

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-189652
(P2004-189652A)

(43) 公開日 平成16年7月8日(2004.7.8)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
A 6 1 K 7/00	A 6 1 K 7/00	B 4 C 0 8 3
A 6 1 K 7/02	A 6 1 K 7/00	N 4 J 0 3 7
A 6 1 K 7/021	A 6 1 K 7/02	L
A 6 1 K 7/031	A 6 1 K 7/021	
A 6 1 K 7/032	A 6 1 K 7/031	
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 24 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2002-358102 (P2002-358102)	(71) 出願人	591119750 岩瀬コスファ株式会社 大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番11号
(22) 出願日	平成14年12月10日 (2002.12.10)	(74) 代理人	100062144 弁理士 青山 稔
		(74) 代理人	100086405 弁理士 河宮 治
		(74) 代理人	100081422 弁理士 田中 光雄
		(74) 代理人	100106518 弁理士 松谷 道子
		(72) 発明者	井谷 衛 大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番11号 岩瀬コスファ株式会社内
		最終頁に続く	

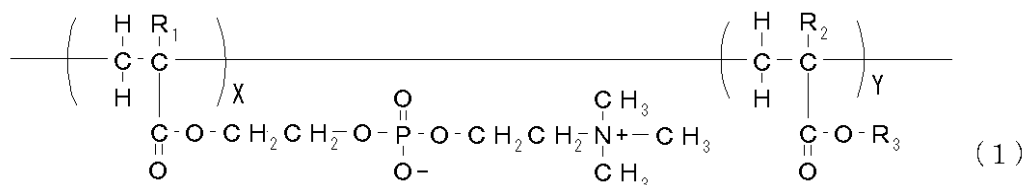
(54) 【発明の名称】 改質粉体および化粧品

(57) 【要約】

【課題】 化粧崩れを起こしにくく、且つ肌の潤いを保つ粉体であり、化粧崩れを防止することのできる粉体を提供する。

【解決手段】 a) 剤： 一般式(1)で示される、重量平均分子量5,000~1,000,000の2-メタクリロイルオキシエチルホスホリルコリン共重合体

【化1】



【式中、R1およびR2は、水素原子またはメチル基を示し、R3は炭素数12~22の直鎖または分岐鎖状、飽和または不飽和炭化水素基を示し、XおよびYはX/(X+Y)が0.2~0.4となる数である。】および、シリコン化合物および/またはパーフルオロアルキルリン酸エステルにて被覆された、改質粉体、および該改質粉体を含む化粧品。

【選択図】 なし

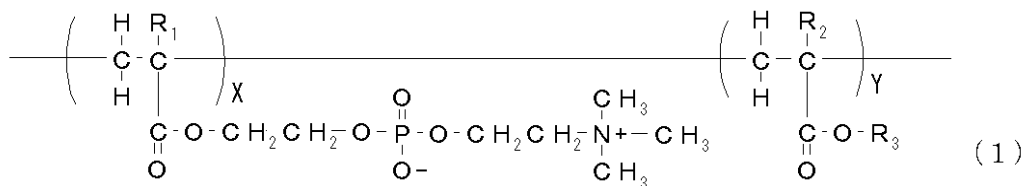
ずれも0であることはなく、dは40モル%以上で60モル%以下である。]

【請求項2】

下記a)剤およびc)剤により被覆された改質粉体

a)剤：一般式(1)で示される、重量平均分子量5,000~1,000,000の2-メタククリロイルオキシエチルホスホリルコリン共重合体

【化5】

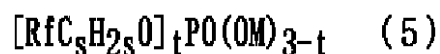


10

[式中、R1およびR2は、水素原子またはメチル基を示し、R3は炭素数12~22の直鎖または分岐鎖状、飽和または不飽和炭化水素基を示し、XおよびYはX/(X+Y)が0.2~0.4となる数である。];

c)剤：一般式(5)にて示される、パーフルオロアルキル基を有するリン酸エステル

【化6】



[式中、Rfは炭素数は3~21の直鎖または分岐状パーフルオロアルキル基またはパーフルオロオキシアルキル基、sは1~12の整数、tは1~3の整数、Mは水素、アルカリ金属および置換基を有していてもよいアミノ基からなる群から選択される。]

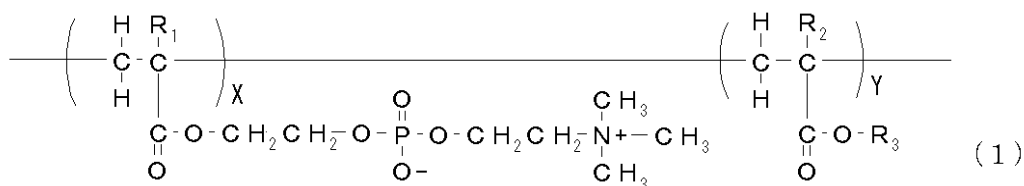
20

【請求項3】

下記a)剤、b)剤およびc)剤により被覆された、請求項1または2記載の改質粉体

a)剤：一般式(1)で示される、重量平均分子量5,000~1,000,000の2-メタククリロイルオキシエチルホスホリルコリン共重合体

【化7】



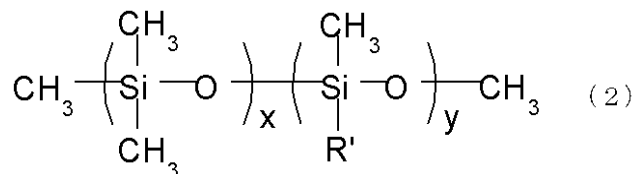
30

[式中、R1およびR2は、水素原子またはメチル基を示し、R3は炭素数12~22の直鎖または分岐鎖状、飽和または不飽和炭化水素基を示し、XおよびYはX/(X+Y)が0.2~0.4となる数である。];

b)剤：下記化合物(b-1)、(b-2)および(b-3)からなる群より選ばれる1種または2種以上のシリコン化合物

化合物(b-1)：一般式(2)で示される化合物

【化8】

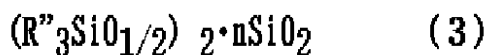


40

[式中、R'は、水素、アルキル基、フェニル基およびアルコキシ基からなる群から選択される基を示し、xおよびyは5 ≤ x+y ≤ 10,000となる0または正の整数である。];

化合物(b-2)：一般式(3)で示される化合物

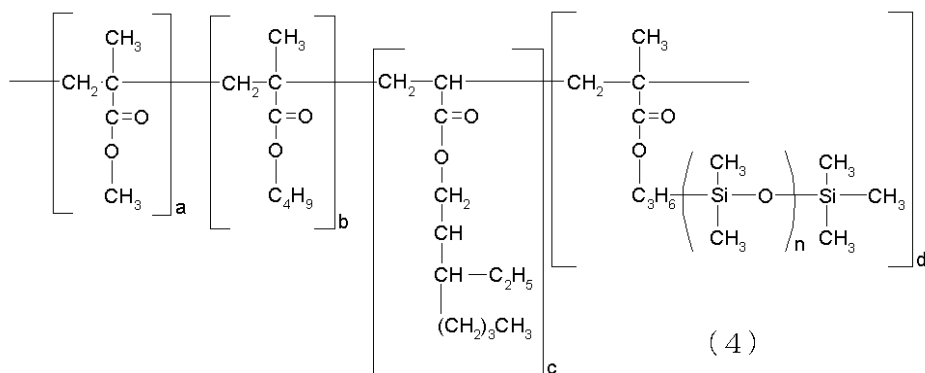
【化 9】



[式中、R''はアルキル基、アリール基およびアルケニル基からなる群から選択される炭化水素基を示し、nは1～6の整数である。]、

化合物 (b - 3) : 一般式 (4) にて示され、分子量が 30,000 ~ 300,000 の化合物

【化 10】



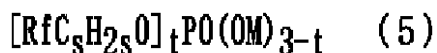
10

20

[式中、nは1～300の整数、a、b、cおよびdは共重合体内の各モル比を示し、いずれも0であることはなく、dは40モル%以上で60モル%以下である。] ;

c) 剤 : 一般式 (5) にて示される、パーフルオロアルキル基を有するリン酸エステル

【化 11】



[式中、Rfは炭素数は3～21の直鎖または分岐状パーフルオロアルキル基またはパーフルオロオキシアルキル基、sは1～12の整数、tは1～3の整数、Mは水素、アルカリ金属および置換基を有していてもよいアミノ基からなる群から選択される。]。

30

【請求項 4】

請求項 1 から 3 いずれかに記載の改質粉体を配合してなる化粧品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、特定のホスホリルコリン基を有する高分子、および特定のシリコン化合物および/または特定のパーフルオロアルキルリン酸エステルにて被覆処理された改質粉体、および改質粉体を配合した化粧品に関する。さらに詳しくは、特定のホスホリルコリン基を有する高分子による保湿性と、特定のシリコン化合物および/または特定のパーフルオロアルキルリン酸エステルによる撥水性、油剤への良好な分散性を保持したことを特徴とする改質粉体、およびその改質粉体を配合した化粧品に関する。

40

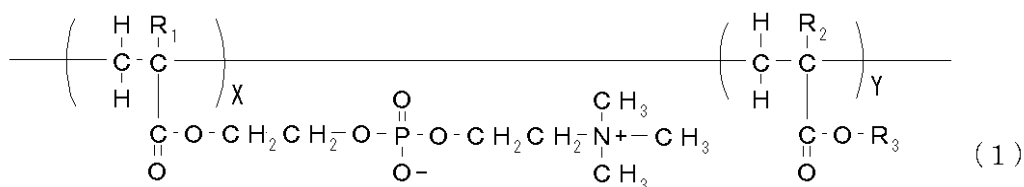
【0002】

【従来の技術】

一般に無機粉体および有機粉体はその種類によって表面状態が異なり、親水性で水分散性良好なものから親油性で油分散性良好なものまで幅広く存在している。これら無機粉体あるいは有機粉体を化粧品、特にメイクアップ化粧品において、配合する粉体類の表面を改質することは重要な技術である。これは、粉体類が(1)非常に大きな比重を有する(2)分散安定性に欠ける(3)皮脂や汗により塗布色が経時的に変化する(4)皮膚との親和性に欠ける等の問題を有しているためである。

【0003】

50



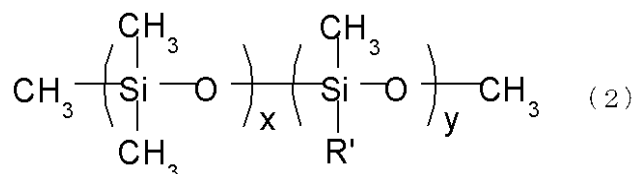
[式中、R₁およびR₂は水素原子またはメチル基を示し、R₃は炭素数12～22の直鎖または分岐鎖状、飽和もしくは不飽和炭化水素基を示し、XおよびYはX/(X+Y)が0.2～0.4となる数を示す。]

で示され、重量平均分子量5,000～1,000,000である2-メタクリロイルオキシエチルホスホリルコリン共重合体(以下、MPC共重合体とする)；

(b) 剤： 下記化合物(b-1)、(b-2)および(b-3)からなる群より選ばれる1種または2種以上のシリコン化合物

化合物(b-1)：一般式(2)で示されるシリコン化合物

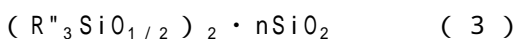
【化14】



[式中R'は、水素、アルキル基、フェニル基およびアルコキシ基からなる群から選択される基を示し、xおよびyは5 ≤ x+y ≤ 10,000となる0または正の整数である。]

化合物(b-2)：一般式(3)で示されるトリオルガノシロキシケイ酸化合物

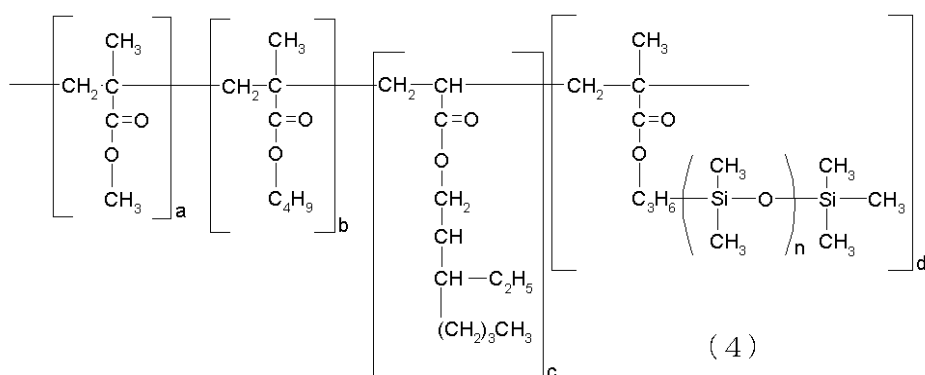
【化15】



[式中、R''はアルキル基、アリアル基およびアルケニル基からなる群から選択される炭化水素基であり、nは1～6の整数である。]

化合物(b-3)：一般式(4)にて示される、分子量が30,000～300,000の化合物

【化16】



[式中、nは1～300の整数、a、b、cおよびdは共重合体内の各モル比を示し、いずれも0であることはなく、dは40モル%以上で60モル%以下である。]

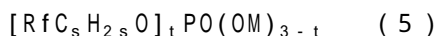
を提供する。

【0010】

本発明はさらに、上記(a)剤および(c)剤にて被覆された改質粉体：

(c) 剤：一般式(5)にて示される、パーフルオロアルキル基を有するリン酸エステル 50

【化 17】



[式中、R f は炭素数は 3 ~ 21 の直鎖または分岐状パーフルオロアルキル基またはパーフルオロオキシアルキル基、s は 1 ~ 12 の整数、t は 1 ~ 3 の整数、M は水素、アルカリ金属および置換基を有していてもよいアミノ基からなる群から選択される。] もまた提供する。

【0011】

本発明はさらに、上記 (a) 剤と共に、(b) 剤および (c) 剤を被覆してなる改質粉体もまた提供する。

本発明はさらに、上記改質粉体を配合してなる化粧料を提供する。

10

【0012】

本発明により得られる改質粉体は、耐水性、保湿性に優れており、該改質粉体を配合した化粧料は、耐水性、保湿性のみならず、肌への密着性、油剤への分散性に優れ、化粧崩れを起こしにくく、且つ、肌の潤いを保つことができる。

【0013】

【発明の実施の形態】

本発明において改質に供される粉体(表面処理を行われていないもの：以下「未処理粉体」という。)としては通常化粧料に用いられるものであれば特に限定されない。例えば、タルク、カオリン、セリサイト、白雲母、金雲母、黒雲母、合成雲母、紅雲母、リチア雲母、パーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪ソウ土、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、硫酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、シリカ、ヒドロキシアパタイト、ゼオライト、窒化ホウ素、セラミクスパウダー等の無機粉末、ナイロンパウダー、シリコンパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリ四弗化エチレンパウダー、ジスチレンベンゼンポリマーパウダー、エポキシパウダー、アクリルパウダー、微結晶性セルロース、ウレタンパウダー等の有機粉体、酸化チタン、酸化亜鉛等の無機白色顔料、酸化鉄(ベンガラ)、チタン酸鉄等の無機赤色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色系顔料、マンゴバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色系顔料、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料、群青、紺青等の無機青色系顔料、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、着色酸化チタン被覆雲母等のパール顔料、アルミニウムパウダー、銅パウダー等の金属粉末顔料、赤色 201 号、赤色 202 号、赤色 204 号、赤色 205 号、赤色 220 号、赤色 226 号、赤色 228 号、赤色 405 号、橙色 203 号、橙色 204 号、橙色 205 号、黄色 401 号及び青色 404 号等の有機顔料、赤色 3 号、赤色 104 号、赤色 106 号、赤色 227 号、赤色 230 号、赤色 401 号、赤色 505 号、橙色 205 号、黄色 4 号、黄色 5 号、黄色 202 号、黄色 203 号、緑色 3 号及び青色 1 号のジルコニウム、バリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔料、またこれら無機粉体、有機粉体の複合体が挙げられる。

20

30

【0014】

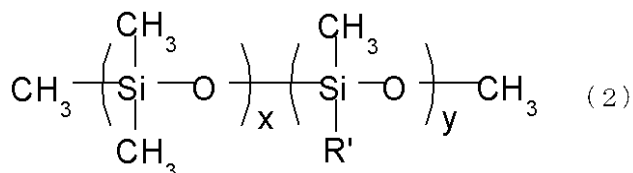
これら未処理粉体は、単独で、または 2 種以上を組み合わせ用いることもできる。未処理粉体の形状は、特に限定されず、平板状、塊状、鱗片状、球状等の粉体を細孔の有無に関係なく使用できるが、体質顔料を用いる場合は、平板状又は球状が特に好ましい。粉体の粒径に関しても粉体としての外形を留める限り特に制限されないが、使用感の点より 0.01 ~ 100 μm、特に 0.1 ~ 30 μm が好ましい。

40

【0015】

本発明で使用される表面処理剤の (a) 剤は、一般式 (1)

【化 18】



で示されるシリコン化合物である。一般式(2)中、R'は、水素、アルキル基、フェニル基、アルコキシル基を示す。アルキル基およびアルコキシル基としては、炭素数1~22までのものが好適に用いられる。xおよびyは5 ≤ x + y ≤ 10,000となる0または正の整数である。x + yが5以下であると十分な耐水性が得られず、x + yが10,000以上であると処理粉体の使用感が硬く好ましくない。

10

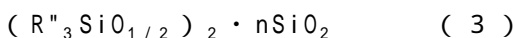
【0021】

このようなシリコン化合物の具体例としては、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等が例示され、信越化学工業(株)製のKF-96シリーズ、KF-50、KF-56、KF-99P、KF-9901、東レ・ダウコーニング・シリコン(株)製のSH-200シリーズ、SH556、SH1107Cの名称で市販されている化合物が例示される。

【0022】

本発明で使用される表面処理剤の(b)剤のひとつである化合物(b-2)は、一般式(3)

【化20】



20

で示されるトリオルガノシロキシケイ酸化合物である。ここで、一般式(3)中のR''はメチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基；フェニル基、トリル基等のアリール基；ビニル基、アリル基、ヘキセニル基等のアルケニル基などに例示される炭化水素基である。このうち被覆した際の撥水性が特に優れることからR''がメチル基である化合物が特に好適に用いられる。

【0023】

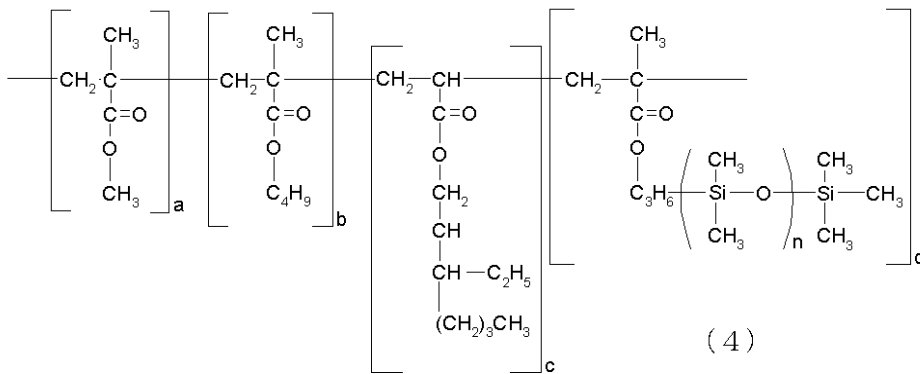
nは1~6の整数である。nが0であるトリオルガノシロキシケイ酸は有機溶剤に可溶であるが、得られた撥水性粉体は凝集しやすく、流動性に乏しいという欠点があるため好ましくない。またnが6を越えると溶媒への溶解性が乏しくなるため、得られた粉体表面が均一に撥水性処理されず、好ましくない。一般式(3)で示されるトリオルガノシロキシケイ酸化合物の分子量は特に限定されないが、好ましい分子量は500~10,000の範囲である。このようなトリオルガノシロキシケイ酸化合物は市販されており、信越化学工業(株)製のKF-7312J、KF-7312K、X21-5249、X-21-5250、KF9021、東レ・ダウコーニング・シリコン(株)製のDC593、BY11-018の名称にて、ジメチルポリシロキサンおよび/または揮発性シリコンに溶解されたものが挙げられる。

30

【0024】

本発明で使用される表面処理剤の(b)剤のひとつである化合物(b-3)は、一般式(4)

【化21】



10

で示される分子量が30,000~300,000の共重合体である。一般式(4)で示される化合物はアクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸、メタクリル酸メチル、メタクリル酸ブチルの共重合体とメチルポリシロキサンのメチル基の一部をヒドロキシプロピル基で置換したものとエステル化合物であり、以下、一般式(4)の共重合体を「アクリルシリコーン共重合体」と称する。

【0025】

一般式(4)中、nは整数を示し、a、b、cおよびdは共重合体内のそれぞれのモル比であり、いずれも0であることはなく、dは40モル%以上で60モル%以下である。

20

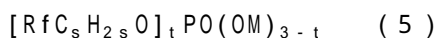
【0026】

このアクリルシリコーン共重合体は、既知の物質であり、信越化学工業(株)製のKP-541, KP-543, KP-545の名称で市販されているイソプロパノールおよび/または酢酸ブチルおよび/または揮発性シリコーンに溶解された共重合体が好適に用いられる。

【0027】

本発明の(c)剤として用いられるのは一般式(5)にて示される、パーフルオロアルキル基を有するリン酸エステル

【化22】



[式中、Rfは炭素数は3~21の直鎖または分岐状パーフルオロアルキル基またはパーフルオロオキシアルキル基、sは1~12の整数、tは1~3の整数、Mは水素、アルカリ金属および置換基を有していてもよいアミノ基からなる群から選択される。]である。(c)剤としては、単一の化合物であっても、一般式(5)の範囲内の複数の化合物の混合物であってもよい。アミノ基の置換基としては、モノエタノールおよびジエタノールが例示される。

30

【0028】

一般式(5)で示されるパーフルオロアルキル基を有するリン酸エステルは既知の物質であり、例えば旭硝子(株)からAG-530の名称で市販されている水分散エマルジョンの固形分である、Rf基が炭素数6~18、sが2、tが1または2であって、Mが-N(CH₂CH₂OH)₂である化合物の混合物である、パーフルオロアルキルリン酸エステルが例示される。

40

【0029】

本発明の改質粉体において、未処理粉体に対する処理剤(a)の処理量は、特に限定されるものではない。未処理粉体の粒子径や比表面積に応じて十分な効果が得られる被覆量を適宜選択すればよい。典型的には未処理粉体に対し0.01~10重量%、好ましくは0.01~5重量%の処理剤(a)が用いられる。0.01%重量%未満では、表面処理効果が十分に発揮されず、一方、10重量%を超えても処理効果はそれ程向上しないため、経済性の面からそれ程利するところがない。

50

【0030】

本発明の改質粉体において、未処理粉体に対する処理剤(b)および/または(c)の処理量も特に限定されるものではなく、適宜選択すればよい。処理剤(b)および(c)の合計量として、典型的には未処理粉体に対し0.1~30重量%、好ましくは0.5~15重量%の処理剤が用いられる。0.1%未満では十分な耐水効果が得られない。また、シリコン化合物が30重量%を超えると処理粉体の使用感がシリコン化合物由来の硬い感触となり、パーフルオロアルキルリン酸エステルが30重量%を超えると、パーフルオロアルキルリン酸エステル由来のカサカサした感触となりいずれも好ましくない。

【0031】

本発明の改質粉体を得るための、未処理粉体の表面処理を行う方法に関しては、特に制限されず、公知の直接処理による乾式方法および適当な溶剤を用いる湿式法のいずれも用いることができる。このうち、乾式法は、簡便かつ効果的な方法であって、(a)剤と(b)剤を未処理粉体に混合し、その後共粉砕することによって、両方の剤を粉体表面に処理できる。一方、湿式法を行う場合には、(a)剤と、(b)剤および/または(c)剤を溶解させた揮発性溶媒に粉体を浸漬させた後、溶媒を除去することで処理粉体を得ることができる。

10

【0032】

本発明において改質粉体を得るために粉体を処理する際の、(a)剤および(b)剤および/または(c)剤による処理の順序としては限定的ではなく、(a)剤および(b)剤および/または(c)剤を同時に用いて処理を行っても、またまず(a)剤で表面処理をした後、ついで(b)剤および/または(c)で表面処理をしても良いし、その逆の順序で表面処理をしても良い。

20

【0033】

このような(a)剤および(b)剤および/または(c)剤による表面処理を行うに当り、例えば、ヘンシェルミキサー、振動式ボールミル、回転式ボールミル、スーパーミキサーなどの従来から粉体処理に用いられる混合攪拌装置を使用することができる。

【0034】

このようにして得られた本発明の改質粉体は、優れた密着性、保湿性、耐水性を示し、化粧品への配合成分として好適に使用することができる。

【0035】

本発明の化粧品は、本発明の改質粉体および、必要に応じて通常化粧品に配合される成分を適宜配合して成る。即ち、従来知られた化粧品組成に含まれる粉体成分の一部もしくは全部を本発明の改質粉体で置き換えたものは本発明に含まれる。

30

【0036】

通常化粧品に配合される成分としては、以下に限定されないが、ワセリン、ラノリン、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、カルナウバロウ、キャンデリラロウ、高級脂肪酸、高級アルコールなどの固形・半固形油分、スクワラン、流動パラフィン、エステル油、ジグリセライド、トリグリセライド、シリコン油、オリーブ油、アボガド油、ミンク油、などの流動油分、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン、などのフッ素系油剤、水溶性および油溶性ポリマー、界面活性剤、無機及び有機顔料、シリコン、金属石けん、レシチン、アミノ酸、コラーゲン、ポリマー、フッ素化合物などで表面処理された無機および有機顔料、タール色素、天然色素など色剤、エタノール、防腐剤、酸化防止剤、色素、増粘剤、PH調整剤、香料、紫外線吸収剤、保湿剤、血行促進剤、冷感剤、殺菌剤、皮膚賦活剤、および水などが例示される。これらは、本発明の効果を損なわない、質的量的範囲内で配合することが可能である。

40

【0037】

本発明の化粧品は、粉体成分の一部もしくは全部を本発明の改質粉体を用いるほかは従来知られている方法で製造すればよい。本発明の改質粉体は、以下に限定されることはないが例えばパウダーファンデーション、クリーム状ファンデーション、油性ファンデーション、両用ファンデーション、おしろい、アイシャドー、頬紅などのメイクアップ化粧品や

50

乳液、クリームなどの基礎化粧品、ボディパウダー、ベビーパウダーなどのボディ化粧料などに適応することができる。

【0038】

【実施例】

以下、本発明を実施例により詳細に説明する。ただし、これらはいくまで例示であり、本発明の技術的範囲がこれらにより、限定的に解釈されるものではない。

【0039】

すなわち、本発明が適用される化粧料の種類、その構成成分については、以下の実施例に記載されたものに限定されるものではなく、また、通常化粧料に配合・使用される成分は、すべてなんらの制限なく含有することができる。

以下の実施例、比較例において、各成分の配合量は、特に断りなきかぎり、すべて重量%である。

【0040】

実施例1

イソプロパノール(50重量%) / n-ヘキサン(50重量%)の混合溶媒(250 mL)中に、MPC共重合体(日本油脂(株)社製 リピジュア-S)を、処理するセリサイトに対し0.3重量%となるよう加え、室温下で攪拌溶解させた。ついで、セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)200gを加え、攪拌した後、粉体を取り出した。溶媒を80のオープン内で攪拌しながら留去し、表面処理したセリサイトを得た。ついで、このMPC共重合体処理セリサイトをヘンシェルミキサーに投入し、回転数500rpmにて攪拌しながら、100csのジメチルポリシロキサン(信越化学工業(株)社製、KF-96A 100cs)を、前記MPC共重合体処理セリサイトに対し、2重量%となるようにスプレー噴霧した。十分攪拌した後、ヘンシェルミキサーより取り出し、アトマイザーにて粉碎し、目的とするMPC共重合体、ジメチルポリシロキサン表面処理セリサイトを得た。

【0041】

実施例2

セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)を200gヘンシェルミキサーに投入し、回転数500rpmにて攪拌しながら、メチルヒドロジェンポリシロキサン(信越化学工業(株)社製、KF-9901)を、セリサイトに対し、2重量%となるようにスプレー噴霧した。十分攪拌した後、ヘンシェルミキサーより取り出し、アトマイザーにて粉碎した後、150で6時間加熱処理し、メチルヒドロジェンポリシロキサン処理セリサイトを得た。

イソプロパノール(50重量%) / n-ヘキサン(50重量%)の混合溶媒(250 mL)中に、MPC共重合体(日本油脂(株)社製 リピジュア-S)を処理するセリサイトに対し0.3重量%となるよう加え、室温下で攪拌溶解させた。

ついで、上記で得たメチルヒドロジェンポリシロキサン処理セリサイトを加え、攪拌した後、溶媒を80のオープン内で攪拌しながら留去し、目的とするMPC共重合体、メチルヒドロジェンポリシロキサン処理セリサイト処理したセリサイトを得た。

【0042】

実施例3

イソプロパノール(50重量%) / n-ヘキサン(50重量%)の混合溶媒(250 mL)中に、MPC共重合体(日本油脂(株)社製 リピジュア-S)を処理するセリサイトに対し0.3重量%、トリメチルシロキシケイ酸(信越化学工業(株)社製 KF-7312J)の固形分が処理するセリサイトに対し2重量%になるよう加え、室温下で攪拌溶解させた。ついで、セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)200gを加え、攪拌した後、粉体を取り出した。溶媒を80のオープン内で攪拌しながら留去し、MPC共重合体、トリメチルシロキシケイ酸処理セリサイトを得た。

【0043】

実施例4

10

20

30

40

50

イソプロパノール(50重量%) / n - ヘキサン(50重量%)の混合溶媒(250 mL)中に、MPC共重合体(日本油脂(株)社製 リピジュア - S)を処理するセリサイトに対し0.3重量%、アクリルシリコン共重合体(信越化学工業(株)社製 KP - 541)の固形分が処理するセリサイトに対し2重量%になるよう加え、室温下で攪拌溶解させた。ついで、セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)200gを加え、攪拌した後、粉体を取り出した。溶媒を80 のオープン内で攪拌しながら留去し、MPC共重合体、アクリルシリコン共重合体処理セリサイトを得た。

【0044】

実施例5

イソプロパノール(50重量%) / n - ヘキサン(50重量%)の混合溶媒(250 mL)中に、MPC共重合体(日本油脂(株)社製 リピジュア - S)を処理するセリサイトに対し0.3重量%、パーフルオロアルキルジ(オキシエチル)アミノリン酸エステル(旭硝子社製 AG - 530)の固形分が処理するセリサイトに対し3.5重量%になるようイソプロパノール(50重量%) / n - ヘキサン(50重量%)の混合溶媒に溶解させた。このとき、パーフルオロアルキルジ(オキシエチル)アミノリン酸エステルは、上記混合溶媒に完全には溶解せずにエマルジョンとして存在し、溶液は白濁していた。ついで、セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)100gを加え、攪拌した後、溶媒を80 で攪拌しながら留去し、110 で6時間熱処理を行い、目的のMPC共重合体、パーフルオロリン酸エステル処理セリサイトを得た。

10

【0045】

比較例1

イソプロパノール(50重量%) / n - ヘキサン(50重量%)の混合溶媒(250 mL)中に、MPC共重合体(日本油脂(株)社製 リピジュア - S)を処理するセリサイトに対し0.3重量%となるよう加え、室温下で攪拌溶解させた。ついで、セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)200gを加え、攪拌した後、粉体を取り出した。溶媒を80 のオープン内で攪拌しながら留去し、MPC共重合体処理セリサイトを得た。

20

【0046】

比較例2

セリサイト(三信鉱工(株)社製 セリサイトFSE)200gをヘンシェルミキサーに投入し、回転数500rpmにて攪拌しながら、100csのジメチルポリシロキサン(信越化学工業(株)社製、KF - 96A 100cs)を、前記セリサイトに対し、2重量%となるようにスプレー噴霧する。この後、十分攪拌した後、ヘンシェルミキサーより取り出し、アトマイザーにて粉碎し、目的とするジメチルポリシロキサン表面処理セリサイトを得た。

30

【0047】

比較例3

セリサイト(三信鉱工(株)社製 セリサイトFSE)200gをヘンシェルミキサーに投入し、回転数500rpmにて攪拌しながら、メチルヒドロジェンポリシロキサン(信越化学工業(株)社製、KF - 9901)を、前記セリサイトに対し、2重量%となるようにスプレー噴霧する。この後、十分攪拌した後、ヘンシェルミキサーより取り出し、アトマイザーにて粉碎した後、150 で6時間加熱処理し、目的とするメチルヒドロジェンポリシロキサン表面処理セリサイトを得た。

40

【0048】

比較例4

イソプロパノール(50重量%) / n - ヘキサン(50重量%)の混合溶媒(250 mL)中に、トリメチルシロキシケイ酸(信越化学工業(株)社製 KF - 7312J)の固形分が処理するセリサイトに対し2重量%になるよう加え、室温下で攪拌溶解しさせた。ついで、セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)200gを加え、攪拌した後、粉体を取り出した。溶媒を80 のオープン内で攪拌しながら留去し、トリメチルシロキシケイ酸処理セリサイトを得た。

50

【0049】

比較例 5

イソプロパノール(50重量%) / n - ヘキサン(50重量%)の混合溶媒(250 mL)中に、アクリルシリコン共重合体(信越化学工業(株)社製 KP - 541)の固形分が処理するセリサイトに対し2重量%になるよう加え、室温下で攪拌溶解させた。ついで、セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)200gを加え、攪拌した後、粉体を取り出した。溶媒を80 のオープン内で攪拌しながら留去し、アクリルシリコン共重合体処理セリサイトを得た。

【0050】

比較例 6

パーフルオロアルキルジ(オキシエチル)アミノリン酸エステルが固形分として3.5重量%になるようイソプロパノール(50重量%) / n - ヘキサン(50重量%)の混合溶媒に溶解させた。このとき、パーフルオロアルキルジ(オキシエチル)アミノリン酸エステルは、上記混合溶媒に完全には溶解せずにエマルジョンとして存在し、溶液は白濁していた。ついで、セリサイト(三信鉱工(株)社製、セリサイトFSE)100gを加え、攪拌した後、溶媒を80 で攪拌しながら留去し、110 で6時間熱処理を行い、目的のパーフルオロリン酸エステル処理セリサイトを得た。

【0051】

評価方法

上記実施例1~5および比較例1~6で得られた各粉体について、撥水性、分散性、保水性、使用感触について下記評価方法により評価した。その結果を表1に示す。

【0052】

(撥水性の評価方法)

100 mL容ビーカーに水50 mLを加え、その水の上に各粉体1gを浮かせ、24時間静置後、1分間ビーカーを振った後の状態を目視にて観察し、下記基準により評価した。

○：水に濡れた粉体は認められない。

：一部、水に濡れた粉体が認められる。

×：粉体が完全に水に濡れており、水上に粉体が認められない。

【0053】

(分散性の評価方法)

各粉体0.5gを試験管50 mL容に入れ、20gのジメチルポリシロキサン(10 c s)を加え、100回上下し攪拌した後の分散状態を、下記基準により評価した。

○：良好な分散状態を示し、凝集物が確認できない。

：粉体表面はぬれているが、所々凝集物が見られる。

×：シリコン油に対し浮いた粉体も見られる。

【0054】

(保水性の評価方法)

各粉体0.5gをシャーレに加え高湿度下で24時間静置した後の重量と低湿度下で24時間静置した後の重量との比(高湿度/低湿度)を測定し、下記基準により評価した。

○：0.4以下

：0.4以上0.7以下

×：0.8以上

【0055】

(感触の評価方法)

専門パネラー5名によって、粉体の平滑感、きしみ、ざらつきなどの粉体の感触を以下に示す1~5の<5段階評価>を行い、その平均点をさらに下記の<4段階評価>にて行った。

【0056】

<5段階絶対評価>

1. 平滑感などの感触が悪い

10

20

30

40

50

2. 平滑感などの感触がやや悪い
 3. 普通(未処理粉体と同等)
 4. 平滑感などの感触がややよい
 5. 平滑感などの感触がよい

【0057】

< 4段階評価 >

(評点)

- : 4点以上、
 : 3点以上4点未満、
 : 2点以上3点未満、
 × : 2点未満

10

【0058】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	
撥水性	○	○	○	○	○	
分散性	○	○	○	○	△	
保水性	○	○	○	○	○	
感触	◎	○	◎	○	◎	
	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
撥水性	×	○	○	○	○	○
分散性	×	○	○	○	○	×
保水性	○	×	×	×	×	×
感触	○	△	×	△	△	×

20

30

【0059】

上記表1より本発明の改質粉体は、MPC共重合体処理粉体の特性である保水性と、シリコン化合物、パーフルオロリン酸エステル処理粉体の特性である撥水性、分散性の両方の特性を併せ持ち、感触面でも優れたものであることが解った。

【0060】

実施例6、比較例7、8：プレストパウダー

下記表2に示す組成のプレストパウダーを下記製法によりそれぞれ製造し、化粧持続性、使用感触について下記評価方法により評価した。その結果を表3に示す。

40

(製法)粉体成分を混合粉碎して、これをヘンシェルミキサーに移し、油剤を加えて均一になるよう攪拌混合し、その後アトマイザーにて粉碎した。これをアルミ皿にプレス成型して製品を得た。

【0061】

プレストパウダー処方

【表2】

プレストパウダー処方：

配合成分			
	実施例 6	比較例 7	比較例 8
(1) 実施例 3 の処理粉体	40.00	—	—
(2) 比較例 1 の処理粉体	—	40.00	—
(3) 比較例 4 の処理粉体	—	—	40.00
(4) タルク	40.70	40.70	40.70
(5) PMMA 7 μm^*	14.00	14.00	14.00
(6) ベンガラ	0.20	0.20	0.20
(7) スクワラン	5.00	5.00	5.00
(8) 防腐剤	0.10	0.10	0.10
	100.00	100.00	100.00

10

* マツモトマイクロスフェア-M-100 (松本油脂製薬 (株) 製)

20

【 0 0 6 2 】

評価方法

下記製品の化粧持続性、使用感触、密着性について 10 人の専門パネラーにより官能評価を実施し、次の基準で示した。

- : 8 人以上良い。
- : 4 人 ~ 7 人良い。
- × : 4 人未満良い。

30

【 0 0 6 3 】

官能評価結果

【 表 3 】

	化粧持続性	使用感触	密着性
実施例 6	○	○	○
比較例 7	×	○	○
比較例 8	○	×	×

40

【 0 0 6 4 】

上記表 3 から明らかなように、本発明の実施例 5 は、比較例と比べて化粧持続性、使用感触、密着性共に優れ、シットリした感触のプレストパウダーであった。

【 0 0 6 5 】

実施例 7 パウダーファンデーション

【 表 4 】

		配合量(重量%)
(1) 改質 粉体	タルク	14.1
	酸化チタン	6.0
	マイカ	20.0
	セリサイト	36.0
	ナイロンパウダー	10.0
	黄酸化鉄	1.0
	ベンガラ	0.5
	黒酸化鉄	0.1
(2)	ジメチルポリシロキサン	6.0
(3)	イソノナン酸イソトリデシル	3.0
(4)	スクワラン	3.0
(5)	防腐剤	0.2
(6)	抗酸化剤	0.1

10

20

*改質粉体は上記実施例5と同様の方法によりそれぞれ処理したものをを用いた

(製法)

30

(1)の改質粉体として、上記の粉体成分それぞれを実施例5と同様の方法にて改質処理したものをを用いた。粉体成分を混合粉碎して、これをヘンシェルミキサーに移し、油剤を加えて均一になるよう攪拌混合し、その後アトマイザーにて粉碎した。これをアルミ皿にプレス成型して製品を得た。

得られたパウダーファンデーションは、化粧持続性、使用感触、密着性共に優れ、シットリした感触のパウダーファンデーションであった。

【0066】

実施例8 油性ケーキファンデーション

【表5】

		配合量(重量%)
改質粉体	タルク	5.3
	酸化チタン	8.0
	マイカ	15.0
	セリサイト	31.2
	ベンガラ	0.5
	黄酸化鉄	1.8
	黒酸化鉄	0.2
(2)	キャンデリラロウ	1.0
(3)	カルナウバロウ	1.0
(4)	セレシン	1.5
(5)	デカメチルシクロペンタシロキサン	14.0
(6)	イソノナン酸イソノニル	17.2
(7)	ジイソステアリン酸ポリグリセリル	2.0
(8)	パルミチン酸デキストリン	1.0
(9)	防腐剤	0.2
(10)	抗酸化剤	0.1

10

20

*改質粉体は上記実施例2と同様の方法によりそれぞれ処理したものを用いた

30

40

【0067】

(製法)

(1)の改質粉体として、上記の粉体成分それぞれを実施例2と同様の方法にて改質処理したものを用いた。粉体部(1)をヘンシェルミキサーにて混合し、均一に粉碎する。次に油相部(2)~(10)を加熱溶解し、粉体部(1)を加え均一に攪拌する。脱泡後トレイにバルクを流し込み、室温まで徐冷し、目的の油性ケーキファンデーションを得た。

【0068】

得られた油性ケーキファンデーションは、化粧持続性、使用感触、密着性共に優れ、シットリした感触の油性ケーキファンデーションであった。

【0069】

実施例9 W/O乳化型ファンデーション

【表6】

		配合量 (重量%)
(1)	スクワラン	4.0
(2)	デカメチルシクロペンタシロキサン	27.1
(3)	ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体(HLB=4.5)	4.0
(4)	プロピルパラベン	0.1
(5)	ビタミンE	0.1
(6)	精製水	45.3
(7)	クエン酸	0.3
(8)	1,3-ブチレングリコール	6.5
(9)	メチルパラベン	0.1
(10) 改質 粉体*	酸化チタン	5.0
	セリサイト	5.0
	酸化鉄	2.5

10

20

*改質粉体は上記実施例4と同様の方法によりそれぞれ処理したものをを用いた。

30

【0070】

(製法)

(10)の改質粉体として、上記の粉体成分それぞれを実施例4と同様の方法にて改質処理したものをを用いた。油相部(1)~(5)に予めヘンシェルミキサーにて攪拌混合した粉体部(10)を加え、攪拌機にて均一に分散した。別の容器に(6)~(9)を加熱溶解した。(1)~(5)及び(10)に(6)~(9)を加え乳化後、室温まで冷却し、目的のW/O乳化型ファンデーションを得た。得られたW/O乳化型ファンデーションは、皮膚に塗布した場合、潤いを与え、しっとりとした感触を有し、化粧持続性、使用感触、密着性共に優れたものであった。

【0071】

実施例10 ほほ紅

40

【表7】

		配合量(重量%)
(1) 改質粉体	タルク	12.6
	セリサイト	60.9
	マイカ	17.5
	群青	0.1
	黄酸化鉄	0.1
	ベンガラ	0.4
(2)	スクワラン	3.0
(3)	パルミチン酸オクチル	5.0
(4)	防腐剤	0.3
(5)	抗酸化剤	0.1

10

*改質粉体は上記実施例3と同様の方法によりそれぞれ処理したものをを用いた

20

【0072】

(製法)

(1)の改質粉体として、上記の粉体成分それぞれを実施例3と同様の方法にて改質処理したものをを用いた。粉体部をヘンシェルミキサーで混合し、これに(2)~(5)の油相成分を加熱溶解混合したものを、混合した後アトマイザーにて粉碎し、中皿に成型しブラッシャーを得た。

30

得られた頬紅は、化粧持続性、使用感触、密着性共に優れ、シットリした感触のほほ紅であった。

【0073】

実施例11 アイシャドー

【表8】

		配合量(重量%)
(1)	窒化ホウ素	41.0
改質 粉体*	コンジョウ被覆雲母チタン	30.0
	タルク	20.0
(2)	スクワラン	4.0
(3)	メチルポリシロキサン	2.0
(4)	2-エチルヘキサン酸セチル	1.9
(5)	セスキオレイン酸ソルビタン	0.8
(6)	防腐剤	0.2
(7)	抗酸化剤	0.1

*改質粉体は上記実施例3と同様の方法によりそれぞれ処理したものをを用いた

10

20

【0074】

(製法)

(1)の改質粉体として、上記の粉体成分それぞれを実施例3と同様の方法にて改質処理したものをを用いた。粉体部(1)をヘンシェルミキサーで混合し、これに油相部(2)~(7)を加熱溶解混合したものを、混合した後、アトマイザーにて粉碎し、中皿に成型しアイシャドーを得た。

【0075】

得られたアイシャドーは、化粧持続性、使用感触、密着性共に優れ、シットリした感触のアイシャドーであった。

30

【0076】

実施例12 化粧下地

【表9】

	配合量(重量%)
(1)ステアリン酸	2.5
(2)自己乳化型モノステアリン酸グリセリル	1.0
(3)ミリスチルアルコール	1.0
(4)トリステアリン酸POE(20)ソルビタン	1.2
(5)ミツロウ	2.0
(6)ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	4.8
(6)スクワラン	2.0
(8)2-エチルヘキサン酸グリセリル	3.0
(9)メチルフェニルポリシロキサン	8.0
(10)防腐剤	0.1
(11)抗酸化剤	0.1
(12)色剤	1.6
(13)タルク(実施例1と同様にして処理したもの)	12.0
(14)精製水	52.6
(15)1,3-ブチレングリコール	6.0
(16)L-アルギニン	0.7
(17)モンモリロナイト	1.0
(18)キサントガム	0.2
(19)防腐剤	0.2

10

20

30

40

【0077】

(製法)

(13)のタルクは実施例1と同様の方法にて改質処理したものをを用いた。(1)~(11)を85に加熱溶解した後、(12),(13)を添加し均一に分散した。これに(14)~(19)を85に加熱溶解混合した混合物を徐々に添加し乳化し、室温まで攪拌冷却した。ついで、適当な容器に充填し化粧下地を得た。

得られた化粧下地は、シットリした感触で、化粧持続性、使用感触、密着性に優れたものであった。

【0078】

実施例13 サンスクリーンクリーム

【表10】

	配合量(重量%)
(1)ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体	3.0
(2)デカメチルシクロペンタシロキサン	29.8
(3)ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	5.0
(4)スクワラン	5.0
(5)パルミチン酸デキストリン*1	1.5
(6)プロピルパラベン	0.1
(7)ビタミンE	0.1
(8)精製水	40.4
(9)1,3-ブチレングリコール	4.0
(10)メチルパラベン	0.1
(11)塩化ナトリウム	1.0
(12)改質粉体：実施例4と同様の方法によりそれぞれ処理したもの	
微粒子酸化チタン	7.0
タルク	3.0

*1 : レオパールKL(千葉製粉(株)製)

10

20

30

40

【0079】

(製法)

(12)の改質粉体として、上記の粉体成分それぞれを実施例4と同様の方法にて改質処理したものをを用いた。油相部(1)~(7)に予めヘンシェルミキサーにて攪拌混合した粉体部(12)を加え、攪拌機にて均一に分散した。別の容器に加熱溶解した水相部(8)~(11)を(1)~(7)および(12)に加え乳化後、室温まで冷却し、目的のサンスクリーンクリームを得た。得られたサンスクリーンは、皮膚に塗布した場合、潤いを与え、しっとりとした感触を有し、化粧持続性、使用感触、密着性共に優れたものであった。

【0080】

【発明の効果】

本発明の改質粉体は、耐水性且つ吸保湿性に優れた粉体になり、化粧品へ応用した場合、化粧持続性、肌への密着性に優れ、吸保湿性に優れるためシットリとした使用感となる。また、油剤への分散性が優れるため、乳化物処方への応用を容易にし、色別れなどの問題を起こさず、製剤の安定化にも効果的に寄与する。

フロントページの続き

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード(参考)
A 6 1 K 7/42	A 6 1 K 7/032	
C 0 9 C 3/08	A 6 1 K 7/42	
C 0 9 C 3/10	C 0 9 C 3/08	
C 0 9 C 3/12	C 0 9 C 3/10	
	C 0 9 C 3/12	

(72)発明者 吉岡 隆嗣

大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番11号 岩瀬コスファ株式会社内

(72)発明者 里中 研哉

大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番11号 岩瀬コスファ株式会社内

Fターム(参考) 4C083 AA082 AA122 AB152 AB232 AB242 AB332 AB431 AB432 AB442 AC012
AC022 AC072 AC122 AC242 AC302 AC342 AC352 AC392 AC422 AC442
AC482 AC582 AD072 AD152 AD172 AD242 AD352 AD662 BB25 BB35
CC01 CC02 CC03 CC12 CC14 CC19 DD17 DD21 DD32 EE06
EE17 FF01 FF05 FF06
4J037 AA09 AA10 AA17 AA18 AA26 AA27 CB22 CC16 CC28 CC29
DD04 FF15 FF25