

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 2 区分

【発行日】平成 18 年 2 月 23 日 (2006.2.23)

【公開番号】特開 2005-162615 (P2005-162615A)

【公開日】平成 17 年 6 月 23 日 (2005.6.23)

【年通号数】公開・登録公報 2005-024

【出願番号】特願 2003-387602 (P2003-387602)

【国際特許分類】

A 6 1 K 8/00 (2006.01)

A 6 1 Q 1/12 (2006.01)

A 6 1 K 8/18 (2006.01)

A 6 1 Q 1/02 (2006.01)

【F I】

A 6 1 K 7/035

A 6 1 K 7/02 P

【手続補正書】

【提出日】平成 18 年 1 月 5 日 (2006.1.5)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

多孔質球状粉体の光学特性の改質法であって、前記多孔質球状粉体より屈折率の低い少なくとも 2 種の表面処理剤で、屈折率の高いものから低い順に順次処理することを特徴とする、改質法。

【請求項 2】

前記多孔質球状粉体が、シリカであることを特徴とする、請求項 1 に記載の改質法。

【請求項 3】

前記表面処理剤が、ジメチルポリシロキサン及び / 又はポリエーテル変性メチルポリシロキサンであることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の改質法。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 の何れか 1 項に記載の改質法によって製造される、表面から中心部に向かって行くに従って、段階的に屈折率が変化する特性を備えた改質多孔質球状粉体。

【請求項 5】

前記改質多孔質球状粉体を平面においた場合、平面に対する垂線に対して低角度の入射光での光沢が、高角度の入射光での光沢に比して低い特性を有することを特徴とする、請求項 4 に記載の改質多孔質球状粉体。

【請求項 6】

請求項 4 又は 5 に記載の改質多孔質球状粉体を含有することを特徴とする、化粧品。

【請求項 7】

みずみずしさを再現する作用を有することを特徴とする、請求項 6 に記載の化粧品。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【 0 0 0 1 】

本発明は、表面処理をされた多孔質球状粉体及びそれを含有してなる化粧料に関し、更に詳細には、前記多孔質球状粉体より屈折率の低い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の高いものから低い順に順次処理する改質法、該改質法により得られる改質多孔質球状粉体、及びそれを含有する化粧料に関する。

## 【 手 続 補 正 3 】

【 補 正 対 象 書 類 名 】 明 細 書

【 補 正 対 象 項 目 名 】 0 0 0 6

【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

## 【 0 0 0 6 】

この様な状況に鑑みて、本発明者らは、「ぎらつきが極めて少なく、みずみずしいツヤ感」を具現化する効果を有する粉体を求めて、鋭意研究努力を重ねた結果、球状の多孔質粉体であって、前記多孔質粉体より屈折率の低い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の高いものから低い順に順次処理してなる粉体が、粉体を平面においた場合、平面に対する垂線に対して低角度の入射光での光沢が、高角度の入射光での光沢に比して著しく低い特性を有し、真っ正面での鏡面反射が少なく、周辺域への鏡面反射が多く、「ぎらつきが極めて少なく、みずみずしいツヤ感」を発現する特性を有していることを見出し、発明を完成させるに至った。即ち、本発明は以下に示す技術に関するものである。

( 1 ) 多孔質球状粉体の光学特性の改質法であって、前記多孔質球状粉体より屈折率の低い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の高いものから低い順に順次処理することを特徴とする、改質法。

( 2 ) 前記多孔質球状粉体が、シリカであることを特徴とする、( 1 ) に記載の改質法。

( 3 ) 前記表面処理剤が、ジメチルポリシロキサン及び/又はポリエーテル変性メチルポリシロキサンであることを特徴とする、( 1 ) 又は( 2 ) に記載の改質法。

( 4 ) 前記( 1 ) ~ ( 3 ) の何れか1項に記載の改質法によって製造される、表面から中心部に向かって行くに従って、段階的に屈折率が変化する特性を備えた改質多孔質球状粉体。

( 5 ) 前記改質多孔質球状粉体を平面においた場合、平面に対する垂線に対して低角度の入射光での光沢が、高角度の入射光での光沢に比して低い特性を有することを特徴とする、( 4 ) に記載の改質多孔質球状粉体。

( 6 ) 前記( 4 ) 又は( 5 ) に記載の改質多孔質球状粉体を含有することを特徴とする、化粧料。

( 7 ) みずみずしさを再現する作用を有することを特徴とする、( 6 ) に記載の化粧料。

## 【 手 続 補 正 4 】

【 補 正 対 象 書 類 名 】 明 細 書

【 補 正 対 象 項 目 名 】 0 0 0 8

【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

## 【 0 0 0 8 】

## ( 1 ) 本発明の改質多孔質球状粉体

本発明の改質多孔質球状粉体は、球状の多孔質粉体であって、前記多孔質粉体より屈折率の低い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の高いものから低い順に順次表面処理してなることを特徴とする。本発明の改質多孔質球状粉体の基体となる多孔質粉体としては、化粧料で使用されている多孔質粉体であって、球状のものであれば、特段の限定無く基体として用いることが出来る。この様な多孔質球状粉体としては、球状シリカ、球状アルミナ、球状シリカアルミナ、球状炭酸カルシウム、球状炭酸マグネシウムなどが好適に例示できる。かかる基体となる多孔質球状粉体としては、球状シリカが特に好ましい。これは光学的に透明性と拡散性とを程良く兼ね備えているためである。尚、本発明において、「球状」なる言葉は、「角を有せず表面が球面で構成されている」程度の意味であり、真

球状の他、楕球状などの歪みを有する構造も許容する。かかる基体となる多孔質球状粉体の大きさとしては、平均粒径が $2 \sim 10 \mu\text{m}$ のものが好ましく、 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ のものが特に好ましい。又、粒径の分布としては単分散であることが特に好ましい。本発明の改質多孔質球状粉体は、かかる基体に、該基体より屈折率の低い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の高いものから低い順に順次処理してなることを特徴とするが、かかる表面処理により、基体となっている多孔質球状粉体の内側に、前記処理剤が含浸されて、処理され、基体の成分と処理剤のコンプレックスが生じる。かかるコンプレックスは、表面から基体の多孔質球状粉体の内部に向かうに従って、その構成成分を段階的に変化させている。これによって表面より内部に向かって屈折率の勾配が形成している。このような性状を生じさせるのに必要な屈折率の差としては、基体と第一の処理剤、第一の処理剤と第二の処理剤、第 $n$ の処理剤と第 $n+1$ の処理剤の屈折率のそれぞれの差が $0.015 \sim 0.35$ になるように設定することが好ましい。このような屈折率に傾斜を付すことの出来る処理剤としては、基体をシリカ（屈折率 $1.45$ ）にした場合、ジメチルポリシロキサンやポリエーテル変性メチルポリシロキサン等のシリコン類、テトラフルオロエチレン、四フッ化エチレン・六フッ化プロピレン共重合、フッ素変性シリコン等の有機フッ素化合物などが好適に例示でき、中でもシリコン類を用いることが好ましい。これらの内、シリコン類に関しては、信越化学株式会社などからの市販品を購入して使用することが出来るし、有機フッ素化合物に関しては、三井フロロケミカル株式会社、ダイキン工業株式会社、ワッカーケミー社等から販売されているものを購入して使用することが出来る。基体をシリカ（屈折率 $1.45$ ）にして、2種の処理剤で処理する場合においては、第一の処理剤として、ポリエチレングリコールエーテル（ $10$ ）変性ジメチルポリシロキサン（PEG（ $10$ ）-ジメチコン；屈折率 $1.42$ ）を用い、次いで、ジメチコン（屈折率 $1.40$ ）を用いて、順次処理することが好ましい。処理量としては、基体の多孔質球状粉体に対して、それぞれ $1 \sim 10$ 質量％処理することが好ましい。かかる処理は、塩化メチレンなどの揮発性溶剤を用いて、 $1 \sim 50$ 質量％程度に希釈して、これを攪拌下含浸させ、 $100 \sim 200$ の熱風を送風し、定着させることにより、行うことが好ましい。かくして得られた改質多孔質球状粉体は、粉体を平面においた場合、平面に対する垂線に対して低角度の入射光での光沢が、高角度の入射光での光沢に比して著しく低い特性を有し、真っ正面での鏡面反射が少なく、周辺域への鏡面反射が多く、「ぎらつきが極めて少なく、みずみずしいツヤ感」を発現する特性を有している。かかる本発明の改質多孔質球状粉体を化粧料に含有させ、前記の特性を発現させるためには、本発明の改質多孔質球状粉体を、化粧料に対して、 $1 \sim 20$ 質量％、より好ましくは $2 \sim 10$ 質量％含有させることが好ましい。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

（2）本発明の多孔質球状粉体の改質法

本発明の多孔質球状粉体の改質法は、前記の原理を利用したものであり、多孔質球状粉体の光学特性の改質法であって、前記多孔質球状粉体より屈折率の低い少なくとも2種の表面処理剤で、屈折率の高いものから低い順に順次処理することを特徴とする。このような処理により、前記基体となる多孔質球状粉体に、表面から中心部に向かって行くに従って、段階的に屈折率が変化する特性を付与することが出来る。処理は前記の方法に従えばよい。かくして得られた改質多孔質球状粉体は、光学効果として、粉体を平面においた場合、平面に対する垂線に対して低角度の入射光での光沢が、高角度の入射光での光沢に比して著しく低い特性を有し、真っ正面での鏡面反射が少なく、周辺域への鏡面反射が多く、「ぎらつきが極めて少なく、みずみずしいツヤ感」を発現する特性を付与されている。ここで、平面に対する垂線に対して低角度の入射光での光沢が、高角度の入射光での光沢に

比して著しく低いと言う表現に於ける、低いとは10～15倍低いことを意味する。この様な改質法を用いることにより、従来技術のように樹脂を重層させなければ製造できなかった、球体の内部と表面で屈折率の異なる改質多孔質球状粉体が容易に製造できる。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0010】

(3) 本発明の化粧料

本発明の化粧料は、前記本発明の改質多孔質球状粉体を含有することを特徴とする。かかる改質多孔質球状粉体を含有することにより、この粉体の有する「ぎらつきが極めて少なく、みずみずしいツヤ感」を発現する特性を利用して、使用者にチタンマイカなどとは異なり、自然で、みずみずしい色つやを付与し、シワなどを目立たせせずに、若々しく見せる光学的効果を発揮する。本発明の化粧料としては、特段その適用する種類は限定されないが、かかる効果を効率的に発現させる意味で、メイクアップ化粧料に適用することが好ましく、中でも、白粉、プレストパウダー、仕上げ白粉、パウダーファンデーション、ソーウェイケーキなどの最外部に適用される化粧料に応用することが好ましい。本発明の改質多孔質球状粉体は、仕上がり極めて自然であるため、クリームや乳液などに含有させて、色つやの向上のために用いることも好ましい。この様な場合には、含有量を1～5質量%程度にしておくことが好ましい。本発明の化粧料に於いては、必須成分である本発明の改質多孔質球状粉体以外に、通常化粧料で使用される任意成分を含有することが出来る。この様な任意成分としては、例えば、マカデミアナッツ油、アボガド油、トウモロコシ油、オリーブ油、ナタネ油、ゴマ油、ヒマシ油、サフラワー油、綿実油、ホホバ油、ヤシ油、パーム油、液状ラノリン、硬化ヤシ油、硬化油、モクロウ、硬化ヒマシ油、ミツロウ、キャンデリラロウ、カルナウバロウ、イボタロウ、ラノリン、還元ラノリン、硬質ラノリン、ホホバロウ等のオイル、ワックス類、流動パラフィン、スクワラン、プリスタン、オゾケライト、パラフィン、セレシン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス等の炭化水素類、オレイン酸、イソステアリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸等の高級脂肪酸類、セチルアルコール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、オクチルドデカノール、ミリスチルアルコール、セトステアリルアルコール等の高級アルコール等、イソオクタン酸セチル、ミリスチン酸イソプロピル、イソステアリン酸ヘキシルデシル、アジピン酸ジイソプロピル、セバチン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、リンゴ酸ジイソステアリル、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリン、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリン、トリ-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタンエリトリット等の合成エステル油類、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、ジフェニルポリシロキサン等の鎖状ポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサンシロキサン等の環状ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサン、ポリエーテル変性ポリシロキサン、アルキル変性ポリシロキサン、フッ素変性ポリシロキサン等の変性ポリシロキサン等のシリコーン油等の油剤類、脂肪酸セッケン(ラウリン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム等)、ラウリル硫酸カリウム、アルキル硫酸トリエタノールアミンエーテル等のアニオン界面活性剤類、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ベンザルコニウム、ラウリルアミンオキサイド等のカチオン界面活性剤類、イミダゾリン系両性界面活性剤(2-ココイル-2-イミダゾリニウムヒドロキサイド-1-カルボキシエチロキシ2ナトリウム塩等)、ベタイン系界面活性剤(アルキルベタイン、アミドベタイン、スルホベタイン等)、アシルメチルタウリン等の両性界面活性剤類、ソルビタン脂肪酸エステル類(ソルビタンモノステア

レート、セスキオレイン酸ソルビタン等)、グリセリン脂肪酸類(モノステアリン酸グリセリン等)、プロピレングリコール脂肪酸エステル類(モノステアリン酸プロピレングリコール等)、硬化ヒマシ油誘導体、グリセリンアルキルエーテル、POEソルビタン脂肪酸エステル類(POEソルビタンモノオレート、モノステアリン酸ポリオキエチレンソルビタン等)、POEソルビット脂肪酸エステル類(POE-ソルビットモノラウレート等)、POEグリセリン脂肪酸エステル類(POE-グリセリンモノイソステアレート等)、POE脂肪酸エステル類(ポリエチレングリコールモノオレート、POEジステアレート等)、POEアルキルエーテル類(POE2-オクチルドデシルエーテル等)、POEアルキルフェニルエーテル類(POEノニルフェニルエーテル等)、プルロニック型類、POE・POPアルキルエーテル類(POE・POP2-デシルテトラデシルエーテル等)、テトロニック類、POEヒマシ油・硬化ヒマシ油誘導体(POEヒマシ油、POE硬化ヒマシ油等)、ショ糖脂肪酸エステル、アルキルグルコシド等の非イオン界面活性剤類、ポリエチレングリコール、グリセリン、1,3-ブチレングリコール、エリスリトール、ソルビトール、キシリトール、マルチトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ジグリセリン、イソプレングリコール、1,2-ペンタンジオール、2,4-ヘキシレングリコール、1,2-ヘキサジオール、1,2-オクタジオール等の多価アルコール類、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸、乳酸ナトリウム等の保湿成分類、グアガム、クインスシード、カラギーナン、ガラクトン、アラビアガム、ペクチン、マンナン、デンプン、キサンタンガム、カードラン、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、コンドロイチン硫酸、デルマトン硫酸、グリコゲン、ヘパラン硫酸、ヒアルロン酸、ヒアルロン酸ナトリウム、トラガントガム、ケラタン硫酸、コンドロイチン、ムコイチン硫酸、ヒドロキシエチルグアガム、カルボキシメチルグアガム、デキストラン、ケラト硫酸、ローカストビーンガム、サクシノグルカン、カロニン酸、キチン、キトサン、カルボキシメチルキチン、寒天、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチレングリコール、ベントナイト等の増粘剤、表面を処理されていても良い、マイカ、タルク、カオリン、合成雲母、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、無水ケイ酸(シリカ)、酸化アルミニウム、硫酸バリウム等の粉体類、表面を処理されていても良い、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、酸化コバルト、群青、紺青、酸化チタン、酸化亜鉛の無機顔料類、表面を処理されていても良い、雲母チタン、魚鱗箔、オキシ塩化ビスマス等のパール剤類、レーキ化されていても良い赤色202号、赤色228号、赤色226号、黄色4号、青色404号、黄色5号、赤色505号、赤色230号、赤色223号、橙色201号、赤色213号、黄色204号、黄色203号、青色1号、緑色201号、紫色201号、赤色204号等の有機色素類、ポリエチレン末、ポリメタクリル酸メチル、ナイロン粉末、オルガノポリシロキサンエラストマー等の有機粉体類、パラアミノ安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸系紫外線吸収剤、桂皮酸系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、糖系紫外線吸収剤、2-(2'-ヒドロキシ-5'-t-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン等の紫外線吸収剤類、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール類、ビタミンA又はその誘導体、ビタミンB<sub>6</sub>塩酸塩、ビタミンB<sub>6</sub>トリパルミテート、ビタミンB<sub>6</sub>ジオクタノエート、ビタミンB<sub>2</sub>又はその誘導体、ビタミンB<sub>12</sub>、ビタミンB<sub>15</sub>又はその誘導体等のビタミンB類、-トコフェロール、-トコフェロール、-トコフェロール、ビタミンEアセテート等のビタミンE類、ビタミンD類、ビタミンH、パントテン酸、パンテチン、ピロロキノリンキノン等のビタミン類などが好ましく例示できる。本発明の化粧料は、これら必須成分と任意成分とを常法に従って処理することにより、製造することが出来る。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

【 0 0 2 2 】

## &lt; 実施例 5 &gt;

実施例 1 と同様に、シリカを基体とし、第一の処理剤として、フッ素変性シリコーン（ワッカーケミー社製 A F 9 8 / 1 0 0 0 0 ; 屈折率 1 . 3 8 ） 5 質量部で処理し、しかる後、四フッ化エチレン・六フッ化プロピレン共重合（三井フロロケミカル株式会社製；屈折率 1 . 3 4 ） 5 質量部で処理して、本発明の多孔質球状粉体 3を得た。このものの評価は表 6 に示す如くであり、本発明の多孔質球状粉体の特質を備えていた。