



# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 98105610.5

[45] 授权公告日 2004 年 3 月 3 日

[11] 授权公告号 CN 1140255C

[22] 申请日 1998.1.24 [21] 申请号 98105610.5

[30] 优先权

[32] 1997.1.24 [33] JP [31] 24544/1997

[71] 专利权人 株式会社高丝

地址 日本东京都

[72] 发明人 田中洋一郎 江川淳一郎

审查员 闻 雷

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
代理人 谭明胜

权利要求书 1 页 说明书 11 页

[54] 发明名称 增白粉

[57] 摘要

一种增白粉, 该粉妆包括了下列组分: (A) 三甲基硅氧烷化硅酸酐其比表面积至少为 0.1 - 7% (重量)  $80\text{m}^2/\text{g}$ , 疏水度至少为 50% (B) 多羟基醇 5 - 40% (重量) (C) 水 50 - 94% (重量) (D) 增白组分 0.01 - 5% (重量) 该增白粉基本不含有氟化合物包衣的粉末, 该组分 (B) 相对于组分 (A) 的重量比例至少是 1, 组分 (B) 与组分 (C) 的和至少是增白粉总重量的 80% (重量)。

1. 一种增白粉，该粉包括了下列组分：

- (A) 0.1-7% (重量) 三甲基硅氧烷化硅酸酐，  
其比表面积至少为  $80\text{m}^2/\text{g}$ ，和疏水度至少为 50%；
- (B) 5-40% (重量) 多羟基醇；
- (C) 50-94% (重量) 水；和
- (D) 0.01-5% (重量) 增白组分；

所述增白粉是通过包含以下步骤的方法获得的：

- 5 (i) 采用亨舍尔混合器或类似装置，将组分 (A) 均匀混合；
- (ii) 将组分 (B) - (D) 匀相溶解；
- (iii) 在搅拌混合物 (i) 的同时，将溶液 (ii) 缓慢地加入其中并使其粉化，得到增白粉；

10 该增白粉基本不含有氟化合物包衣的粉末，该组分 (B) 与组分 (A) 的重量比至少是 1，组分 (B) 与组分 (C) 的和至少是增白粉总重量的 80% (重量)。

2. 根据权利要求 1 所述的增白粉，其中该组分 (D) 包括了至少一种选自水溶性抗坏血酸衍生物的化合物。

15 3. 一种根据权利要求 1 所述的增白粉，其中组分 (B) 与组分 (C) 的和至少为该增白粉的 90% (重量)。

4. 根据权利要求 3 所述的增白粉，其中该组分 (D) 包括了至少一种选自水溶性抗坏血酸衍生物的化合物。

## 增白粉

5 本发明涉及一种作为外用护肤组合物的增白粉，特别涉及了具有良好的增白组分良好稳定性，高度液化性，以及出色的使用便利性和舒适感的增白粉，其中的高度液化性是指，尽管它是一种粉妆形式，但在涂擦应用中它可液化成与肤用乳剂或化妆品乳化体相似的形式。

各种不同的增白组分常被用于涂敷在皮肤上，以达到防止或减少紫外引起的黑点和雀斑，因此已经有了关于含有增白组分的化妆品、药物及类似物的报  
10 导(例如，C.fox,Cosmetic & Toiletries, 103,31-35 (1988); S.S. Bleehen, J. Soc. Cosmet. Chem., 28,407-412 (1977); Herman E. Jass, Cosmetics & Toiletries, 94, 52-53 (1979); 等)。在此所用的术语“增白组分”是指一种物质，该物质可减少 eumelanin 以产生皮肤脱色作用，尤其是由此可使皮肤  
15 上的黑点、雀斑及类似斑点消褪或减轻。

这种增白组分包括那些与水接触时易于分解和改变的物质。为了确保增白组分的稳定性，可将它们以粉状组合物的形式出售。尤其是，这些粉状组合物在日本是以“Bihaku-粉妆”(=增白粉)的品名上市的[参见 Walter Luckewicz 等., J. Soc. Cosmet. Chem., 41, 359-367 (1990)]。

20 在使用这些常规增白粉时，需要预先将它们溶解或分散在水或肤用乳液中。因此，在应用这些增白粉时存在着使用不方便的问题。根据其有效成分与水的不同混合比例，该有效成分有可能是不可溶的。它们的易涂敷性反而会由于加入过量的水而被严重地破坏。另外，通常的情形是，当将增白粉涂布在皮肤上时，它们表现出较差的涂敷滞涩感，并且没有好的触感。

25 为了解决上述使用便利性存在的问题，本发明发明了一种由粉末形成的组合物，其中的油性组分，水性组分及其类似物可利用疏水化硅酸酐进行粉化，并且粉末可以用氟化合物来包衣。依据这些发现产生的专利申请是日本专利申请平成(HEI)4 - 46752, 4 - 321946 和 5 - 19232。这些专利申请中所用的氟代-化合物-包衣粉末是采用氟代化合物进行有效包衣，氟化合物可以是  
30 全氟烷基磷酸酯二乙醇胺或全氟烷基硅烷，该粉末适于用在化妆品中，粉末由

此可产生疏水性和疏油性。这种由粉末状形成的组合物在涂擦时易于液化，因此可显著地提高使用便利性。另外，有效成分的稳定性也是极佳的。因此它用作增白粉是适宜的。然而，由于使用了油性组分和氟代一化合物一包衣粉末，仍然存在着感觉问题，该物质易于产生较差的涂布  
5 滞涩感和/或不均匀性。

因此迫切地需要一种增白粉，在保持良好使用便利性的同时，还可以提供较好的使用感觉。

为了满足上述需要，本发明的发明者做了大量的研究工作。最终，将特定的疏水性硅酸酐和多羟基醇结合起来使用，可以使增白粉具有较  
10 高的使用便利性和良好的使用感觉，而且并不需要采用油性组分和氟代一化合物一包衣粉末，从而完成了本发明。

本发明的一方面是提供了一种增白粉，该粉包括下列组分：

- (A) 0.1—7% (重量) 三甲基硅氧烷化硅酸酐, 其比表明积至少为  
80m<sup>2</sup>/g, 及疏水度至少为 50%;
- (B) 5—40% (重量) 多羟基醇;
- (C) 50—94% (重量) 水; 和
- (D) 0.01—5% (重量) 增白组分;

15 增白粉基本是不含氟化合物包衣粉末的，组分 (B) 与组分 (A) 的重量比至少为 1，组分 (B) 和组分 (C) 的和至少是增白粉的 80% 重量。

尽管本发明的增白粉是粉末型的，但它在涂擦的使用中可以液化，并且虽然它包括较高比例的水分，它仍然具有良好的末状并且具有良好液化性。由于预先已控制其中的含水量，也就不需要在使用时再加入水  
20 分时，这与常规增白粉不同，因此涂敷使用是极简便的。另外，它具有吸引人的清新外观和滋润感，及提供了极好的使用感。

另外，本发明增白粉基本不含氟代一化合物一包衣粉末，所以消除了涂布

于皮肤时的使用感的问题,该潜在问题是可能存在着较差的涂布滞涩感和/或在皮肤上施用该增白粉时可能的不均匀性。

#### 发明详述和优选实施例

本发明试验中所用的组分(A)是三甲基硅氧烷化硅酸酐,该组分比表面积等于或大于  $80 \text{ m}^2/\text{g}$ ,疏水度为 50% 或更高,优选大于等于 55%。该三甲基硅氧烷化硅酸酐是由经表面处理的精微粉化硅酸酐与甲硅烷基化剂共同制备的,甲硅烷基化剂的作用是进行三甲基硅氧烷化反应,例如,三甲基氯硅烷,三甲基甲氧基硅烷,三甲基乙氧基硅烷,六甲基二硅氮烷及其类似物。

如果组分(A)的比表面积小于  $80 \text{ m}^2/\text{g}$ ,所得的疏水性硅酸酐的粒度很大,由此使大量的该组分取向难于含水组分的表面。这就出现了一个可能性的问题,即含水组分可能会因此不能稳定粉化。若该三甲基硅氧烷化硅酸酐的疏水度低于 50%,该三甲基硅氧烷化硅酸酐与含水组分之间有极高的混溶性,并且引发了一个潜在的问题,即含水组分可能不能稳定粉化。另外,本发明实践中所用三甲基硅氧烷化硅酸酐的作用是独特的,与其它的疏水性硅酸酐相比效果好得多。例如,当将与单甲基硅氧烷化硅酸酐感相似的二甲基硅氧烷化硅酸酐单独用作疏水性硅酸酐时(换言之,当不加入疏水氟代-化合物-包衣粉末),不易得到满意的粉化结果。

三甲基硅氧烷化硅酸酐的疏水度值可以采用下述方法来测定和计算。

即,将 0.2g 的三甲基硅酸酐放在 500ml 的烧杯中,加入 50ml 的纯水。溶液用电磁搅拌的同时,由一支滴定管中将甲醇加入到溶液液面下的位点。将溶液液面上不再出现三甲基硅氧烷化硅酸酐是的时间点作为反应终点。根据甲醇的体积(Xml),按照下列公式计算疏水度:

$$\text{疏水度}(\%) = \frac{X}{50+X} \times 100$$

由上所述,本发明的试验中所用组分(A)是由经表面处理的微粉化硅酸酐与甲硅烷基化剂反应制备得到的,该硅酸酐的比表面积至少是  $80 \text{ m}^2/\text{g}$ ,加硅烷基化剂的疏水度至少是 50%。还有,三甲基硅氧烷化硅酸酐可以商用,例如,所用的商品名为“CAB - O - SIL TS - 530”(Cabot Corporation 的产品),“AEROSIL R-812”(dEGUSSA A.G.的产品)等。

本发明的组分 (A), 即具有上述特性的三甲基硅氧烷硅酸酐既可以根据需要单独使用或结合使用。

对于作为本发明组分 (B) 的多羟基醇没有特殊地限制, 该组分是是常用于外用组合物。(此后称为“外用组合物”)的成分, 例如化妆品, OTC (非处方) 药。说明性实例包括甘油; 甘油衍生物, 如甘油, 双甘油, 三甘油; 亚烷基二醇, 代表的有丙二醇, 1, 3 丁二醇和己二醇; 及糖类衍生物, 典型的有山梨醇和木糖醇。作为组分 (B), 以上列举的多羟基醇可以根据需要单独使用或结合使用。

在实施本发明中, 作为组分 (C) 的水分与组分 (B) 共同含增白粉具有液化性, 并作为水溶性组分的溶剂, 另外还使增白粉在使用时具有怡人的清新外观和滋润感。

在实施本发明中, 组分 (D) 的增白组分可以采用任何增白物质, 并无特殊限定, 只要它这些增白物不局限在那些对体内形成黑色素过程中的反应具有阻断作用, 或对体内 eumelanin 具有增白作用, 并且这些物质允许被作为外用组合物的添加剂。

组分 (D) 的优选实例可以包括胎盘提取物; 及抗坏血酸衍生物, 代表性地有抗坏血酸磷酸镁, 抗坏血酸磷酸钠, 抗坏血酸二棕榈酸酯和抗坏血酸吡喃葡萄糖酯。其中, 优选水溶性的抗坏血酸衍生物, 例如抗坏血酸磷酸镁和抗坏血酸磷酸钠。作为组分 (D), 上述列举的增白物质可以单独使用或结合使用。

本发明中, 组分 (A) 和 (D) 在增白粉的比例将如下所述。

首先, 组分 (A) 的含量优选在 0.1 - 7% (重量) (此后只写为“%”), 更优选 0.5 - 5%。若组分 (A) 含量低于 0.1%, 含水组分可能会粉化不完全, 因此可能得不到稳定的粉末。另一方面, 若组分 (A) 加入的量高于 7%, 增白粉可能在涂擦使用中不能完全液化, 从而导致涂敷性变差的潜在问题。

另外, 组分 (B) 的含量优选是在 5 - 40%, 更优选在 10 - 30%。低于 5% 的含量会导致较强的滞涩感, 并伴随着由组分 (A) 引起的涂布性差化, 由此可能失去良好的滋润感。另一方面, 组分 (B) 加入的含量高于 40% 时, 可能会产生粘滞感, 从而不优选该含量。还有, 组分 (B) 相对于组分 (A) 的重量比例至少是 1, 可能的话优选大于等于 2。

作为组分 (C) 的水分, 其含量可以优选在 50 - 94%。组分 (C) 含

量低于 50%时，增白粉可能在涂擦使用中不能完全液化。另一方面，当含量高于 94%时，会导致难于粉化。另外，组分 (B) 和组分 (C) 的总含量优选至少为 80%，优选总含量高于 90%，因为当组分 (B) 和 (C) 的中含量大于等于 80%时，增白粉可以在皮肤表面平滑地液化和具有滋润感，同时并没有粉质感和较差的涂敷滞涩感，当组分 (B) 和 (C) 的总量超过 90%时它们所产生的作用就更大。

组分 (D) 的含量优选在 0.01—5%。含量低于 0.01%时可能使增白效果不充分，若组分 (D) 加入的含量超过 5%时可能出现对皮肤的刺激和/或副作用的问题。

除了上述组分 (A) 至 (D)，在本发明增白粉中还可加入各种常用于外用组合物的选择性成分，例如：表面活性剂，水溶性高分子物质，低级醇，白颜料，彩色颜料，香料，防腐剂，紫外线吸收剂，螯合剂，抗氧化剂及类似物。

而且，可以加入少量用于外用组合物的油，其含量范围是以不损害本发明组合物的益处为准。当加入外用组合物用油时，希望所用量在一个适当的比例内，例如，根据油的种类加入适用的表面活性剂或水溶性高分子物质。

本发明增白粉可以根据组合物的不同，各组分比例，增白粉的种类等情况来进行配制。以下是一个组合物配制步骤的例子。

(i) 采用亨舍尔 (Henschel) 混合器或类似装置，将组分 (A) 均匀混合。  
(ii) 将组分 (B) — (D) 匀相溶解。

(iii) 在搅拌混合物 (i) 的同时，将溶液 (ii) 缓慢地加入其中并使其粉化，得到增白粉。

本发明的上述增白粉在涂擦时，尽管其是粉末型的，它可液化成与皮肤乳液或化妆品乳化体相似的形式。换言之，本发明增白粉是一种外用组合物，该组合物虽然是粉末型的但在涂擦使用时易于液化。在使用中，该粉妆是含水并平滑的，没有表现出用后的粉质感和较差的涂敷滞涩感，并且可以具有滋润感。

将进一步通过实施例来说明本发明。然而本发明绝对不仅仅局限在下列实施例。而且，实施例和对比例中的各“%”表示“重量%”。

实施例 1—4 和对比例 1—4

下面表 1 所示的增白粉质组合物可以根据下列描述的方法进行配制。对于它们的粉化度和使用的感觉，可以根据下述的标准进行评价。所得结果在表 2 中总结。

表 1

组分 (疏水度; 比表面积)	实施例				比较例			
	1	2	3	4	1	2	3	4
1.三甲基硅氧烷化硅酸酐 (210m <sup>2</sup> /g; 65%)	1.0	-	-	-	-	-	10.0	-
2.三甲基硅氧烷化硅酸酐 (175m <sup>2</sup> /g; 90%)	-	3.0	-	-	-	-	-	-
3.三甲基硅氧烷化硅酸酐 (210m <sup>2</sup> /g; 58%)	-	-	5.0	7.0	-	-	-	-
4.三甲基硅氧烷化硅酸酐 (210m <sup>2</sup> /g; 45%)	-	-	-	-	5.0	-	-	-
5.三甲基硅氧烷化硅酸酐 (70m <sup>2</sup> /g; 95%)	-	-	-	-	-	5.0	-	-
6.三甲基硅氧烷化硅酸酐 (110m <sup>2</sup> /g; 44%)	-	-	-	-	-	-	-	-
7.1, 3-丁二醇	5.0	5.0	5.0	10.0	-	5.0	5.0	5.0
8. 甘油	-	-	5.0	10.0	-	5.0	5.0	5.0
9. 抗坏血酸磷酸镁	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
10. 柠檬酸钠	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
11. 防腐剂	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
12. 纯化水	89.5	87.5	80.5	68.5	90.5	80.5	75.5	75.5

表 2

评估特性	实施例				对比例			
	1	2	3	4	1	2	3	4
粉妆性	A	A	A	A	D	D	A	D
液化性	A	A	A	A	-	-	C	-
清新怡人的含水感	A	A	A	A	-	-	D	-
涂敷平滑性	A	A	A	A	-	-	D	-
无较差涂敷滞涩感	A	A	A	A	-	-	D	-
润感	A	B	A	A	-	-	D	-

(配制方法)

A: 室温下, 将组分 1 - 6 和 9 在 Henschel 混合器中搅拌。

B: 组分 7 - 8 和 10 - 12 在室温下搅拌成溶液。

5 C: 在搅拌方法 A 所得混合物的同时, 缓慢加入方法 B 所制备的溶液, 从而得到增白粉。

(评价方法)

1. 粉化度

所得的每种增白粉在其制备完成后可以立刻由肉眼观察到, 然后按照下列标准进行评价。

10 评价标准

A: 粉化极其均匀。

B: 粉化, 当可观察到局部轻微的不均匀。

C: 底部可以观察到有未粉化的含水部分。

D: 疏水性硅酸酐分散在在含水组分中, 完全未粉化。

15 2. 使用的便利性和使用感

选择由 20 个女性组员组成的评估小组, 她们每天进行一次使用试验并连续 10 天。实施例 1 - 4 和对比例 3 的增白粉中, 每一份中粉化得好的作为样品。在手心中

20 上放置足够的各样品, 并且进行涂擦直至液化。然后涂敷于面部。对于涂擦的“液化性”, 使用中的“清新怡人水质感”和“平滑涂布性”, 使用后的“无较差的涂敷滞涩感”和“滋润感”, 分别有如下所示的 5 级评分标准。将评分所得的结果平均以测定它们的特性。

评分标准

5: 优秀

25 4: 良好

3: 一般

2: 较差

1: 很差

特性的规定

30 A: 平均分数 $\geq 4.5$

B: 4.5>平均分数≥3.5

C: 3.5>平均分数≥2.5

D: 2.5>平均分数

5 由所得结果可以观察到, 有关本发明的实施例 1 - 4 中的增白粉质表现出良好的粉化性, 并且在涂敷擦抹使用时的易于液化, 因此它们具有优秀的使用便利性。

而且, 它们具有极好的使用感。与此相反地, 对比样品不能达到上述所有测试特性的增白粉。

#### 实施例 5

10

#### 增白粉 (润湿型)

(组分)

(%)

1. 三甲基硅氧烷化硅酸酐 (比表面积: 250m <sup>2</sup> /g, 疏水度: 98 %)	5.0
2. 1,3 丁二醇	10.0
3. 甘油	15.0
4. 抗坏血酸磷酸钠	1.0
5. 防腐剂	0.5
6. 纯化水	68.5

(配制方法)

A: 在室温下搅拌组分 2 - 6 至形成溶液。

B: 在 Henschel 混合器中搅拌组分 1, 同时将方法 1 所得的溶液缓慢加入其中, 由此得到增白粉。

15

由此得到的增白粉是一种匀质粉, 在涂擦是表现出良好的液化性, 具有优异的使用感, 尤其是在使用后具有极佳的滋润感和保湿剂作用。

#### 实施例 6

20

## 增白粉（润滑型）

	(组分)	(%)
1.	三甲基硅氧烷硅酸酐 (比表面积: 280m <sup>2</sup> /g 疏水度: 60%)	3.0
2.	丙二醇	15.0
3.	双甘油	5.0
4.	抗坏血酸吡喃(型)葡萄糖酯	4.0
5.	纯化水	71.9
6.	防腐剂	0.1
7.	角鲨烷	0.5
8.	氢化大豆磷脂	0.5

## (制备方法)

A: 70 °C下搅拌并混合组分 2 - 8, 随后冷却。

5 B: 将组分 1 在 Henschel 混合器中搅拌, 缓慢加入方法 1 中制备的混合物, 由此得到增白粉。

由此得到的增白粉是一种匀质粉妆, 在涂擦是表现出良好的液化性, 具有优异的使用感, 尤其是在使用后具有极佳的润肤作用, 使皮肤柔嫩。

## 实施例 7&amp;对比例 5 - 6

10 表 3 所示的增白粉组合物分别通过下列方法制备。对它们的时间稳定性, 冲击强度和使用触感进行评价。

表 3

	组分	实施例7	对比例5	对比例6
1.	三甲基硅氧烷化硅酸酐 <sup>1)</sup>	5.0	5.0	3.0
2.	抗坏血酸磷酸镁	1.0	1.0	1.0
3.	柠檬酸钠	1.0	1.0	1.0
4.	1, 3 - 丁二醇	5.0	5.0	5.0
5.	甘油	5.0	5.0	5.0
6.	防腐剂	0.2	0.2	0.2
7.	纯水	82.8	64.8	81.2
8.	氟代 - 化合物 - 包衣云母 <sup>2)</sup>	0	5.0	1.0
9.	氟代 - 化合物 - 包衣聚乙烯粉末 <sup>3)</sup>	0	10.0	2.0
10.	部分 - 交联有机多分子硅醚聚合物	0	1.0	0.2
11.	二甲基聚硅氧烷	0	2.0	0.4
	(评价标准)			
	时间稳定性	A	A	A
	冲击强度	A	A	B
	液化性	A	B	A
	涂敷平滑性	A	B	B
	无较差的涂敷滞涩感	A	B	B
	清新怡人含水外观	A	B	B
	滋润感	A	B	B

1) “CAB - O - SIL TS - 530” (商品名, Cabot Corporation 产品)

2) 用 5 % “ASAHI GUARD AG530” 处理的云母 (商品名, Asahi Glass Co., Ltd.)

3) 经 5 % “ASAHI GUARD AG530” 处理的聚乙烯醇粉末 (商品名, Asahi Glass Co., Ltd.)

(制备方法)

A: 在室温下, 将组分 8 - 9 混合并研磨成粉末状混合物。

B: 室温下, 将组分 10 - 11 与方法 A 中制备得到的粉末状混合物在 Henschel 混合器中进行搅拌。

C: 室温下, 组分 2 - 7 混合成溶液。

5 D: 将组分 1 在 Henschel 混合器中搅拌的同时, 缓慢加入方法 C 制备得到的溶液, 随后进一步加入方法 B 所得的混合物, 得到增白粉。

(评价方法)

### 1. 时间稳定性

10 将上述方法得到的增白粉储存在 40 °C 的条件下并维持 6 个月, 按照下列标准评价它们的时间稳定性。

评价标准

A: 外观无变化

B: 可观察到轻微的水颗粒聚集。

C: 底层可以观察到有分离的水层。

### 15 2. 冲击强度

取每种所得增白粉 5g 装在容积为 10ml 的树脂容器中。树脂容器装满样品后将其从 70cm 的高度跌落到水泥地面, 并按照下列标准评价冲击强度。

评价标准

A: 外观无变化。

20 B: 观察到轻微的水颗粒聚集。

C: 观察到底部有分离的水层。

### 3. 使用便利性和使用感

按照与上述实施例 1 - 4 相同的方法, 进行试验及其相继的评价。

25 结果表明, 本发明中实施例 7 的增白粉, 在涂擦时易于液化, 并且因此具有使用便利性, 另外, 具有极好的使用感。与对比例 5 和 6 增白粉性对比, 实施例 7 的增白粉具有更多的优点。