

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4557393号
(P4557393)

(45) 発行日 平成22年10月6日 (2010. 10. 6)

(24) 登録日 平成22年7月30日 (2010. 7. 30)

(51) Int. Cl.

F 1

A 6 1 K 8/25 (2006. 01)
 A 6 1 K 8/27 (2006. 01)
 A 6 1 K 8/891 (2006. 01)
 A 6 1 K 8/894 (2006. 01)
 A 6 1 K 8/04 (2006. 01)

A 6 1 K 8/25
 A 6 1 K 8/27
 A 6 1 K 8/891
 A 6 1 K 8/894
 A 6 1 K 8/04

請求項の数 6 (全 27 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-246895 (P2000-246895)
 (22) 出願日 平成12年8月16日 (2000. 8. 16)
 (65) 公開番号 特開2002-60329 (P2002-60329A)
 (43) 公開日 平成14年2月26日 (2002. 2. 26)
 審査請求日 平成17年7月19日 (2005. 7. 19)

(73) 特許権者 000001959
 株式会社資生堂
 東京都中央区銀座7丁目5番5号
 (74) 代理人 100092901
 弁理士 岩橋 祐司
 (72) 発明者 那須 昭夫
 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地
 株式会社 資生堂 第一リサーチセンタ
 一内
 (72) 発明者 小川 克基
 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地
 株式会社 資生堂 第一リサーチセンタ
 一内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 日焼け止め化粧料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

無水ケイ酸で被覆され、さらにシリコンで表面処理された微粒子酸化亜鉛の複合粉末を媒体攪拌ミルにより油又は水中で分散処理し、
 さらに平均分子量が6000以上のポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを0.5～7重量%配合し、
 前記複合粉末が0.1 μm以下の微粒子酸化亜鉛に無水ケイ酸を被覆率5～30重量%で被覆されたことを特徴とする日焼け止め化粧料。

【請求項 2】

請求項1記載の化粧料において、無水ケイ酸で被覆され、さらにシリコンで表面処理された微粒子酸化亜鉛の複合粉末が、さらにシリコンを3～12重量%で表面処理された粉体であることを特徴とする日焼け止め化粧料。

【請求項 3】

請求項1又は2に記載の化粧料において、無水ケイ酸で被覆され、さらにシリコンで表面処理された微粒子酸化亜鉛の複合粉末を3～30重量%配合することを特徴とする日焼け止め化粧料。

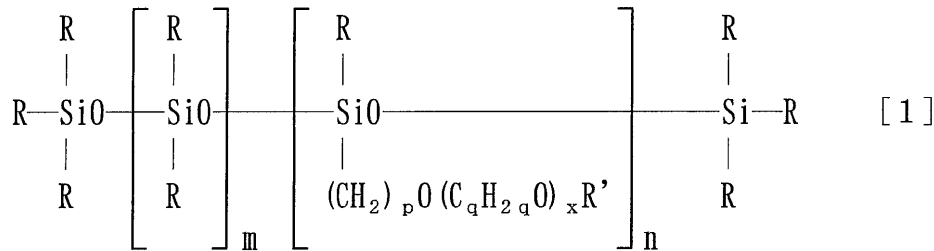
【請求項 4】

請求項1～3のいずれかに記載の化粧料において、ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンが下記一般式〔1〕、〔2〕又は〔3〕から選ばれる1種または2種以上であることを特徴とする日焼け止め化粧料。

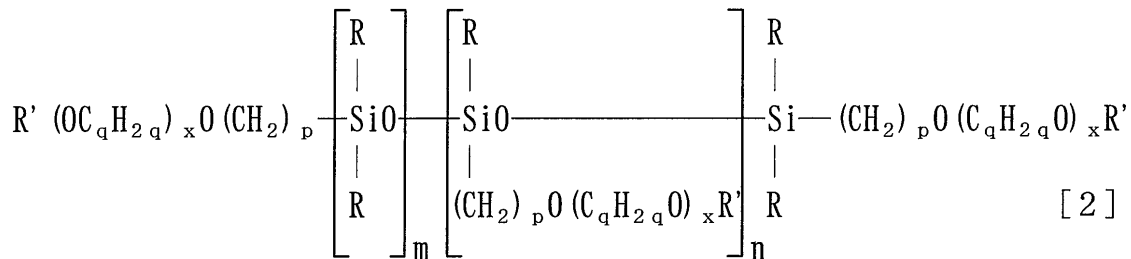
10

20

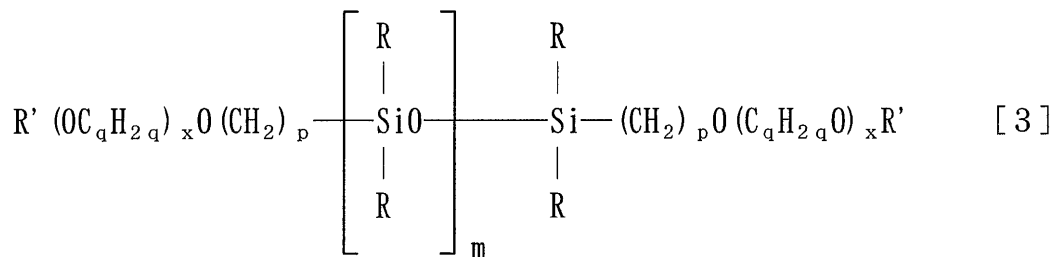
【化 1】



【化 2】



【化 3】



(ただし、一般式 [1]、[2]、[3] 中、R はメチル基又は一部がフェニル基、R' は水素数又は炭素数 1～12 のアルキル基、p は 1～5 の整数、q は 2～3 の整数、x、m、n は平均数でポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが分子中にポリオキシアルキレン基を 5～40 重量% 含有し且つ該ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンの平均分子量が 6000 以上になるような整数を表わす。)

【請求項 5】

請求項 1～4 のいずれかに記載の化粧料において、さらに脂肪酸及び脂肪酸セッケン、脂肪酸エステルから選ばれる 1 種又は 2 種以上で表面処理した粉末を 1 重量% 以上配合することを特徴とする日焼け止め化粧料。

【請求項 6】

請求項 1～4 のいずれかに記載の化粧料において、さらに粉体の分散剤として、脂肪酸及び脂肪酸セッケン、脂肪酸エステルから選ばれる 1 種又は 2 種以上を 0.1 重量% 以上配合することを特徴とする日焼け止め化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は微粒子酸化亜鉛を配合した日焼け止め化粧料、特にその安定性と紫外線防止効果の改善に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、日焼け止め化粧料には微粒子酸化亜鉛が長波長紫外線を防止する目的に多量配合されていた。主に W/O 乳化型日焼け止め化粧料に微粒子酸化亜鉛を配合する場合には一般的には粉末の表面を疎水化処理したものを用いていた。その疎水化処理としては例えばシ

10

20

30

40

50

リコーン、金属セッケン、脂肪酸、フッ素化合物等が挙げられる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このような表面処理微粒子酸化亜鉛を高度に分散することは非常に難しく、思うようには紫外線防止効果が上がらないのが現状である。また高度に分散するために媒体攪拌ミルや高圧分散機などの高分散機を用いると、紫外線防止効果は向上するものの、表面処理剤がはがれ親水性の未処理面が露出するため水相で凝集したり、さらには系内の遊離脂肪酸と容易に反応することでゲル化が起こり、安定性が長期保存において著しく悪くなるという欠点を有していた。

【0004】

本発明は上記課題に鑑みなされたものであり、その目的は微粒子酸化亜鉛の分散が良好でS P F値及びP F A値の紫外線防止効果と仕上りの透明性及び系内の安定性にも優れた日焼け止め化粧料を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、微粒子酸化亜鉛を一次粒子に近い状態で無水ケイ酸の表面処理を行った後にシリコーン処理を行った複合粉末は、媒体攪拌ミルや高圧分散機のような強固な機械力を加えても未処理面の露出による水との反応はなく、また他の粉末の分散剤や表面処理剤として用いられている脂肪酸や脂肪酸セッケンに起因する系内の遊離脂肪酸との反応（金属セッケンの生成によるゲル化反応）も起こらず、心地良い使用感触を持続していることを見出した。さらには粉末が高分散されているため、日焼け止め化粧料のS P F（SUN PROTECTION FACTOR）及びP F A（PROTECTION FACTOR OF UVA）を効率的に向上することも見出した。

【0006】

すなわち、本発明の日焼け止め化粧料は、無水ケイ酸で被覆され、さらにシリコーンで処理された微粒子酸化亜鉛の複合体粉末を媒体攪拌ミルで油又は水中で分散処理し、さらにポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを0.5～7重量%配合し、前記複合体粉末が0.1 μm以下の微粒子酸化亜鉛に無水ケイ酸を被覆率5～30重量%で被覆されたことを特徴とする。

また、本発明の日焼け止め化粧料においては、前記複合体粉末がさらにシリコーンを3～12重量%で表面処理された粉体であることが好適である。

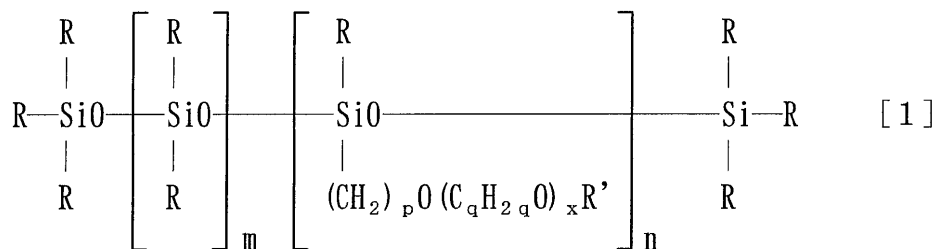
【0007】

また、本発明の日焼け止め化粧料においては、前記複合体粉末が3～30重量%配合されていることが好適である。

【0008】

また、本発明の日焼け止め化粧料においては、前記ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンが下記一般式〔1〕、〔2〕又は〔3〕から選ばれる1種または2種以上であることが好適である。

（化4）



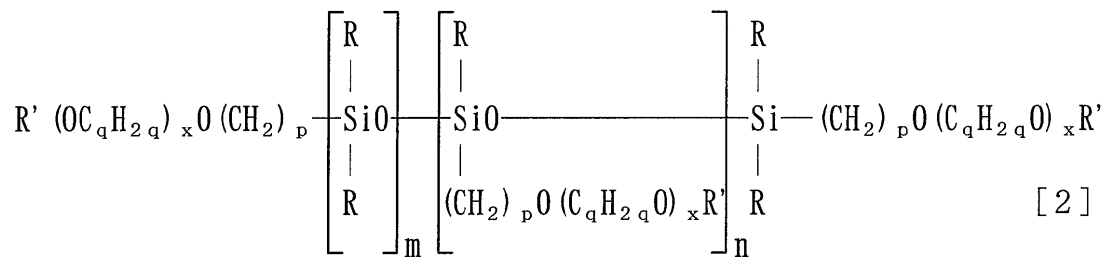
（化5）

10

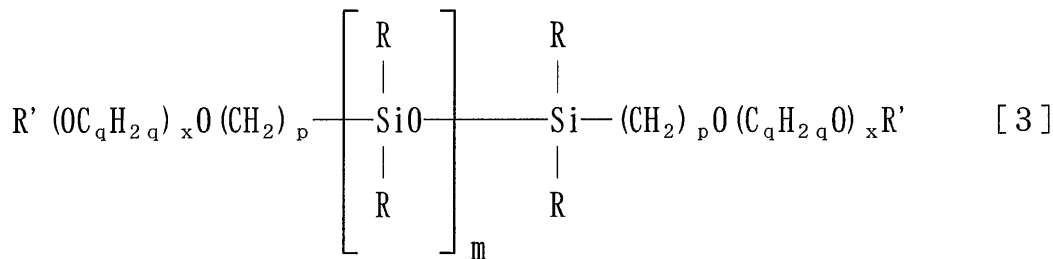
20

30

40



(化6)



(ただし、一般式 [1]、[2]、[3] 中、R はメチル基または一部がフェニル基、R' は水素または炭素数 1 ～ 12 のアルキル基、p は 1 ～ 5 の数、q は 2 ～ 3 の数、x、m、n は平均数でポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが分子中にポリオキシアルキレン基を 5 ～ 40 重量% 含有し且つ該ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンの分子量が 2000 以上になるような数値を表わす。)

【0009】

また、本発明の日焼け止め化粧料においては、さらに脂肪酸及び脂肪酸セッケン、脂肪酸エステルから選ばれる 1 種又は 2 種以上で表面処理した粉末を 1 重量% 以上配合することが好適である。

また、本発明の日焼け止め化粧料においては、さらに粉体の表面処理剤として、脂肪酸及び脂肪酸セッケン、脂肪酸エステルから選ばれる 1 種又は 2 種以上を 0.1 重量% 以上配合することが好適である。

【0010】

【発明の実施の形態】

本発明は、特に 0.1 μm 以下の微粒子酸化亜鉛に無水ケイ酸で被覆率 5 ～ 30 重量% で被覆し、さらにその表面にシリコーン処理を施した複合粉末を媒体攪拌ミルにより強固な機械力で分散した日焼け止め化粧料に関する。これにより微粒子酸化亜鉛が従来にはなく細かく分散された状態となり、紫外線防止効果を向上させることが可能となる。

【0011】

また微粒子酸化亜鉛が無水ケイ酸で均一に被覆されていることによって、系内への亜鉛イオンの溶出が抑制され、遊離脂肪酸との反応による金属セッケンの生成が起こらない。さらに媒体攪拌ミルや高圧分散機により強固な機械力を加えても表面処理剤が剥がれ、親水性の未処理面が露出しないため、水との反応も生じない。それによって、経時や温度によってもゲル化しないため、系内の粘度を常に安定的な状態に維持し、心地良い使用感が持続する日焼け止め化粧料となる。

【0012】

すなわち、本発明は微粒子酸化亜鉛の分散が良好で安定性と紫外線防止効果に優れる日焼け止め化粧料に関するものである。さらに詳しくは微粒子酸化亜鉛に無水ケイ酸とシリコーン処理を行い、さらに媒体攪拌ミルや高圧分散機などで高分散することで、紫外線防止効果に優れ、また遊離脂肪酸との反応が起こらない安定性も良好な日焼け止め化粧料に関するものである。

【0013】

複合粉末

本発明に用いられる微粒子酸化亜鉛は一般的にフランス法やアメリカ法等で得られる。市販の平均粒子径が0.1 μm以下の微粒子酸化亜鉛としてはFINEX-25, FINEX-50, FINEX-75 (堺化学工業社製)、ZnO 350 (住友大阪セメント社製)、ZINCOX SUPER-10, ZINCOX SUPER-20R, ZINCOX SUPER-30 (白水化学工業社製)、Z-COTE (Sun Smart社製) などが挙げられる。

【0014】

次に本発明の複合粉末の製造法について説明する。上記の微粒子酸化亜鉛を水溶液中でサンドグライNDERミル等を用いて高度の分散状態を保ったまま、ケイ酸ソーダーを添加、中和して、無水ケイ酸を均一に被覆する。または微粒子酸化亜鉛を有機溶媒中で高度に分散した後、アルコキシシランを用いて無水ケイ酸を均一に被覆する。他の製法にても製造可能で最終的に無水ケイ酸で一定量被覆されていれば本発明に支障はない。無水ケイ酸を5～30重量%被覆することが好ましい。特に10～23重量%が特に好ましい。5重量%より少ないと酸化亜鉛の回りにを均一に被覆することが難しく、亜鉛イオンの溶出により安定性の悪化や紫外線防止効果の低下が見られてくる。また30重量%より多いと無水ケイ酸によるキシミ感等の使用感触の悪化が見られてくる。その後、各種粉末分散装置を用いてシリコーン処理剤により3～12重量%の表面処理を施し、目的とする複合粉末を得る。

【0015】

シリコーン処理剤としては、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、メチルフェニルポリシロキサンなどの各種のシリコーンオイル、メチルトリメトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、オクチルトリメトキシシランなどの各種のアルキルシラン、トリフルオロメチルエチルトリメトキシシラン、ヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシランなどの各種のフルオロアルキルシランなどが挙げられ、これらを1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0016】

本発明で用いられる複合粉末は日焼け止め化粧料に3～30重量%配合することが好ましい。特に好ましいのは10～23重量%の配合が紫外線防止効果と透明性、使用感触におけるバランスが良い。反対に3重量%より少ないと紫外線防止効果は得られないことがある。30重量%より多いと透明性や使用感触が極端に悪化してくることがある。

【0017】

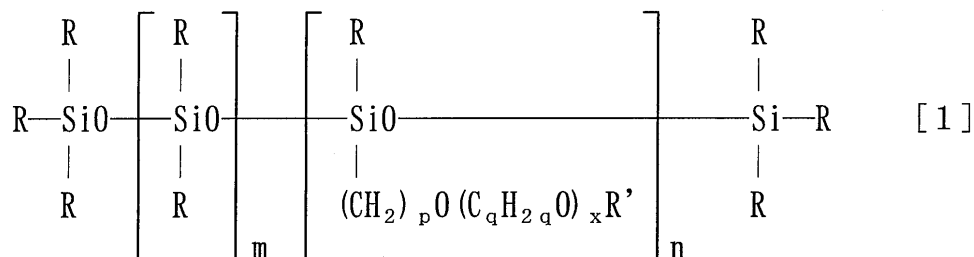
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン

本発明の日焼け止め化粧料にはポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを0.5～7重量%配合して用いることができる。0.5重量%より少ないと粉末の分散が不充分となることがあり、凝集ブツ等が見られることがある。一方で、7重量%を超えて配合すると肌上では残留油分として働き、べたつき等が見られ使用感触が極端に悪くなることがある。

【0018】

本発明に好適に使用されるポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンとしては下記一般式〔1〕、〔2〕又は〔3〕が挙げられる。

【化7】



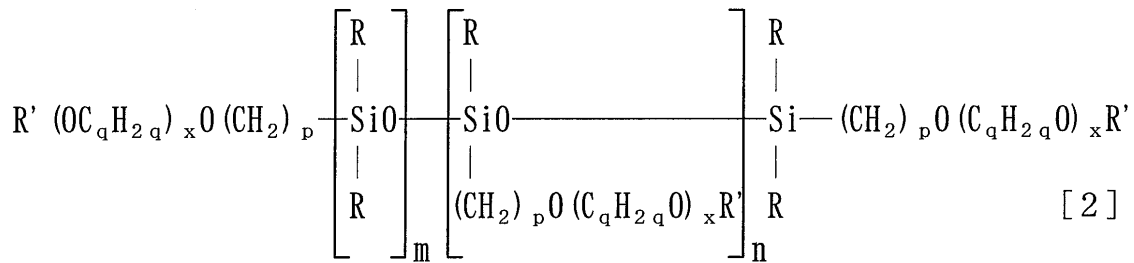
【化8】

10

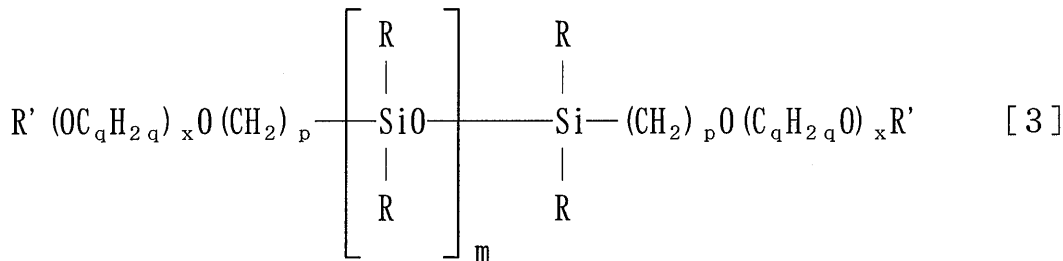
20

30

40



【化 9】



【0019】

一般式 [1]、[2]、[3] 中、R はメチル基又は一部がフェニル基、R' は水素または炭素数 1 ～ 12 のアルキル基、p は 1 ～ 5 の数、q は 2 ～ 3 の数、x、m、n は平均数でポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが分子中にポリオキシアルキレン基を 5 ～ 40 重量% 含有し且つ該ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンの分子量が 2000 以上になるような数値を表わす。本発明には該ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンを少なくとも 1 種または 2 種以上を用いることが好適である。

【0020】

分散処理

本発明で用いられる粉末を湿式状態で分散させる媒体攪拌ミルは、バッチ式、及び連続式のビーズミル、サンドグライNDERミル、ボールミルなどが用いられる。媒体攪拌ミルで用いられるビーズ、サンド、ボール等の媒体の材質はガラス、アルミナ、ジルコニア、チタン、スチール等が用いられるが、特にジルコニアが望ましい。またその大きさとしては、通常直径 0.3 ～ 2.0 mm 程度のものが用いられるが、本発明では特に 0.5 ～ 1.0 mm のものが好ましい。また媒体攪拌ミルにて粉末を分散する場合、その前にホモミキサーやホモジナイザー等の通常の粉末分散工程で用いられている微粒子粉末をある程度解砕する能力を有する分散機等で一次処理することが望ましい。それは、一次処理にて凝集状態にある微粒子を解砕することで、その後の二次処理である媒体攪拌ミルや高压分散装置での解砕、分散に要する負荷を低減し、効率的に微粒子粉末を解砕、及び分散できるからである。

【0021】

以下、本発明の製造方法において好適に用いられる分散装置の一例であるバッチ式媒体攪拌ミルについて説明する。図 1 (A) は、バッチ式媒体攪拌ミルを示している。

媒体攪拌ミルは、タンク 18 内にバスケット部 10 と、これに併設された予備混合用と分散液流動用とを兼ね備えた 1 つ以上のタンク内攪拌装置 20 を備えたものである。上記バスケット部 10 は上蓋のジャケット 28 を備えており、ロッド 16 により位置を固定されている。そしてバスケット部 10 の側壁にはスリットからなる小孔が多数設けられている。また、バスケット部 10 にはバスケット部 10 の内部を攪拌するためのバスケット内攪拌装置 14 が存在する。

【0022】

まず、粉体を含む原料は付設したタンク内攪拌装置 20 にて予備混合され混合液となされた後、装置に取り付けられたバスケット部 10 の上部にあるバスケット内攪拌装置 14 の回転軸周囲の開口からバスケット部 10 内に流入する。

【0023】

ここで、バスケット部10の内部を図1(B)に示す。このバスケット部10の内部には固形分散媒体(ビーズ22)が充填されており、バスケット内攪拌装置14には回転軸と垂直に取り付けられた攪拌ピンディスク26(または攪拌ディスクでもよい)が存在する。この攪拌ピンディスク26には攪拌のためのピン24が存在する。

【0024】

バスケット部10内に流入した混合液は高速回転する攪拌ピンディスク26により、粉体凝集粒子を固形分散媒体(ビーズ22)が砕いて粉碎・分散し、さらにバスケット部10の側壁に設けられた多数のスリットからなる小孔12から流出する。

【0025】

図1(A)の矢印は全体的な流体の経路を示している。

流出した分散液は前記タンク内攪拌装置20により分散流動し、再び一部がバスケット部10上方の開口部分よりバスケット部10内部に流入しタンク18内を循環する。なお、タンク内攪拌装置20の攪拌部分はバスケット部10を出入りする流体経路を妨げない位置にあることが重要である。媒体攪拌ミルとは、このようにしてタンク18内での粉体の分散が均一になるように保たれる工程を有する装置である。このような本発明に好適な分散装置の一例としては、特公平8-17930の分散装置が挙げられる。

【0026】

上記媒体攪拌ミルに設置されている固形分散媒体(ビーズ)が充填されたバスケット部は、その側壁にスリットからなる小孔を多数有しており、その大きさは使用する固形分散媒体(ビーズ)がバスケット部の外側に流出しない大きさにするので、得られる分散液にはビーズが含まれることはない。

【0027】

また上記媒体攪拌ミルは、ビーズが充填されているバスケット部の側壁に小孔が設けられているため、軸の回転により円心力でビーズが側壁部に集中することによりビーズの密度が高いところを粉体が通過するため、分散効率を高くすることができる。

【0028】

また予備混合用と分散流動用とを兼ね備えた攪拌装置としては、通常の化粧品製造等に好適な攪拌装置を用いることができるが、回転する棒の先にタービン型の回転翼を取り付けたディスパー又はホモジナイザーを用いることが特に好適である。

【0029】

他の粉末及びその分散剤、表面処理剤

本発明に使用される粉末の分散剤及び表面処理剤としての脂肪酸及び脂肪酸セッケン、脂肪酸エステルとしてはパルミチン酸、イソステアリン酸、ステアリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、ペヘニン酸、オレイン酸、ロジン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等の脂肪酸及びステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、12-ヒドロキシステアリン酸アルミニウム等の脂肪酸セッケン及びデキストリン脂肪酸エステル、コレステロール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、デンプン脂肪酸エステル等が挙げられ、これらを1種または2種以上を用いることができる。分散剤又は表面処理剤としての効果を得るためには0.1重量%以上の配合が好ましい。

【0030】

本発明の日焼け止め化粧品には、酸化チタン、酸化亜鉛、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、酸化セリウム、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン、ベントナイト、クレイ、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、含フッ素金雲母、合成タルク、硫酸バリウム、硫酸マグネシウム、硫酸カルシウム、チッ化ホウ素、オキシ塩化ビスマス、アルミナ、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、酸化クロム、カラミン、炭酸マグネシウムおよびこれらの複合体等の無機粉末；シリコーン粉末、シリコーン弾性粉末、ポリウレタン粉末、セルロース粉末、ナイロン粉末、PMMA粉末、スターチ、ポリエチレン粉末等及びこれらの複合体等の有機粉末を用いることができ、これらの1種以上を含有せしめることができる。

【0031】

その他の成分

本発明の化粧料における油性成分としては、流動パラフィン、スクワラン、エステル油、ジグリセライド、トリグリセライド、パーフルオロポリエーテル、ワセリン、ラノリン、セレシン、カルナバロウ、固形パラフィン、脂肪酸、多価アルコール、シリコーン樹脂、フッ素樹脂、アクリル樹脂、ビニルピロリド等を組合わせて、油性成分として1種以上含有せしめる。本発明の化粧料には、更に、色素、pH調整剤、保質剤、増粘剤、界面活性剤、分散剤、安定化剤、着色剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、香料等も本発明の目的を達する範囲内で適宜配合することができる。

【0032】

以下、試験例によって本発明を更に詳細に説明する。まず、本発明者らは以下の試験を行い紫外線防止効果をもつ微粒子酸化亜鉛の表面処理剤の検討を行った。

【0033】

試験例1 各種表面処理粉末の表面処理剤の剥離強度

本発明者らは、各種表面処理粉末の表面処理剤剥離強度の測定を行った。表面処理粉末の表面処理剤剥離強度は、酢酸エチルを溶媒としたソックスレー抽出法（120℃、3時間）にて溶出量を算出した。すなわち、微粒子酸化亜鉛（比表面積：約80m²/g）に各種表面処理を施し、表面処理剤の剥がれにくさをソックスレー抽出法により測定し、試験例1-1～1-5の結果を得た。結果を表1に示す。

【0034】

【表1】

表面処理剤	溶出量 (%：対処理剤)
無水ケイ酸+ジメチルシリコーン (試験例1-1)	0.2
無水ケイ酸+メチルヒドロジェンポリシロキサン (試験例1-2)	0.2
ジメチルシリコーン (試験例1-3)	23.0
メチルヒドロジェンポリシロキサン (試験例1-4)	1.5
脂肪酸エステル (試験例1-5)	0.5

【0035】

表1の結果より、微粒子酸化亜鉛を無水ケイ酸により被覆し、さらにジメチルシリコーンにより表面処理をした試験例1-1の複合処理粉末は、処理剤の溶出量が少なく表面処理剤が剥がれにくいことがわかる。また微粒子酸化亜鉛を無水ケイ酸により被覆し、さらにメチルヒドロジェンポリシロキサンにより表面処理をした試験例1-2の複合処理粉末も、処理剤の溶出量が少なく表面処理剤が剥がれにくいことがわかる。これに対して、無水ケイ酸による被覆をせずにジメチルシリコーン処理をした粉末の試験例1-3は、処理剤の溶出量が多く、表面処理剤が剥がれやすいことがわかる。またメチルヒドロジェンポリシロキサンまたは脂肪酸エステルにより表面処理した粉末の試験例1-4、1-5は比較的処理剤の溶出量が少ないという結果となった。

【0036】

試験例2 各種表面処理粉末の脂肪酸との反応

オレイン酸2重量%を溶解したエタノール溶媒中に試験例1で用いた各種表面処理を施した微粒子酸化亜鉛を10重量%を混合し、ガラスビーズを中身容量に対し50重量%加えた後、ペイントシェイカーにて1時間分散後し、各種表面処理粉末と脂肪酸とのビーズ分

散系での反応状態を確認し、試験例 2-1～2-5 を得た。表 2 に結果を示す。

【0037】

【表 2】

表面処理剤	安定性 (ゲル化)
無水ケイ酸+ジメチルシリコーン (試験例 2-1)	ゲル化なし
無水ケイ酸+メチルハイドロジェンポリシロキサン (試験例 2-2)	ゲル化なし
ジメチルシリコーン (試験例 2-3)	ややゲル化
メチルハイドロジェンポリシロキサン (試験例 2-4)	ややゲル化
脂肪酸エステル (試験例 2-5)	ゲル化

【0038】

表 2 の結果より、微粒子酸化亜鉛を無水ケイ酸により被覆し、さらにジメチルシリコーンにより表面処理をした試験例 2-1 の複合粉末は、ゲル化することなく安定性に優れていることがわかる。また微粒子酸化亜鉛を無水ケイ酸により被覆し、さらにメチルハイドロジェンポリシロキサンにより表面処理をした試験例 2-2 の複合粉末は、ゲル化することなく安定性に優れていることがわかる。これに対して、無水ケイ酸による被覆をせずに表面処理をした試験例 2-3～2-5 は、ゲル化し安定性に劣ることがわかる。

【0039】

したがって、試験例 1 及び 2 の結果から無水ケイ酸で被覆した後シリコーンにて表面処理をした粉末は、表面処理剤が剥がれず、高分散状態でも脂肪酸と反応しないことがわかる。以下、本発明者らはこの無水ケイ酸及びシリコーンにより処理した複合粉末と、高分散が可能な媒体攪拌ミルを用いて日焼け止め化粧料の開発を行った。

【0040】

次に本発明者らは、日焼け止め化粧料を調製し、実用特性を確認した。実用特性の評価については後述の通りである。紫外線防止効果は特開平 7-167781 記載の高い精度で SPF 値と PFA 値が測定できる in vitro SPF 測定システムを用いた。また、製剤の透明性については人工皮革に一定量 (2.0mg/cm²) 塗布し、未塗布部分と共に CM-1000H (ミノルタ社製) で測色した後、色差 ΔE を算出した (ΔE の値が低い程透明性が高くなる)。製剤の安定性については経時 (50℃、1ヶ月) での粘度を 25℃に戻した後に測定し、目視で状態の変化を確認した。配合量はすべて重量%で示す。

【0041】

実用特性評価

20名の女性パネルに試料を塗布し、使用感触及び仕上りの透明性について評価した。

<評価>

17名以上が良いと回答 ◎
 12～16名が良いと回答 ○
 9～11名が良いと回答 △
 5～8名が良いと回答 ×
 4名以下が良いと回答 ××

【0042】

試験例 3 界面活性剤の検討

本発明者らは無水ケイ酸を被覆しシリコーン処理をした微粒子酸化亜鉛を分散させる界面活性剤について検討を行った。ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを配合した試験例 3-1、グリセルモノステアリン酸を配合した試験例 3-2、ソルビタンジステアリン酸エステルを配合した試験例 3-3 の日焼け止め化粧料 (W/O 型乳化組成物) を下記表

の組成に基づいて調製し、粘度安定性の評価を行った。調製は通常ホモジナイザーにて分散・乳化することにより行われた。結果を表3に示す。

【0043】

【表3】

	試験例 3-1	試験例 3-2	試験例 3-3	
シクロメチルポリシロキサン	30	30	30	10
ジメチルシリコーン	5	5	5	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリオキシアルキレン基20%、平均分子量6200)	4	—	—	
グリセルモノステアリン酸エステル (ポリオキシエチレン25Et)	—	4	—	
ソルピタンジステアリン酸エステル	—	—	4	20
シリコーンレジン	1	1	1	
抗酸化剤	適量	適量	適量	
オクチルメトキシシンナメート	3	3	3	
モノオレイン酸エステル	1.5	1.5	1.5	30
カチオン変性ペントナイト	2	2	2	
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆微粒子酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン5重量%、無水ケイ酸10重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.02 μm)	17	17	17	
ミリスチン酸カルシウム処理タルク	5	5	5	
PMMA球状樹脂粉末	5	5	5	40
イオン交換水	to 100	to 100	to 100	
グリセリン	4	4	4	
ポリエチレングリコール	1	1	1	
防腐剤	適量	適量	適量	50
安定化剤	適量	適量	適量	
香料	適量	適量	適量	
使用感触	◎	△	△	
仕上りの透明性	◎	△	△	
安定性 (1ヶ月)	◎	△	△	

【0044】

表3の結果に示されるように、ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを用いた試験例3-1は、他の界面活性剤を用いた試験例3-2及び3-3と比較して、粉末の分散性が良好となるため粘度の経時変化が少なく安定性に優れ、使用感触及び仕上りの透明性に優れていることがわかる。

【0045】

次に表4の組成物により、調製方法による相違を確認した。調製方法は、試験例3-1、3-4についてはホモジナイザーにて分散・乳化することにより行われた。試験例3-5、3-6については、媒体攪拌ミルにて分散・乳化することにより行われた。試験例3-4、3-6は、ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを含まない組成物である。

【0046】

【表4】

	試験例 3-1	試験例 3-4	試験例 3-5	試験例 3-6	
シクロメチルポリシロキサン	30	30	30	30	10
ジメチルシリコーン	5	5	5	5	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリグリセリル基20%、平均分子量6200)	4	—	4	—	
トリイソステアリン酸ポリグリセリン	—	5	—	5	
シリコーンレジン	1	1	1	1	20
抗酸化剤	適量	適量	適量	適量	
オクチルメトキシシンナメート	3	3	3	3	
モノオレイン酸エステル	1.5	1.5	1.5	1.5	
カチオン変性ベントナイト	2	2	2	2	30
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆微粒子酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン5重量%、無水ケイ酸10重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.02 μm)	17	17	17	17	
ミリスチン酸カルシウム処理タルク	5	5	5	5	
PMMA球状樹脂粉末	5	5	5	5	
イオン交換水	to 100	to 100	to 100	to 100	40
グリセリン	4	4	4	4	
ポリエチレングリコール	1	1	1	1	
防腐剤	適量	適量	適量	適量	
安定化剤	適量	適量	適量	適量	40
香料	適量	適量	適量	適量	
使用感触	◎	△	◎	○	
仕上りの透明性	◎	△	◎	○	
安定性 (1ヶ月)	◎	△	◎	○	

【0047】

表4の結果より、ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを用いない場合においても、媒体攪拌ミルによる調製によって、優れた日焼け止め化粧料を得られることがわかる。

【0048】

試験例4 ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンの種類

10

20

30

40

50

次に本発明者らはポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンの種類について検討を行った。本発明に好適な特定のポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを配合した試験例４－１、ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンのポリオキシアルキレン基の割合が低い試験例４－２、ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンの平均分子量が低い試験例４－３の日焼け止め化粧料（Ｗ／Ｏ型乳化組成物）を下記表の組成に基づいて調製し、各試験及び評価を行った。調製は通常ホモジナイザーにて分散・乳化することにより行われた。結果を表５に示す。

【００４９】

【表５】

	試験例 4-1	試験例 4-2	試験例 4-3	
シクロメチルポリシロキサン	30	30	30	
ジメチルシリコーン	2	2	2	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリオキシアルキレン基20%、平均分子量6200)	5	—	—	10
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリオキシアルキレン基5%、平均分子量3000)	—	5	—	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリオキシアルキレン基15%、平均分子量500)	—	—	5	
シリコーンレジン	1	1	1	
抗酸化剤	適量	適量	適量	
オクチルメトキシシンナメート	3	3	3	20
4-tertブチル-4'-メトキシベンゾイルメタン	1	1	1	
イソステアリン酸	1	1	1	
シリコーン処理硫酸バリウム	3	3	3	
カチオン変性ベントナイト	2	2	2	
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆微粒子酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン3重量%、無水ケイ酸22重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.025 μ m)	18	18	18	30
タルク	5	5	5	
PMMA球状樹脂粉末	5	5	5	
イオン交換水	to 100	to 100	to 100	
グリセリン	4	4	4	
ポリエチレングリコール	1	1	1	
防腐剤	適量	適量	適量	
安定化剤	適量	適量	適量	
香料	適量	適量	適量	40
使用感触	◎	○	○	
仕上りの透明性	◎	△	△	
安定性 (1ヶ月)	◎	×	×	

【0050】

表5の結果に示されるように、特定のポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを用いた試験例4-1は、仕上りの透明性に優れ、使用感触も良好であることがわかる。また、本発明の試験例4-1の日焼け止め化粧料は粘度の経時変化が少なく安定性にも優れてい

ることもわかる。したがって、試験例 4-2、4-3 からポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンのポリオキシレン基と分子量によって分散不良や乳化安定性が悪化することがわかる。

【0051】

次に表 6 の組成物により、調製方法による相違を確認した。調製方法は、試験例 4-1、4-4 についてはホモジナイザーにて分散・乳化することにより行われた。試験例 4-5、4-6 については、媒体攪拌ミルにて分散・乳化することにより行われた。試験例 4-4、4-6 は、ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを含まない組成物である。

【0052】

【表 6】

	試験例 4-1	試験例 4-4	試験例 4-5	試験例 4-6
シクロメチルポリシロキサン	30	30	30	30
ジメチルシリコーン	2	2	2	2
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリシロキサン基20%、平均分子量6200)	5	—	5	—
トリイソステアリン酸ポリグリセリル	—	5	—	5
シリコーンレジン	1	1	1	1
抗酸化剤	適量	適量	適量	適量
オクチルメトキシシンナメート	3	3	3	3
4-tertブチル-4'-メトキシベンゾイルメタン	1	1	1	1
イソステアリン酸	1	1	1	1
シリコーン処理硫酸バリウム	3	3	3	3
カチオン変性ベントナイト	2	2	2	2
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆微粒子酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン3重量%、無水ケイ酸22重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.025 μ m)	18	18	18	18
タルク	5	5	5	5
PMMA球状樹脂粉末	5	5	5	5
イオン交換水	to 100	to 100	to 100	to 100
グリセリン	4	4	4	4
ポリエチレングリコール	1	1	1	1
防腐剤	適量	適量	適量	適量
安定化剤	適量	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量	適量
使用感触	◎	△	◎	○
仕上りの透明性	◎	△	◎	○
安定性 (1ヶ月)	◎	△	◎	○

【0053】

表6の結果より、ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを用いない場合においても、媒体攪拌ミルによる調製により、優れた日焼け止め化粧料を得られることがわかる。

【0054】

試験例5 微粒子酸化亜鉛の複合体粉末の配合量

次に微粒子酸化亜鉛に無水ケイ酸を被覆しシリコーン表面処理した複合体粉末の配合量について検討した。試験例3-1の組成のうち、微粒子酸化亜鉛に無水ケイ酸を被覆しシリコーン表面処理した複合体粉末の配合量を変化させた表7の組成の日焼け止め化粧料を調製し、紫外線防止効果、使用感触、仕上りの透明性及び安定性について評価を行った。調製は

ホモジナイザーにて分散・乳化することにより行われた。試験及び評価は前記の通りであるが、紫外線防止効果については、下記の評価基準にしたがった。

【0055】

＜紫外線防止効果＞

微粒子酸化亜鉛に無水ケイ酸を被覆しシリコーン表面処理した複合粉末を配合しない組成物を調製し、試験例の組成物とin vitro SPF値、in vitro PFA値の比較を行った。評価基準は下記の通りである。

- ◎ … in vitro SPF値が8以上、in vitro PFA値が5以上の上昇が認められた
- … in vitro SPF値が4以上8未満、in vitro PFA値が2以上5未満の上昇が認められた
- △ … in vitro SPF値が1以上4未満、in vitro PFA値が1以上2未満の上昇が認められた
- × … in vitro SPF値、in vitro PFA値の上昇が全く認められなかった

【0056】

【表7】

	試験例 5-1	試験例 5-2	試験例 5-3	試験例 5-4
シクロメチルポリシロキサン	30	30	30	30
ジメチルシリコーン	5	5	5	5
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリオキシアルキレン基20%、平均分子量6200)	4	4	4	4
シリコーンレジン	1	1	1	1
抗酸化剤	適量	適量	適量	適量
オクチルメトキシシンナメート	3	3	3	3
モノオレイン酸エステル	1.5	1.5	1.5	1.5
カチオン変性ベントナイト	2	2	2	2
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆微粒子酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン5重量%、無水ケイ酸10重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.02 μm)	3	10	23	30
ミリスチン酸カルシウム処理タルク	5	5	5	5
PMMA球状樹脂粉末	5	5	5	5
イオン交換水	to 100	to 100	to 100	to 100
グリセリン	4	4	4	4
ポリエチレングリコール	1	1	1	1
防腐剤	適量	適量	適量	適量
安定化剤	適量	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量	適量
紫外線防止効果	△	○	◎	◎
使用感触	◎	◎	○	△
仕上りの透明性	◎	◎	○	△
安定性 (1ヶ月)	◎	◎	◎	○

【0057】

表7の結果より、本発明における無水ケイ酸で被覆しさらにシリコーンで表面処理をした微粒子酸化亜鉛複合粉末の配合量は3～30重量%が好適であることがわかる。

【0058】

試験例6 ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンの配合量

次にポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンの配合量について検討した。下記表の組成の日焼け止め化粧料を調製し、紫外線防止効果、使用感触、仕上りの透明性及び安定性について評価を行った。調製は通常ホモジナイザーにより分散・乳化することにより行われた。試験方法及び評価基準は前記の通りである。

結果を表8に示す。

【0059】

【表8】

10

20

30

40

50

	試験例 6-1	試験例 6-2	試験例 6-3	
シクロメチルポリシロキサン	38	38	38	
ジメチルシリコーン	3	3	3	
オクチルメトキシシンナメート	5	5	5	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリシロキサン基15%、平均分子量6000)	0.5	3	7	10
シリコーンレジン	2	2	2	
ベントナイト	1	1	1	
抗酸化剤	適量	適量	適量	
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆微粒子酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン3重量%、無水ケイ酸20重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径 $0.03\mu\text{m}$)	15	15	15	20
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	4	4	4	
ナイロンパウダー	5	5	5	
イオン交換水	to 100	to 100	to 100	
グリセリン	5	5	5	
ジプロピレングリコール	5	5	5	
防腐剤	適量	適量	適量	
安定化剤	適量	適量	適量	30
香料	適量	適量	適量	
紫外線防止効果	○	◎	◎	
使用感触	◎	◎	○	
仕上りの透明性	○	◎	◎	
安定性 (1ヶ月)	○	◎	◎	

【0060】

表8の結果より、本発明にかかるポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンの配合量は0.5～7重量%で好適に用いられることがわかる。

【0061】

【実施例】

以下、実施例及び比較例により本発明をさらに説明する。配合量はすべて重量%である。

実施例1 油中水型乳化組成物

表9に実施例1として油中水型乳化組成物を製造した。下記の処方中の油相成分と粉末成分とを混合し、媒体攪拌ミルにて粉末を解砕・分散後、水相成分を添加し乳化した。比較例1-1は同一処方を通常製造工程であるホモジナイザーにて分散・乳化して製造した。比較例1-2、1-3は、異なる表面処理酸化亜鉛を用い、媒体攪拌ミルを用いた工程にて製造した。

【0062】

【表9】

	実施例	比較例	比較例	比較例
	1	1-1	1-2	1-3
シクロメチルポリシロキサン	30	30	30	30
ジメチルシリコーン	3	3	3	3
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル	5	5	5	5
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリオキシアルキレン基15%、平均分子量6000)	3	3	3	3
セスキイソステアリン酸ソルビタン	1	1	1	1
イソステアリン酸	1	1	1	1
ペントナイト	1	1	1	1
抗酸化剤	適量	適量	適量	適量
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン3重量%、無水ケイ酸20重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.03 μ m)	15	15	—	—
ジメチルシリコーン処理微粒子酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン7重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.03 μ m)	—	—	15	—
ミリスチン酸処理微粒子酸化亜鉛 (ミリスチン酸12重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.03 μ m)	—	—	—	15
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	5	5	5	5
ナイロンパウダー	5	5	5	5
イオン交換水	to 100	to 100	to 100	to 100
グリセリン	5	5	5	5
ジプロピレングリコール	5	5	5	5
防腐剤	適量	適量	適量	適量
安定化剤	適量	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量	適量
in vitro SPF値	41.5	35.8	29.7	31.2
in vitro SPA値	11.2	9.8	7.4	7.8
透明性 (ΔE)	4.2	4.9	6.8	7.6

10

20

30

40

使用感触	◎	○	△	○
仕上りの透明性	◎	○	△	△
粘度 (50℃) 初期値	18000	14500	16000	13800
1ヶ月	16800	13200	17000	45000
安定性 (1ヶ月)	◎	◎	○	×

【0063】

表9の結果より、無水ケイ酸被覆しない微粒子酸化亜鉛を配合した比較例1-2、1-3は、粘度の安定性に劣り、使用感触及び仕上りの透明性にも劣ることがわかる。これに対して、無水ケイ酸被覆処理をしてさらにシリコーン処理をした微粒子酸化亜鉛を配合した実施例1は、粘度の安定性に優れ、使用感触及び仕上りの透明性にも優れていることがわかる。さらに、実施例1は、透明性(ΔE)、in vitro SPF値、in vitro SPA値においても特に優れた結果が得られた。また、実施例1と比較例1-1を比較すると、通常ホモジナイザーで調製した比較例1-1より、媒体攪拌ミルで調製した実施例1の方が紫外線防止効果及び使用感触、透明性において向上していることがわかる。

10

【0064】

実施例2 油中水型乳化組成物

表10に実施例2として油中水型乳化組成物を製造した。下記の処方中の油相成分と粉末成分とを混合し、媒体攪拌ミルにて粉末を解砕・分散後、水相成分を添加し乳化した。比較例2-1は、同一処方を通常製造工程であるホモジナイザーにて分散・乳化した。比較例2-2、3は、異なる表面処理酸化亜鉛を用い、媒体攪拌ミルを用いた工程にて製造した。

20

【0065】

【表10】

	実施例 2	比較例 2-1	比較例 2-2	比較例 2-3
シクロメチルポリシロキサン	30	30	30	30
ジメチルシリコーン	3	3	3	3
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリシロキサン基20%、平均分子量6200)	3	3	3	3
シリコーンレジン	2	2	2	2
抗酸化剤	適量	適量	適量	適量
オクチルメトキシシンナメート	1	1	1	1
4-tert ブチル-4-メトキシベンゾイルメタン	1	1	1	1
イソステアリン酸	1	1	1	1
カチオン変性ベントナイト	1	1	1	1
メチルハイト・ロジ・エポキシ樹脂処理無水ケイ酸被覆酸化亜鉛	18	18	—	—
(メチルハイト・ロジ・エポキシ樹脂3重量%、無水ケイ酸22重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.025 μ m)				
メチルハイト・ロジ・エポキシ樹脂処理微粒子酸化亜鉛	—	—	18	—
(メチルハイト・ロジ・エポキシ樹脂7重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.03 μ m)				
ミリスチン酸処理微粒子酸化亜鉛	—	—	—	18
(ミリスチン酸1.2重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.03 μ m)				
ミリスチン酸カルシウム処理タルク	5	5	5	5
PMMA球状樹脂粉末	5	5	5	5
イオン交換水	to 100	to 100	to 100	to 100
グリセリン	4	4	4	4
ポリエチレングリコール	1	1	1	1
防腐剤	適量	適量	適量	適量
安定化剤	適量	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量	適量

10

20

30

40

in vitro SPF値	42.5	37.4	34.4	35.2
in vitro SPA値	9.2	8.1	7.2	7.8
透明性 (ΔE)	1.6	2.2	4.6	4.9
使用感触	◎	○	○	○
仕上りの透明性	◎	○	△	△
粘度 (50℃) 初期値	5800	4800	4500	4700
1ヶ月	5500	4900	5400	6300
安定性 (1ヶ月)	◎	◎	△	×

10

【0066】

表10の結果より、無水ケイ酸被覆しない微粒子酸化亜鉛を配合した比較例2-2、2-3は、粘度の安定性に劣り、仕上りの透明性にも劣ることがわかる。これに対して、無水ケイ酸被覆処理をしてさらにシリコーン処理をした微粒子酸化亜鉛を配合した実施例2は、粘度の安定性に優れ、使用感触及び仕上りの透明性にも優れていることがわかる。さらに、実施例2は、透明性 (ΔE)、in vitro SPF値、in vitro SPA値においても特に優れた結果が得られた。また、実施例2と比較例2-1を比較すると、通常ホモジナイザーで調製した比較例2-1より、媒体攪拌ミルで調製した実施例2の方が紫外線防止効果及び使用感触、透明性において向上していることがわかる。

20

【0067】

実施例3 油性組成物

表11に実施例3として油性組成物を製造した。下記の処方中の水相成分以外の全成分を混合し、媒体攪拌ミルにて粉末を解砕・分散し、実施例3を得た。比較例3-1は同一処方を通常製造工程であるホモジナイザーにて分散して製造した。比較例3-2、3は異なる表面処理酸化亜鉛を用い、媒体攪拌ミルを用いた工程にて製造した。

【0068】

【表11】

	実施例 3	比較例 3-1	比較例 3-2	比較例 3-3	
シクロメチルポリシロキサン	to 100	to 100	to 100	to 100	
ジメチルシリコーン	5	5	5	5	
アルコール	8	8	8	8	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン (ポリオキシアルキレン基20%、平均分子量6200)	3	3	3	3	10
セスキイソステアリン酸ソルピタン	1	1	1	1	
シリコーンレジン	8	8	8	8	
抗酸化剤	適量	適量	適量	適量	
オクチルメトキシシンナメート	3	3	3	3	
カチオン変性ベントナイト	0.5	0.5	0.5	0.5	
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン5重量%、無水ケイ酸10重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.02 μ m)	12	12	—	—	20
ジメチルシリコーン処理微粒子酸化亜鉛 (ジメチルシリコーン7重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.03 μ m)	—	—	12	—	
ミリスチン酸処理微粒子酸化亜鉛 (ミリスチン酸12重量%、微粒子酸化亜鉛平均粒子径0.03 μ m)	—	—	—	12	
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	3	3	3	3	
PMMA球状樹脂粉末	5	5	5	5	30
シリコーン処理タルク	15	15	15	15	
香料	適量	適量	適量	適量	
in vitro SPF値	42.5	37.4	34.4	35.2	
in vitro SPA値	9.2	8.1	7.2	7.8	
透明性 (ΔE)	1.6	2.2	4.6	4.9	
使用感触	◎	○	○	△	
仕上りの透明性	◎	○	○	△	40
粘度 (50℃) 初期値	3800	2500	2900	3200	
1ヶ月	3400	2800	2350	6900	
安定性 (1ヶ月)	◎	◎	○	×	

【0069】

表11の結果より、無水ケイ酸被覆しない微粒子酸化亜鉛を配合した比較例3-2は、粘度の安定性に劣り、使用感触及び仕上りの透明性にも劣ることがわかる。これに対して、無水ケイ酸被覆処理をしてさらにシリコーン処理をした微粒子酸化亜鉛を配合した実施

例 3 は、粘度の安定性に優れ、使用感触及び仕上がりの透明性にも優れていることがわかる。さらに、実施例 3 は、透明性 (ΔE)、in vitro SPF 値、in vitro SPA 値においても特に優れた結果が得られた。また、実施例 3 と比較例 3-1 を比較すると、通常ホモジナイザーで調製した比較例 3-1 より、媒体攪拌ミルで調製した実施例 3 の方が紫外線防止効果及び使用感触、透明性において向上していることがわかる。

【0070】

以下、本発明の実施例をさらに挙げる。

実施例 4 パウダリーファンデーション（水使用も可能）

シリコーン処理セリサイト	18	
シリコーン処理マイカ	to 100	10
シリコーン処理タルク	15	
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆酸化亜鉛	6	
シリコーン処理酸化チタン	8	
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	6	
シリコーン処理ベンガラ	1.2	
シリコーン処理黄酸化鉄	2.5	
シリコーン処理黒酸化鉄	0.9	
ポリウレタン粉末	6	
パラベン	適量	
ジメチルポリシロキサン	4	20
メチルフェニルポリシロキサン	3	
オクチルメトキシシンナメート	3	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン （ポリオキシアルキレン基 15%，平均分子量 6000）	2	
酸化防止剤	適量	
香料	適量	

〔製法〕

上記の処方中の油相成分と粉末成分、その他を混合し、媒体攪拌ミルにて粉末を解砕・分散し、パウダリーファンデーションを得た。

【0071】

実施例 5 フェースパウダー（白粉）

タルク	to 100	
マイカ	25	
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆酸化亜鉛	5	
微粒子酸化チタン	3	
球状シリコーン粉末	8	
ワセリン	1	
メチルフェニルポリシロキサン	3	
エステル油	1	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン （ポリオキシアルキレン基 15%，平均分子量 6200）	0.5	40
パラベン	適量	
酸化防止剤	適量	
香料	適量	

〔製法〕

上記処方中の全成分を混合し、媒体攪拌ミルにて粉末を解砕・分散し、フェースパウダーを得た。

【0072】

実施例 6 乳化クリームファンデーション

タルク	14	50
-----	----	----

セリサイト	1 0	
ベンガラ	0 . 3	
黄酸化鉄	1 . 2	
黒酸化鉄	0 . 6	
球状ポリエチレン粉末	6	
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆酸化亜鉛	3	
ジメチルポリシロキサン (0 . 0 0 6 P a ・ s)	1 0	
オリーブ油	1 0	
ステアリン酸	2	
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン		10
(ポリオキシアルキレン基 1 5 % , 平均分子量 6 0 0 0)	0 . 5	
グリセリルモノステアレート	2	
P O E (4 0) モノステアリン酸ソルビタン	2	
グリセリン	5	
トリエタノールアミン	0 . 8	
p H 調整剤	適量	
防腐剤	適量	
イオン交換水	to 1 0 0	

[製法]

上記の処方中の油相成分と粉末成分とを混合し、媒体攪拌ミルにて粉末を解砕・分散後、水相成分を添加し乳化し、乳化クリームファンデーションを得た。 20

【0 0 7 3】

実施例 7 乳化リキッドファンデーション (W/O)

シリコーン処理マイカ	1 4	
シリコーン処理セリサイト	1 1	
ジメチルシリコーン処理無水ケイ酸被覆酸化亜鉛	8	
球状 P M M A 粉末	4	
シクロメチルポリシロキサン	to 1 0 0	
ジメチルポリシロキサン	4	
スクワラン	3	30
ポリオキシアルキレン変性ポリシロキサン		
(ポリオキシアルキレン基 2 0 % , 平均分子量 6 0 0 0)	2	
ソルビタンセスキイソステアレート	1	
分散助剤	適量	
ジプロピレングリコール	2	
イオン交換水	2 0	
抗酸化剤	適量	
香料	適量	

[製法]

上記の処方中の油相成分と粉末成分とを混合し、媒体攪拌ミルにて粉末を解砕・分散後、水相成分を添加し乳化し、乳化リキッドファンデーション (W/O) を得た。 40

【0 0 7 4】

【発明の効果】

以上記載のごとく、本発明にかかる日焼け止め化粧料は、無水ケイ酸で被覆され、さらにシリコーンで表面処理された微粒子酸化亜鉛の複合粉末を媒体攪拌ミルまたは高压分散機で油又は水中で分散処理するので、表面処理剤が剥がれ、系内の安定性を損なうということがない。そして S P F 値や P F A 値の紫外線防止効果と仕上りの透明性にも優れた日焼け止め化粧料とすることができる。また、さらにポリオキシアルキレン変性ポリシロキサンを配合することにより、系内の安定性をさらに向上させることができる。また、本発明の日焼け止め化粧料は、脂肪酸、脂肪酸セッケン又は脂肪酸エステルで表面処理された粉 50

末を1重量%以上配合しても系の安定性を損なうことはない。

【図面の簡単な説明】

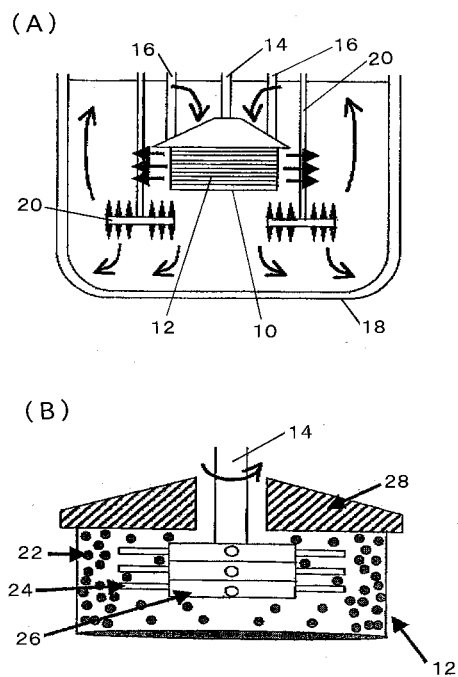
【図1】本発明の日焼け止め化粧料の調製に用いられる媒体攪拌ミルの一例を示す図である。

【符号の説明】

- 10 バスケット部（媒体ミル部）
- 12 スリットからなる小孔
- 14 バスケット内攪拌装置
- 16 ロッド
- 18 タンク
- 20 予備混合用と分散液流動用とを兼ね備えたタンク内攪拌装置（ディスパー）
- 22 ビーズ
- 24 ピン
- 26 攪拌ピンディスク
- 28 ジャケット

10

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		
A 6 1 K	8/36	(2006.01)	A 6 1 K	8/36
A 6 1 K	8/37	(2006.01)	A 6 1 K	8/37
A 6 1 Q	1/12	(2006.01)	A 6 1 Q	1/12
A 6 1 Q	17/04	(2006.01)	A 6 1 Q	17/04
C 0 8 L	83/12	(2006.01)	C 0 8 L	83/12

(72)発明者 城市 京子
神奈川県横浜市港北区新羽町 1 0 5 0 番地 株式会社 資生堂 第一リサーチセンター内

審査官 川島 明子

(56)参考文献 特開平 0 9 - 3 1 5 9 3 9 (J P, A)
特開平 1 1 - 3 0 2 0 1 5 (J P, A)
特開平 0 9 - 1 0 0 1 1 2 (J P, A)
特公昭 5 9 - 0 1 5 8 8 5 (J P, B 1)

(58)調査した分野(Int.Cl., D B名)

A61K 8/00-8/99

A61Q 1/00-99/00