求項 4 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末は、請求項 1、2 または 3 記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末において、前記被膜は、前記酸化亜鉛微粉末に対して 1 重量% ~ 40 重量%であ

50

ることを特徴とする。

【0012】

請求項5記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末は、請求項1ないし4のいずれか1項記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末において、表面処理後の前記酸化亜鉛微粉末の平均一次粒子径は3～150nmであることを特徴とする。

【0013】

請求項6記載の化粧品は、請求項1ないし5のいずれか1項記載の表面被覆酸化亜鉛微粉末を含有することを特徴とする。

【0014】

【発明の実施の形態】

本発明の表面被覆酸化亜鉛微粉末およびそれを含有する化粧品の一実施の形態について、表面にシリコンが被覆されたシリコン被覆酸化亜鉛微粉末を例に採り説明する。なお、本実施の形態は、発明の趣旨をより良く理解させるために具体的に説明するものであり、特に指定のない限り、本発明を限定するものではない。

【0015】

本発明のシリコン被覆酸化亜鉛微粉末は、その表面にメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体による表面処理が施されることにより被膜が形成されている。

この被膜は、上記のメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体を加熱処理して得られるシリコンが主成分である。

【0016】

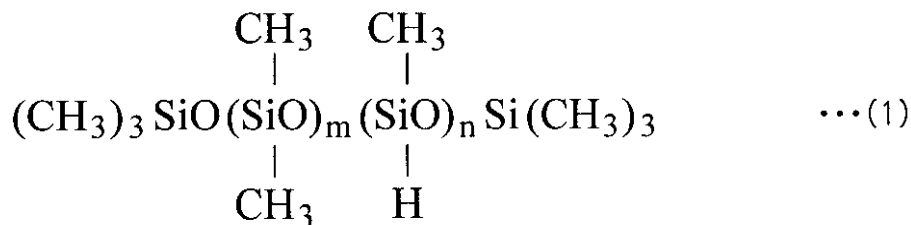
ここで用いられる酸化亜鉛微粉末は、平均一次粒子径が3nm～100nmであることが好ましく、より好ましくは5nm～50nm、更に好ましくは10nm～30nmである。

ここで、酸化亜鉛微粉末の平均一次粒子径を3nm～100nmとした理由は、平均一次粒子径が100nmを越えると、化粧品に配合したときに紫外線遮蔽効果が弱くなるとともに、透明性を損なうからであり、また、さらにざらざら感が増すために、使用感が著しく損なわれてしまうからであり、また、平均一次粒子径が3nm未満であると、十分な紫外線遮蔽効果が得られず、さらに、微粉すぎてしまうために表面活性が強く凝集し易くなり、分散性、撥水性が不十分になるからである。

【0017】

この酸化亜鉛微粉末の表面処理に用いられる

【化4】



で表されるメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体は、m及びnが、1～100で、かつ、m:nが50:1～1.5:1を満たす数であることが必要であり、好ましくは、m及びnが、m:n=40:1～2:1、更に好ましくはm及びnが、m:n=20:1～5:1である。

【0018】

ここで、m:nが50:1～1.5:1を満たす数とした理由は、nがmに対して、m:n=1.5:1を越えて大きくなると、分子中の水素基が多くなり過ぎるため、無機粉体表面上で架橋重合反応をおこす結果、網目状の三次元構造をとることとなり、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体の一部の水素原子が無機粉

10

20

30

40

50

体表面の水酸基に届かず、未反応で残留する水素基が多くなるために、酸化亜鉛微粉末同士の凝集を引き起こすからである。

【0019】

また、 n が m に対して、 $m:n=50:1$ より小さくなると、分子中の水素基が少なくなり過ぎて、酸化亜鉛微粉末との反応性が低くなり、その結果、酸化亜鉛微粉末と分離してしまうからである。

また、 m 及び n を1~100の実数とした理由は、 m 及び n が100を越える数になると、酸化亜鉛微粉末表面との吸着性が乏しくなると共に、前記立体障害が大きくなるため、未反応で残留する水素基が多くなってしまうからである。

【0020】

本発明で用いられるメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体の被覆量は、特に限定しないが、表面処理の対象となる酸化亜鉛微粉末に対し1重量%~40重量%とするのが好ましく、より好ましくは1重量%~20重量%、さらに好ましくは2重量%~15重量%である。

【0021】

使用量を上記のように限定する理由は、この使用量が1重量%未満であると、酸化亜鉛微粉末の表面被覆量が少ないために、撥水性、耐水性を付与することができないからである。さらには、光触媒活性を抑制することもできないからである。また、使用量が40重量%を越えると、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体が過剰になるために、重合反応を起こし易くなり、その結果、被膜の厚みが均一にならず、外観が劣るからである。

【0022】

酸化亜鉛微粉末を、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体で表面処理する方法としては、これらを混合した後、加熱処理を行なう方法であれば特に限定されない。

これらを混合する方法および条件としては、両成分を十分に接触させることができ、かつ、均一に攪拌することができる方法を適用することができる。

ここで使用可能な混合手段としては、ボールミル、ヘンシェルミキサー、エアブレンダー、乳鉢、アトライナー、振動式ミル、振動式ロッドミル、オングミル、ポットミル、回転式ボールミル、ハイブリタイザー等を挙げることができる。

【0023】

この混合工程においては、必要に応じて溶剤を用いてもよい。使用可能な溶剤としては、シリコンで表面被覆した酸化亜鉛微粉末を得た後に除去する必要があるために、低沸点の溶剤であることが好ましい。この低沸点溶剤としては、例えば、低級アルコール(C4)、ジクロロメタン、トルエン、キシレン、ノルマルヘキサン、シクロヘキサン、アセトン、2-ブタノン、ジメチルシクロポリシロキサン(C=3、4)等を挙げることができる。

なお、使用する溶剤の量は、特に制限はされないが、後で除去することを考慮に入れば、できるだけ少量であることが望ましい。

【0024】

また、加熱処理の条件としては、酸化亜鉛微粉末とメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体とが完全に反応する条件であれば、特に限定されないが、好ましくは50~300 で0.5~5時間、さらに好ましくは70~250 で0.5~3.5時間である。

【0025】

加熱処理の方法としては、酸化亜鉛微粉末とメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体とが完全に反応する方法であれば特に制限されない。この加熱処理用の装置としては、例えば、送風乾燥機、真空乾燥機、スプレードライ機、エバポレーター等が好適に用いられる。

この加熱処理は、酸化亜鉛微粉末とメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリ

10

20

30

40

50

シロキサン共重合体とが完全に反応する条件を満たすことができれば、昇温条件、冷却条件は特に制限されない。

【0026】

この表面被覆酸化亜鉛微粉末を化粧料に混合した際の紫外線遮蔽性、透明性、使用感を向上させるためには、シリコン被覆後の酸化亜鉛微粉末の平均一次粒子径は3～150nmが好ましく、また、直径5μm以上の2次凝集体を含まないことが好ましい。

これは、シリコン被覆後の酸化亜鉛微粉末の平均一次粒子径が3nm未満であると、十分な紫外線遮蔽効果が得られず、また、150nmを越えると、紫外線遮蔽効果が弱くなるからである。

また、シリコン被覆後の酸化亜鉛微粉末が直径5μm以上の2次凝集体を含むと、透明性、使用感が劣ったものとなるからである。

10

【0027】

本発明のメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体を使用すると、残留する水酸基が減少することにより、酸化亜鉛微粉末の凝集が抑制されるため、表面を被覆した後の酸化亜鉛微粉末の平均一次粒子径が3～150nmであり、また、直径5μm以上の2次凝集体を含まないシリコン被覆酸化亜鉛微粉末が容易に得られる。

【0028】

このようにして得られる本発明のシリコン被覆酸化亜鉛微粉末は、残留水素が著しく減少するため、酸化亜鉛微粉末の凝集を抑制することができ、また、分散性に非常に優れたものとなるために、化粧料に混合した際も、白色化することなく、しかも高い透明性を有する化粧料を得ることができる。また、得られた化粧料は、撥水性、耐水性にも優れ、光触媒活性も抑えられたものとなる。また、化粧料に含まれるアルカリ成分により還元されて発生する水素ガスも減少させることができるので、化粧品容器の膨張、破損等を防止することができる、化粧料の品質劣化も防止することができる。

20

【0029】

次に、上述したシリコン被覆酸化亜鉛微粉末を含有する本発明の化粧料について説明する。

本発明の化粧料は、上記のシリコン被覆酸化亜鉛微粉末を含有するものであり、通常化粧料で用いられる粉体類、油剤、界面活性剤、香料、防腐剤、殺菌剤、溶剤等を同時に配合することが出来る。

30

本発明の化粧料としては、例えば、ファンデーション、ベースファンデーション、頬紅、白粉、プレストパウダー、チークカラー、口紅、アイライナー、アイシャドウ、ネイルカラー、サンスクリーン剤等を挙げることができる。

【0030】

【実施例】

以下、本発明のシリコン被覆酸化亜鉛微粉末及びそれを含有する化粧料について、実施例及び比較例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

【0031】

まず、本発明のシリコン被覆酸化亜鉛微粉末について、実施例1～3及び比較例1～4により具体的に説明する。

40

(実施例1)

平均粒径が25nmの酸化亜鉛微粉末(ZnO-350、住友大阪セメント(株)製)95gに、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体(上述した一般式(1)においてm=30、n=2としたもの)5gを添加し、室温(25℃)にてヘンシェルミキサーで1000rpmの攪拌回転数で30分間混合し、その後、温度を100℃に上昇させると共に回転数を2000rpmに上げて1時間攪拌し、シリコン被覆酸化亜鉛微粉末を得た。

【0032】

50

(実施例2)

平均粒径が25 nmの酸化亜鉛微粉末(ZnO-350、住友大阪セメント(株)製)95 gに、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体(上述した一般式(1)において $m=30$ 、 $n=2$ としたもの)5 gと、トルエン100 gを添加し、室温(25)にてヘンシェルミキサーで1000 rpmの攪拌回転数で30分間混合し、その後、温度を130 に上昇させると共に回転数を2000 rpmに上げて2時間攪拌した。その後、トルエンを除去し、シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を得た。

【0033】

(実施例3)

平均粒径が25 nmの酸化亜鉛微粉末(ZnO-350、住友大阪セメント(株)製)90 gに、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体(上述した一般式(1)において $m=30$ 、 $n=2$ としたもの)10 gを添加し、室温(25)にてヘンシェルミキサーで1000 rpmの攪拌回転数で30分間混合し、その後、温度を100 に上昇させると共に回転数を2000 rpmに上げて1時間攪拌し、シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を得た。

10

【0034】

(比較例1)

平均粒径が25 nmの酸化亜鉛微粉末(ZnO-350、住友大阪セメント(株)製)95 gに、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体(上述した一般式(1)において $m=15$ 、 $n=15$ としたもの)5 gを添加し、室温(25)にてヘンシェルミキサーで1000 rpmの攪拌回転数で30分間混合し、その後、温度を100 に上昇させると共に回転数を2000 rpmに上げて1時間攪拌し、シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を得た。

20

【0035】

(比較例2)

平均粒径が25 nmの酸化亜鉛微粉末(ZnO-350、住友大阪セメント(株)製)95 gに、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体(上述した一般式(1)において $m=15$ 、 $n=15$ としたもの)5 gと、トルエン100 gを添加し、室温(25)にてヘンシェルミキサーで1000 rpmの攪拌回転数で30分間混合し、その後、温度を130 に上昇させると共に回転数を2000 rpmに上げて2時間攪拌した。その後、トルエンを除去し、シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を得た。

30

【0036】

(比較例3)

平均粒径が25 nmの酸化亜鉛微粉末(ZnO-350、住友大阪セメント(株)製)95 gに、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体(上述した一般式(1)において $m=15$ 、 $n=15$ としたもの)10 gを添加し、室温(25)にてヘンシェルミキサーで1000 rpmの攪拌回転数で30分間混合し、その後、温度を100 に上昇させると共に回転数を2000 rpmに上げて1時間攪拌し、シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を得た。

40

【0037】

(比較例4)

平均粒径が25 nmの酸化亜鉛微粉末(ZnO-350、住友大阪セメント(株)製)95 gに、メチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体(上述した一般式(1)において $m=20$ 、 $n=20$ としたもの)5 gを添加し、室温(25)にてヘンシェルミキサーで1000 rpmの攪拌回転数で30分間混合し、その後、温度を100 に上昇させると共に回転数を2000 rpmに上げて1時間攪拌し、シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を得た。

【0038】

次いで、これら実施例1~3及び比較例1~4で得られたシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末

50

の特性評価を行った。

特性評価の項目及び評価方法は以下の通りとした。

【0039】

(撥水性の評価)

透明なネジ口式の硝子瓶(50ml)を用いて、シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末0.1gと、精製水15gを秤量し、これを手振りにて強く攪拌した後に静置し、3分後に精製水の濁り具合を観察し評価した。評価基準は以下の通りとした。

A: 粉末は気液界面に存在し水相が非常に透明である。

B: ほとんどの粉末は気液界面に存在するが、水相が少し濁っている。

C: 一部の粉末が気液界面に存在しているが、沈降物がみられ、水相が濁っている。

D: 気液表面に粉末は見られず、半分以上の粉末が沈降し、水相が濁っている。

E: 全部の粉体が沈降し、水相が濁っている。

10

【0040】

(耐水性の評価)

透明なネジ口式の硝子瓶(50ml)を用いて、シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末0.1gと、精製水15gを秤量し、これを強く攪拌した後に蓋を空け、121℃、2気圧の雰囲気中にて3時間保持した。その後、蓋を閉めて強く攪拌して静置し、3分後の状態を観察し評価した。評価基準は以下の通りとした。

A: 粉末は気液界面に存在し水相が非常に透明である。

B: ほとんどの粉末は気液界面に存在するが、水相が少し濁っている。

C: 一部の粉末が気液界面に存在しているが、沈降物がみられ、水相が濁っている。

D: 気液表面に粉末は見られず、半分以上の粉末が沈降し、水相が濁っている。

E: 全部の粉体が沈降し、水相が濁っている。

20

【0041】

(光触媒活性の評価)

流動イソパラフィン100gに2-(5-メチル-2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール(紫外線吸収剤、最大吸収波長340nm)0.5gを溶解し、この溶液にシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末2.0gを加え、ホモジナイザーで8000rpmの回転数で5分間混合した。この混合した試料に低圧水銀ランプで1時間、光照射した後、この光照射試料から高速遠心分離機で粉末を取り除き、上澄み液の紫外線吸収スペクトルにおける340nmの吸光度の変化率(Abs)を求め、評価した。評価基準は以下の通りとした。

: Abs = 0.05以下

: Abs = 0.05 ~ 0.20

: Abs = 0.20 ~ 0.80

x: Abs = 0.80以上

30

【0042】

(残留水素の測定)

シリコーン被覆酸化亜鉛微粉末30g、キシレン100gを、300mlの枝付三角フラスコに秤り採り、マグネチックスターラーにて10分間攪拌した。

その後、系を密封系とし、1規定のKOH/2-メチル-1-プロパノール溶液80mlを前記三角フラスコ内にゆっくりと滴下し、更に10分間攪拌した。

この攪拌時に発生する水素ガスを、上方置換法で三角フラスコの枝付部よりメスシリンダーに採集し、このメスシリンダーの目盛りより水素ガス発生量を読み取った。このときの水素ガス発生量から、以下の基準により、残留水素による化学的安定性の評価を行った。

A: 0.1ml(測定限界)以下

B: 0.1 ~ 0.3ml

C: 0.3 ~ 0.5ml

D: 0.5 ~ 1.0ml

E: 1.0ml以上

40

50

【 0 0 4 3 】

実施例 1 ~ 3 及び比較例 1 ~ 4 の評価結果を表 1 に示す。

【表 1】

	撥水性	耐水性	光触媒活性	残留水素	
実施例 1	A	B	○	A	0.1 ml 以下
実施例 2	A	B	○	A	0.1 ml 以下
実施例 3	A	A	◎	A	0.1 ml 以下
比較例 1	D	D	○	D	0.7 ml 以下
比較例 2	D	D	○	D	0.6 ml 以下
比較例 3	C	C	◎	E	1.1 ml 以下
比較例 4	D	E	○	E	1.3 ml 以下

10

【 0 0 4 4 】

この表によれば、実施例 1 ~ 3 のシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末は撥水性、耐水性に優れていることがわかる。さらに、残留水素に関しても、測定限界以下の量であり、比較例と比べて大幅に減少していることがわかる。

20

以上により、実施例 1 ~ 3 のシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末は、撥水性、耐水性に優れ、光触媒活性が抑制され、かつ表面処理後の化学的安定性に優れていることが明白である。

【 0 0 4 5 】

次に、本発明のシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を含有する化粧品について、実施例 4 ~ 6 及び比較例 5 ~ 7 により具体的に説明する。

(実施例 4)

化粧料の成分として 2 種類の成分 (成分 A 及び成分 B と称す) を作製した。

成分 A 及び成分 B の成分比は下記の通りとした。

30

【 0 0 4 6 】

成分 A

実施例 1 で作製したシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末 20.0 g

デカメチルシクロペンタシロキサン 30.0 g

ジメチルポリシロキサン 3.0 g

トリ - 2 - エチルヘキサン酸グリセリル 7.0 g

ポリオキシエチレン・ポリシロキサン共重合体 3.0 g

パラメトキシ桂皮酸 - 2 - エチルヘキシル 7.0 g

4 - tert - ブチル - 4' - メトキシジベンゾイルメタン 2.0 g

成分 B

エチルアルコール 3.0 g

蒸留水 25.0 g

40

【 0 0 4 7 】

ここでは、上記の成分 A を混合し、90 にて加熱分散させ、ホモジナイザーで 8000 rpm にて 10 分間攪拌した。その後、80 に加温した成分 B を徐々に加え、90 で乳化させた後、25 まで徐々に冷却し、評価用の化粧品 (試作品) とした。

【 0 0 4 8 】

(実施例 5)

実施例 4 の成分 A 中のシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を、実施例 2 で作製したシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末に変更する以外は、実施例 4 と全く同様とした。

50

【 0 0 4 9 】

(実施例 6)

実施例 4 の成分 A 中のシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を、実施例 3 で作製したシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末に変更する以外は、実施例 4 と全く同様とした。

【 0 0 5 0 】

(比較例 5)

実施例 4 の成分 A 中のシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を、比較例 1 で作製したシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末に変更する以外は、実施例 4 と全く同様とした。

【 0 0 5 1 】

(比較例 6)

実施例 4 の成分 A 中のシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を、比較例 2 で作製したシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末に変更する以外は、実施例 4 と全く同様とした。

【 0 0 5 2 】

(比較例 7)

実施例 4 の成分 A 中のシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末を、比較例 3 で作製したシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末に変更する以外は、実施例 4 と全く同様とした。

【 0 0 5 3 】

次いで、これら実施例 4 ~ 6 及び比較例 5 ~ 7 で得られたシリコーン被覆酸化亜鉛微粉末含有化粧料の特性評価を行った。

特性評価の項目及び評価方法は以下の通りとした。

【 0 0 5 4 】

(感触、使用感の評価)

官能評価専門パネラー 10 名により、試作品の官能特性の評価を実施した。評価項目は、「感触」、「化粧持ち」の 2 種類とした。評価基準は以下の通りとし、パネラー全員の点数の合計を以って評価結果とした。

5 点：非常に優れている

4 点：かなり優れている

3 点：優れている

2 点：割合良い

1 点：わずかに良い

0 点：悪い

【 0 0 5 5 】

(品質の安定性の評価)

得られた試作品を 25 の恒温槽にて 100 日間放置し、品質の安定性を以下の評価基準に従って評価した。

○：分離凝集なし

△：わずかに分離凝集有り

×：分離凝集有り

【 0 0 5 6 】

(白色度の評価)

得られた試作品を、1 mm 厚の石英板に 2 μm の厚さで塗布し、ヘーズメーターにてヘーズ値の測定を行い、白色度を評価した。

評価基準は以下の通りとした。

A：H = 0 ~ 5 %

B：H = 5 ~ 10 %

C：H = 10 ~ 30 %

D：H = 30 ~ 50 %

E：H = 50 % 以上

【 0 0 5 7 】

実施例 4 ~ 6 及び比較例 5 ~ 7 の評価結果を表 2 に示す。

10

20

30

40

50

【表 2】

	感触	化粧持ち	安定性	白色度
実施例 4	47	44	○	A
実施例 5	47	45	○	A
実施例 6	48	48	○	A
比較例 5	37	36	△	D
比較例 6	39	38	△	D
比較例 7	39	39	×	D

10

【0058】

この表によれば、実施例 4～6 の化粧品は、比較例 5～7 に比べて、感触、化粧持ち、安定性に優れていることが分かった。さらに、実施例 4～6 は白色度に関しても比較例 5～7 と比べて非常に優れており、実施例 4～6 では白色となりにくい、即ち透明性が高い化粧品が得られることが分かった。

20

【0059】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の表面被覆酸化亜鉛微粉末によれば、酸化亜鉛微粉末の表面に、上述した一般式(1)で表されるメチルヒドロジェンポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン共重合体(ただし、 m 及び n は、 m が5～100かつ n が1～20の実数であり、かつ、 $m:n=20:1\sim5:1$ を満たす)による表面処理を施して被膜としたので、分散性、撥水性、耐水性に優れたものとすることができ、光触媒活性を抑制することができ、かつ化学的安定性を向上させることができ、特に化粧料として有用である。

【0060】

本発明の化粧料によれば、本発明の表面被覆酸化亜鉛微粉末を含有することとしたので、シリコン被覆酸化亜鉛微粉末同士が凝集し難くなっていることによって、白色度を低下させることができ、その結果、透明性を高めることができ、透明性の高い化粧品を得ることができる。

30

フロントページの続き

(74)代理人 100108453

弁理士 村山 靖彦

(72)発明者 菊田 良

千葉県船橋市豊富町5 8 5 番地 住友大阪セメント株式会社 新材料事業部内

(72)発明者 岸本 淳

千葉県船橋市豊富町5 8 5 番地 住友大阪セメント株式会社 新材料事業部内

審査官 佐藤 哲

(56)参考文献 特開2000-290156(JP,A)

特開平11-148028(JP,A)

特開平07-062263(JP,A)

特開2001-072891(JP,A)

特開2001-213964(JP,A)

国際公開第00/042112(WO,A1)

特開2002-087817(JP,A)

特開2000-191489(JP,A)

特開平11-302015(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01G 1/00 - 23/08

C09C 3/00 - 3/12

A61K 8/27

A61Q 17/00

A61Q 19/00