



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 202000788 A

(43)公開日：中華民國 109 (2020) 年 01 月 01 日

(21)申請案號：108106444

(22)申請日：中華民國 108 (2019) 年 02 月 26 日

(51)Int. Cl.：

*C08L67/04 (2006.01)**A61K8/85 (2006.01)**A61Q1/02 (2006.01)**C08J3/14 (2006.01)**C08J3/215 (2006.01)**C08K5/00 (2006.01)**C08L101/00 (2006.01)**C09B29/15 (2006.01)**C09B67/20 (2006.01)*

(30)優先權：2018/02/28 日本

2018-034705

2018/07/31 日本

2018-143659

2018/09/11 日本

2018-169280

(71)申請人：日商東麗股份有限公司(日本) TORAY INDUSTRIES, INC. (JP)

日本

(72)發明人：今津直樹 IMAZU, NAOKI (JP)；井砂友香 ISAGO, YUKA (JP)；岩田寬和 IWATA, HIROKAZU (JP)；竹崎宏 TAKEZAKI, HIROSHI (JP)；御山壽 MIYAMA, HISASHI (JP)

(74)代理人：丁國隆；黃政誠

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：15 項 圖式數：0 共 61 頁

(54)名稱

含有顏料之脂肪族聚酯微粒子、其製造方法及化妝品

(57)摘要

一種顏料(C)之含量為 1.5 質量%以上 40 質量%以下且平均粒徑為 1 μ m 以上且低於 100 μ m 之新穎之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其係藉由下述而獲得：將選自包含由脂肪族羧基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯、及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯樹脂(A)、屬不同於脂肪族聚酯樹脂的樹脂且誘發相分離的樹脂(B)、顏料(C)及有機溶劑(D)加以混合而作成聚合物溶液時，於相分離成為以脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且包含顏料的溶液相、及以前述樹脂(B)為主成分的溶液相之 2 相的系統中，使乳劑形成後，使接觸脂肪族聚酯樹脂(A)的不良溶劑(E)，藉此使含有顏料(C)的脂肪族聚酯樹脂微粒子析出。

提供一種作為顯色性高的色材之新穎聚合物微粒子，其可使顏料之流動性、分散性等之處理性提升，使用作為化妝品添加劑時，容易卸妝，且不易對皮膚顏色轉移。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

含有顏料之脂肪族聚酯微粒子、其製造方法及化妝品

【技術領域】

【0001】本發明係關於含有顏料之脂肪族聚酯微粒子、其製造方法及化妝品。

【先前技術】

【0002】顏料係指不溶於水、有機溶劑等之溶劑的著色料，且為礦物質等之無機顏料或具有苯環高度退化的芳香族分子、偶氮基的有機顏料等之物質。此等係主要使用於塗料、印刷用印墨、塗布劑之著色料、化妝品等之領域，並使外觀、設計性提升的著色材料。因顏料與染料不同，透明性低，而顯色性高，又因耐光性及耐水性高，而定著於對象組件後之安定性高，故被廣泛使用。

【0003】顏料雖一般被認為難以溶於水、有機溶劑，但有一些會溶於水、有機溶劑等。此溶出的顏料在使用於尤其是口紅等之化妝品的情形，會引起顏色轉移至皮膚，變得難以卸妝，通過從皮膚滲透而滲透至體內，由安全性的觀點來看，逐漸成為問題。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0004】對於如上述的問題，已知不直接使用顏料，而是利用以源自石油化學品的樹脂來塗布顏料表面而成

的材料的方法。例如，於專利文獻 1 已揭示：將包含第一單體及第二單體的聚合物摻合物所形成的聚合物基質、及著色材料加以噴霧乾燥而複合化的技術，該第一單體為乙烯性不飽和離子性單體，該第二單體為於超過 50℃ 的玻璃轉移溫度有形成均聚合物能力的乙烯性不飽和疏水性單體。

【0005】又，同樣地，作為以聚合物塗布顏料的方法，於專利文獻 2 已揭示使用聚乙烯醇、聚乙烯吡咯啉酮等的方法。

【0006】於專利文獻 3、專利文獻 4，已揭示於液相作聚合物塗布的手法，就使用於聚合物塗布的聚合物而言，已揭示丙烯酸系樹脂、ABS、聚碳酸酯等之源自石油化學品的聚合物。

【0007】另一方面，已揭示聚醚砜微粒子等之高耐熱性微粒子(專利文獻 5)、為低環境負荷材料的適合作為化妝品的乳酸微粒子(專利文獻 6、7)，此外已揭示內包顏料的 ABS 微粒子(專利文獻 4)及其製造方法之技術。又，亦已揭示以顯色出黑色為目的，而內包碳黑(carbon black)的聚醯胺微粒子等(專利文獻 8)。

[專利文獻 1] 日本特表 2011-520001 號公報

[專利文獻 2] 日本特開 2005-120368 號公報

[專利文獻 3] 日本特開 2013-76040 號公報

[專利文獻 4] 日本特開 2017-155218 號公報

[專利文獻 5] 國際公開第 2009/142231 號

[專利文獻 6] 國際公開第 2012/105140 號

[專利文獻 7] 日本特開 2015-214690 號公報

[專利文獻 8] 國際公開第 2016/104140 號

【發明內容】

[發明概要]

[發明欲解決之課題]

【0008】專利文獻 1 記載之方法係有下列課題：因係將聚合物溶於溶液並加以噴霧乾燥的方法，故可簡便地獲得經聚合物塗布的顏料，但由於噴霧乾燥後之經聚合物塗布的顏料的粒徑分布變廣、瞬間變成塗層，因此於一部分顏料表面無法進行充分塗布等。又，使用於塗布的聚合物為源自石油化學品的聚合物，即使有皮膚之顏色轉移防止的效果，使用於塗布的聚合物所致的溶出物仍有對人體造成影響的可能性。

【0009】專利文獻 2 之方法係以提升對於水性黏合劑類的分散性為目的，而使用水溶性殼層(shell)於塗層，在特別是防止在皮膚的顏色轉移的觀點，其為效果不大的方法。

【0010】專利文獻 3、專利文獻 4，使用於塗布的聚合物所致的溶出物有對人體造成影響的可能性。再者，專利文獻 4 之方法雖可實現顏料的內包，但由顯色性的觀點，仍冀求進一步改善。

【0011】專利文獻 5、6、7 中沒有關於顏料的記載。又，專利文獻 8 雖有碳黑內包於粒子的記載，但聚合物種類為聚醯胺，有對人體造成影響的可能性。

【0012】本發明係以提供下列新的機能性材料為課

題：提升顏料的流動性、分散性等之處理性、維持作為顏料之原本機能的高顯色性的同時，減輕用於化妝品用途的顏料之顏色轉移程度、賦予低環境負荷特性。

[解決課題之手段]

【0013】為了解決上述課題，本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子係具有下列構成。即，

一種含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其係含有顏料(C)的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其中，脂肪族聚酯(A)為選自包含由脂肪族羥基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯、及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯樹脂，以前述微粒子作為基準，顏料(C)之含量為 1.5 質量%以上 40 質量%以下，前述微粒子之平均粒徑為 $1\mu\text{m}$ 以上且低於 $100\mu\text{m}$ 。

【0014】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法係具有下列之構成。即，

一種含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，其係將選自包含由脂肪族羥基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯、及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯樹脂(A)、屬不同於前述脂肪族聚酯樹脂(A)的樹脂且誘發相分離的樹脂(B)、顏料(C)及有機溶劑(D)加以混合而作成聚合物溶液時，於相分離成為以脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且包含顏料(C)的溶液相、及以前述樹脂(B)為主成分的溶液相之 2 相的系統

中，使形成乳劑(emulsion)後，使接觸脂肪族聚酯樹脂(A)的不良溶劑(E)，藉此使含有顏料(C)的脂肪族聚酯樹脂微粒子析出。

【0015】本發明之化妝品係具有下列之構成。即，一種使用前述含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子的化妝品。

【0016】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，較佳係前述微粒子之粒徑分布指數為 1 至 3。

【0017】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，較佳係顏料(C)為有機顏料。

【0018】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，較佳係顏料(C)為偶氮系顏料。

【0019】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，較佳係構成前述微粒子的脂肪族聚酯樹脂(A)之結晶熔解熱容量為 30J/g 以下。

【0020】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，較佳係體密度(bulk density)為 0.30g/mL 以上 1.0g/mL 以下。

【0021】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，較佳係前述脂肪族聚酯樹脂(A)為聚乳酸系樹脂。

【0022】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，較佳係混合相對於脂肪族聚酯樹脂(A)之質量的大於 1.5 質量%且 80 質量%以下之顏料。

【0023】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，較佳係混合顏料(C)，為脂肪族聚酯樹脂微

粒子中之所冀望顏料(C)含量之 1 倍以上至低於 2 倍。

【0024】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，更佳係混合顏料(C)，為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.1 倍以上至低於 1.5 倍。

【0025】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，較佳係不良溶劑(E)為選自乙醇、水、及乙醇水溶液之任一者。

【0026】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，較佳係顏料(C)為有機顏料。

【0027】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，較佳係前述脂肪族聚酯樹脂(A)為聚乳酸系樹脂。

[發明之效果]

【0028】依據本發明，可維持作為顏料之高顯色性的同時，又可獲得流動性、分散性等之處理性優異的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子。尤其於含有少量的顏料的情形，作為化妝品色材之添加劑而使用時，可減輕顏料中成為問題的對皮膚的顏色轉移程度。又，依據本發明之製造方法，可獲得向來為困難之使脂肪族聚酯微粒子含有顏料的微粒子。

【圖式簡單說明】

無。

【實施方式】

【0029】以下，對本發明作詳細說明。

【0030】本發明中的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子係指由脂肪族羥基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯(A)及由內酯所獲得的脂肪族聚酯樹脂而成的微粒子之內部含有顏料(C)的樹脂微粒子。

【0031】構成本發明之脂肪族聚酯樹脂微粒子的脂肪族聚酯(A)係指選自包含由脂肪族羥基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯(A)。

【0032】由脂肪族羥基羧酸所獲得的脂肪族聚酯係指聚羥基烷羧酸系樹脂，依羥基對羧基結合於何種位置，可分類為聚(α -羥基型羧酸)系樹脂、聚(β -羥基型羧酸)系樹脂、聚(γ -羥基型羧酸)系樹脂等。聚(α -羥基型羧酸)系樹脂，可列舉聚乙醇酸系樹脂、聚乳酸系樹脂、聚(α -羥基丁酸)系樹脂等。聚(β -羥基型羧酸)系樹脂，可列舉聚(3-羥基丙酸)系樹脂、聚(3-羥基丁酸)系樹脂、聚(3-羥基戊酸)系樹脂、聚(3-羥基己酸)系樹脂、聚(3-羥基辛酸)系樹脂。聚(γ -羥基型羧酸)系樹脂，可列舉聚(4-羥基丁酸)系樹脂、聚(4-羥基戊酸)系樹脂、聚(4-羥基己酸)系樹脂、聚(4-羥基辛酸)系樹脂等。具體而言，可列舉聚乙醇酸、聚乳酸、聚(α -羥基丁酸)、聚(3-羥基丁酸)、聚(3-羥基戊酸)、聚(3-羥基己酸)、聚(3-羥基辛酸)、聚(4-羥基丁酸)、聚(4-羥基戊酸)、聚(4-羥基己酸)、聚(4-羥基辛酸)等。

【0033】作為由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯，具體而言，可列舉聚草酸乙二酯(polyethylene oxalate)、聚琥珀酸乙二酯(polyethylene succinate)、聚己二酸乙二酯(polyethylene adipate)、聚壬二酸乙二酯(polyethylene azelate)、聚草酸丁二酯、聚琥珀酸丁二酯、聚己二酸丁二酯、聚癸二酸丁二酯(polybutylene sebacate)、聚癸二酸己二酯(polyhexamethylene sebacate)、聚草酸新戊二酯(polyneopentyl oxalate)等。

【0034】作為由內酯所獲得的脂肪族聚酯，具體而言，可列舉如聚(ϵ -己內酯)、聚(β -丙內酯)的聚(ω -羥基鏈烷酸酯)。

【0035】又，此等之脂肪族聚酯可為共聚合物，就共聚合物而言，可列舉聚(己內酯/琥珀酸丁二酯)、聚(琥珀酸丁二酯/碳酸酯)、聚(琥珀酸丁二酯/己二酸酯)、聚(己二酸丁二酯/對苯二甲酸酯)、聚(己二酸四亞甲基酯/對苯二甲酸酯)、聚(羥基丁酸酯/羥基己酸酯)、聚(羥基丁酸酯/羥基戊酸酯)等。

【0036】此等之脂肪族聚酯樹脂(A)之中，由取得容易性的觀點，可列舉較佳為聚乙醇酸、聚乳酸、聚(α -羥基丁酸)、聚(3-羥基丁酸)、聚(羥基丁酸酯/羥基己酸酯)、聚(羥基丁酸酯/羥基戊酸酯)、聚琥珀酸丁二酯及聚(ϵ -己內酯)，特佳為聚乳酸。

【0037】本發明之脂肪族聚酯樹脂(A)係較佳為海洋分解性樹脂。海洋分解性樹脂係指取得總公司設置於比

利時之認證機構 VINÇOTTE 公司的「OK Biodegradable MARINE」之材料。「OK Biodegradable MARINE」係對適合於 ASTM D7081-05、ASTM D6691-09、OECD201、202、203 及 EN13432+ Co 的材料所給予的認證。

【0038】本文中，本發明中的聚乳酸系樹脂係以 L-乳酸及 D-乳酸為主要構成成分的聚合物。本發明中的聚乳酸系樹脂為主要構成成分，係指聚乳酸系樹脂中之構成共聚物的單體單元中，L-乳酸及 D-乳酸單體單元的合計以莫耳比率計為 50 莫耳%以上的共聚物。較佳為 60 莫耳%以上，更佳為 70 莫耳%以上，再佳為 80 莫耳%以上，特佳為 90 莫耳%以上。就上限而言，通常為 100 莫耳%。

【0039】本文中，L 或 D 係指光學異構物之一者，將具有天然型之立體配置者表示為 L-乳酸或 L 體乳酸，將具有非天然型之立體配置者表示為 D-乳酸或 D 體乳酸。

【0040】於本發明中的脂肪族聚酯樹脂(A)，該脂肪族聚酯單體單元的接續樣式並未特別限定，可為嵌段共聚物、交互共聚物、無規共聚物、接枝共聚物之任一者。由使熔解時之溫度更低溫化的觀點，較佳為無規共聚物。

【0041】本發明中的脂肪族聚酯樹脂(A)，較佳係結晶熔解熱容量為 30J/g 以下。結晶熔解熱容量為此範圍時，脂肪族聚酯樹脂具有透明性，且具有顏料之顯色良好的效果。更佳係結晶熔解熱容量為 5J/g 以下，結晶熔解熱容量越小，顯色性更提高，再佳為低於 3J/g，特佳為低

於 2J/g，最佳為低於 1J/g。又該下限值為 0J/g，此表示完全地為非晶形。

【0042】又，結晶熔解熱容量係指以示差掃描熱量測定(DSC)，自以升溫速度每分鐘 20℃ 的條件升溫至 200℃ 為止時之顯示熔解熱容量的高峰面積所算出者。

【0043】調整結晶熔解熱容量的方法，以聚乳酸系樹脂為例時，可使用調整構成聚乳酸系樹脂的 L-乳酸及 D-乳酸之共聚合比率(L/D)的方法、於聚乳酸系樹脂中添加促進結晶化的添加劑的方法、形成立體嵌段構造的方法等之公知方法。其中，由聚乳酸系樹脂之結晶熔解熱容量之調整容易度來看，較佳為調整 L/D 之共聚合比率的方法。L/D 為 95/5 以上的情形，結晶熔解熱容量會超過 30J/g，會成為結晶性之聚乳酸系樹脂。L-乳酸之共聚合比率越高，結晶化越容易因而較佳，更佳係 L/D 為 97/3 以上，最佳係 98/2 以上。L/D 之上限係低於 100/0。又，L/D 低於 95/5 的情形，結晶熔解熱容量會低於 30J/g，會成為非晶質之聚乳酸系樹脂。L-乳酸之共聚合比率越低，非晶化越容易因而較佳，更佳為低於 92/8，最佳為低於 89/11。又，L/D 之下限為 50/50 以上。又，D、L 等之光學活性體係其分子構造呈鏡像關係的物質，因物理的特性完全未改變，故即使將上述 L/D 置換為 D/L，結晶熔解熱容量亦相同，本發明亦包含將 L/D 置換為 D/L 的範圍。

【0044】藉由使用此種脂肪族聚酯樹脂(A)，在活用顏料(C)之顯色性的同時，即使添加於化妝品等，對一起使

用的油分或醇分的耐性亦高，因此即使作為化妝品用添加劑而長期地使用，亦可保持安定的品質，又，於清潔等之卸妝的情形，亦幾乎無顏料(C)溶出。

【0045】再者，於無損本發明之效果的範圍，可含有脂肪族聚酯樹脂(A)以外之其它共聚成分，就其它共聚成分單元而言，可列舉例如，多元羧酸、多元醇、羧基羧酸、內酯等，具體而言，可列舉由草酸、丙二酸、琥珀酸、戊二酸、己二酸、壬二酸、癸二酸、十二烷二酸、反丁烯二酸、環己烷二羧酸、對苯二甲酸、間苯二甲酸、鄰苯二甲酸、2,6-萘二甲酸、蒽二羧酸、5-磺基間苯二甲酸鈉(5-sodium sulfoisophthalic acid)、5-磺基間苯二甲酸四丁基鎂(5-tetrabutylphosphonium sulfoisophthalic acid)等之多元羧酸類、乙二醇、丙二醇、丁二醇、庚二醇、己二醇、辛二醇、壬二醇、癸二醇、1,4-環己烷二甲醇、新戊二醇、甘油、季戊四醇、雙酚 A、對雙酚加成環氧乙烷的芳香族多元醇、二乙二醇、三乙二醇、聚乙二醇、聚丙二醇、聚四亞甲二醇等之多元醇類、乙醇酸、3-羧基丁酸、4-羧基丁酸、4-羧基吉草酸、6-羧基己酸、羧基苯甲酸等之羧基羧酸類、及乙交酯(glycolide)、 ϵ -己內酯乙交酯、 ϵ -己內酯、 β -丙內酯、 δ -丁內酯、 β -或 γ -丁內酯、新戊內酯(pivalolactone)、 δ -戊內酯等之內酯類等所生成的單元。將全部單體單元設為 100 莫耳 % 時，此種共聚合單元，較佳設為 30 莫耳 % 以下之含量，更佳為 20 莫耳 % 以下，再佳為 10 莫耳 % 以下，最佳為 5 莫耳 % 以下。

【0046】脂肪族聚酯樹脂(A)之分子量和分子量分布並未特別限定，但基於容易維持粒子構造、提升耐水解性之點，作為重量平均分子量，較佳為 1 萬以上，更佳為 5 萬以上，再佳為 10 萬以上，特佳為 20 萬以上為宜。上限雖未特別限制，但為 100 萬以下。本文中，所謂的重量平均分子量係指使用六氟異丙醇的凝膠滲透層析術(GPC)所測定的聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)換算的重量平均分子量。

【0047】本發明中的顏料(C)係指與水或溶劑不溶的白色乃至有色的色材，大致分為屬有機化合物的有機顏料及屬無機化合物的無機顏料。顏料(C)係用以於例如粉底、蜜粉、口紅和指甲油等之化妝品中作出顏色的明度、彩度、色相等之色調。

【0048】本發明中的無機顏料係包含體質顏料、著色顏料及白色顏料。就無機顏料之例而言，可列舉雲母狀氧化鐵、鉛白(white lead)、鉛丹(red lead)、鉛黃(yellow lead)、銀硃(vermilion)、群青(ultramarine blue)、普魯士藍、二氧化鈦、二氧化鈦被覆雲母、鉻酸鋁、鈦黃(titanium yellow)、鉻酸鋅、鐵黑(iron black)、鉬紅(molybdenum red)、鉬白(molybdenum white)、密陀僧(litharge)、鋅鋁白(lithopone)、翡翠綠(emerald green)、鎘黃(cadmium yellow)、鎘紅(cadmium red)、鈷藍(cobalt blue)及碳黑等。

【0049】本發明中的有機顏料係指對水或有機溶劑為低溶解性的著色料。與可溶於水或有機溶劑的染料相

比，其有不易劣化的特徵，被廣泛使用於塗料、印墨、織物、化妝品、食品等之著色。就有機顏料而言，可使用周知之有機顏料。其中尤以透明性高且耐光性、耐熱性、耐化學性優異者為較佳。

【0050】代表性的有機顏料之具體例以比色指數(color index)(以下稱為 CI)號碼表示時，較佳可使用如下列者，但均未限定於此等。

【0051】紅色顏料，作為其例，可列舉顏料紅(以下稱為 PR)9、PR48、PR97、PR122、PR123、PR144、PR149、PR166、PR168、PR177、PR179、PR180、PR192、PR209、PR215、PR216、PR217、PR220、PR223、PR224、PR226、PR227、PR228、PR240、PR254 等，其中的由有機物所構成者係作為本發明對象的具體例。數值係如前述任一者皆為 CI 號碼。

【0052】又，就綠色顏料之例而言，可使用顏料綠(以下稱為 PG)7、PG10、PG36、PG58 等。又，就黃色顏料之例而言，可列舉顏料黃(以下稱為 PY)12、PY13、PY17、PY20、PY24、PY83、PY86、PY93、PY95、PY109、PY110、PY117、PY125、PY129、PY137、PY138、PY139、PY147、PY148、PY150、PY153、PY154、PY166、PY168、PY185 等，其中的由有機物所構成者係作為本發明對象的具體例。數值係如前述任一者皆為 CI 號碼。

【0053】又，就藍色顏料之例而言，可使用顏料藍(以下稱為 PB)15：3、PB15：4、PB15：6、PB21、PB22、PB60、PB64 等。又，就紫色顏料而言，可列舉顏料紫(以

下稱爲 PV)19、PV23、PV29、PV30、PV37、PV40、PV50 等，其中的由有機物所構成者係作爲本發明對象的具體例。數值係如前述任一者皆爲 CI 號碼。

【0054】此等之有機顏料，視需要，施予松香處理、酸性處理、鹼性處理等之表面處理亦無妨，於無損耐光性、耐溶劑性的程度內可含有染料。

【0055】於本發明，由流動性、分散性等之處理性、及爲色調的顯色性之觀點，較佳爲有機顏料。

【0056】本發明中的有機顏料中，尤其偶氮系顏料爲較佳。偶氮系顏料係分子內具有偶氮基(-N=N-)的顏料。

【0057】作爲偶氮顏料之代表性者、可列舉 PY165、PR2、PR9、PR112、PBr25、PY12、PY13、PY14、PY17、PY55、PY83、PY87、PY124、顏料橙(以下稱爲 PO)16、PY81、PY152、PO13、PR38 等。

【0058】關於偶氮顏料較佳的理由，現時點雖不清楚，但推測係由於分子內之偶氮基與脂肪族聚酯樹脂之分子骨架的親和性高的緣故。

【0059】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之平均粒徑係作成 $1\mu\text{m}$ 以上且低於 $100\mu\text{m}$ 之範圍。本發明中的平均粒徑係意指數量平均粒徑。本發明之微粒子之平均粒徑成爲低於 $1\mu\text{m}$ 時，流動性、分散性等之處理性降低。本發明之微粒子之平均粒徑成爲 $100\mu\text{m}$ 以上時，粒徑分布變廣。

【0060】就本發明之微粒子之平均粒徑的下限而言，較佳爲 $2\mu\text{m}$ 以上，更佳爲 $5\mu\text{m}$ 以上，再佳爲 $10\mu\text{m}$ 以上。

又，就平均粒徑之上限而言，較佳為 $80\mu\text{m}$ 以下，更佳為 $60\mu\text{m}$ 以下，再佳為 $50\mu\text{m}$ 以下，特佳為 $40\mu\text{m}$ 以下。

【0061】含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之平均粒徑係使用掃描型電子顯微鏡(FE-SEM，例如日本電子股份有限公司製之 JSM-6301NF)來觀察含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，對 100 個含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子測量其直徑(粒徑)長度而得的算術平均值。

【0062】具體而言，為了求得可反映粒徑偏差的平均粒徑，以於 1 個影像中照到 2 個以上且低於 100 個的微粒子的倍率下觀察，測量粒徑長度。接著，利用下述式針對每 100 個微粒子之粒徑，求得其算術平均，而算出數量平均粒徑。就此種 FE-SEM 之倍率而言，依粒徑而定，可設為 100 倍～5,000 倍的範圍。若具體例示，含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之粒徑為 $1\mu\text{m}$ 以上且低於 $3\mu\text{m}$ 的情形為 5,000 倍，該粒徑為 $3\mu\text{m}$ 以上且低於 $5\mu\text{m}$ 的情形為 3,000 倍以上，該粒徑為 $5\mu\text{m}$ 以上且低於 $10\mu\text{m}$ 的情形為 1,000 倍以上，該粒徑為 $10\mu\text{m}$ 以上且低於 $50\mu\text{m}$ 的情形為 500 倍以上，該粒徑為 $50\mu\text{m}$ 以上且低於 $100\mu\text{m}$ 的情形為 250 倍以上，該粒徑為 $100\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下的情形為 100 倍以上。又，於影像上微粒子不為正圓形的情形(例如為如橢圓形的情形、形成了微粒子不規則聚集的凝集體的情形)，測定其最長徑作為粒徑。

【0063】

$$D_n = \left(\sum_{i=1}^n R_i \right) / n$$

【0064】又， R_i ：微粒子個別的粒徑； n ：測定數 100； D_n ：平均粒徑。

【0065】就作為顯示本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之粒徑分布廣度的指標的粒徑分布指數(PDI)而言，較佳為 1~3，更佳為 1~2.5，再佳為 1~2.0，特佳為 1~1.8，極佳為 1~1.6。又，粒徑分布指數 PDI 之下限值，理論上為 1。其表示粒徑分布指數越接近 1，越為粒徑一致的均勻粒子。粒徑分布指數為上述較佳範圍時，粒徑分布窄且具有均勻粒徑。作為化妝品用添加劑使用的情形，因均勻粒徑係可賦予平滑觸感而為較佳。

【0066】含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之粒徑分布指數 PDI 係使用進行數量平均粒徑之算出時的粒徑之測量長度結果，利用下式而算出。

【0067】

$$D_n = \left(\sum_{i=1}^n R_i \right) / n$$

$$D_v = \sum_{i=1}^n R_i^4 / \sum_{i=1}^n R_i^3$$

$$PDI = D_v / D_n$$

【0068】又， R_i ：微粒子之各個粒徑； n ：測定數 100；

D_n ：數量平均粒徑； D_v ：體積平均粒徑；PDI：粒徑分布指數。

【0069】於本發明，含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子係於其內部含有顏料(C)。藉由設計成如上述，可使顏料(C)之流動性、分散性等之處理性提升。再者，可抑制顏料(C)自含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子的溶出程度，適合於後述的化妝品用途等。

【0070】本發明中的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之顏料(C)含量，以前述微粒子為基準，為 1.5 質量%以上 40 質量%以下。顏料(C)之含量為低於 1.5 質量%時，顯色性不足，難以作為色材使用。又，超過 40 質量%時，顏料(C)會自含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子溶出。顏料(C)含量之下限係較佳為超過 1.5 質量%，更佳為 2.0 質量%以上，再佳為 2.5 質量%以上，特佳為 3 質量%以上，最佳為 4 質量%以上。顏料(C)含量之上限，較佳為 30 質量%以下，更佳為 20 質量%以下，特佳為 10 質量%以下，最佳為 6 質量%以下。

【0071】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，因如上述設計，故可抑制顏料(C)自含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子的溶出程度，適合於後述的化妝品用途等。

【0072】使含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子浮於水，藉由觀察於水中是否有顏料(C)溶出的現象，可得知顏料(C)之溶出抑制程度。

【0073】於本發明，含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒

子之體密度，由流動性、分散性等之處理性的觀點，較佳為 0.30g/mL 以上 1.0g/mL 以下。更佳為 0.32g/mL 以上 0.95g/mL 以下，再佳為 0.34g/mL 以下 0.90g/mL 以下，特佳為 0.36g/mL 以上 0.85g/mL 以下。體密度為上述較佳範圍時，流動性、分散性等之處理性優異，另一方面，可謀求輕量化。

【0074】於本發明，體密度係以下列所述的方法求得。即，於 10mL 量筒輕輕秤量 1.0g 之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，自 2cm 的高度，使量筒自由落下 10 次而敲緊來將表面弄平，藉由讀取此時之體積至 1/10 刻度，求得含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之體密度 (g/mL)。

【0075】含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，只要可獲得本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，可使用歷來周知之技術。可列舉例如，將脂肪族聚酯樹脂(A)與顏料(C)熔融捏合，作成母料(masterbatch)樹脂組成物後，藉由球磨機、珠磨機、噴射磨機或乳鉢等之機械的粉碎處理將該樹脂組成物作成粉末的方法；使前述母料與海成分樹脂熔融捏合，並僅去除海成分的強制熔融捏合法；將使顏料懸浮於高揮發性溶劑之脂肪族聚酯樹脂(A)溶液而得的液體加以噴霧乾燥而作成微粒子的方法；將使脂肪族聚酯樹脂(A)溶液與顏料(C)懸浮而得的液體加以冷卻而使析出的方法等。

【0076】其中尤以藉由利用高分子溶液之相分離現象之以下所示的微粒子化方法所獲得者為最佳。基於可獲

得粒徑分布指數小的微粒子且可獲得真球度高的微粒子之點，較佳為採用利用高分子溶液之相分離現象的微粒子化方法。

【0077】利用高分子溶液之相分離現象的微粒子化法係指下述方法：將選自包含由脂肪族羥基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯樹脂(A)、屬不同於前述脂肪族聚酯樹脂(A)的樹脂且誘發相分離的樹脂(B)、顏料(C)及有機溶劑(D)加以混合而作成聚合物溶液時，於相分離成為以脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且包含顏料(C)的溶液相、及以屬不同於脂肪族聚酯樹脂(A)的樹脂且誘發相分離的樹脂(B)為主成分的溶液相之 2 相的系統中，使形成以脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且包含顏料(C)的溶液相成為分散相、以樹脂(B)為主成分的溶液相成為連續相的乳劑後，使該乳劑與脂肪族聚酯樹脂(A)的不良溶劑(E)接觸，藉此使含有顏料(C)的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子析出。

【0078】其中，以選自包含由脂肪族羥基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且含有顏料(C)的溶液相(以下稱為脂肪族聚酯樹脂(A)溶液相)係指於相分離成為(i)主要分配有脂肪族聚酯樹脂(A)及樹脂(B)之 2 種聚合物中的脂肪族聚酯樹脂(A)的溶液

相、及(ii)主要分配有脂肪族聚酯樹脂(A)及樹脂(B)之 2 種聚合物中的樹脂(B)的溶液相的系統中，前述(i)之主要分配有脂肪族聚酯樹脂(A)的溶液相中含有顏料(C)的溶液相。又，以樹脂(B)為主成分的溶液相(以下稱為樹脂(B)溶液相)係指前述(ii)之主要分配有樹脂(B)的溶液相。此時，可於樹脂(B)溶液相含有顏料(C)之一部分。

【0079】將脂肪族聚酯樹脂(A)、樹脂(B)及有機溶劑(D)作為成分而相分離成為前述(i)之主要分配有脂肪族聚酯樹脂(A)的溶液相、及前述(ii)主要分配有樹脂(B)的溶液相的系統中，添加作為第四成分之顏料(C)的情形，即可藉由使用至少一部分之顏料(C)被包含於前述(i)之主要分配有脂肪族聚酯樹脂(A)的溶液相的系統，而獲得本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子。

【0080】又，顏料可添加於使脂肪族聚酯樹脂(A)與樹脂(B)溶解於有機溶劑(D)而得的溶液，亦可將顏料(C)添加於脂肪族聚酯樹脂(A)、樹脂(B)及有機溶劑(D)之混合物後將脂肪族聚酯樹脂(A)與樹脂(B)溶解而作成溶液，上述之任一種方法，皆可藉由使用顏料(C)被包含於前述(i)之主要分配有脂肪族聚酯樹脂(A)的溶液相的系統，而獲得本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子。

【0081】即，「將脂肪族聚酯樹脂(A)、樹脂(B)、顏料(C)及有機溶劑(D)加以混合而作成聚合物溶液時，相分離成為以脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且含有顏料(C)的溶液相、及以樹脂(B)為主成分的溶液相之 2 相的系統」係指將脂肪族聚酯樹脂(A)、樹脂(B)、有機溶劑(D)及顏

料(C)加以混合時，分離成含有顏料(C)的脂肪族聚酯樹脂(A)溶液相、及樹脂(B)溶液相之 2 相的系統。爲了獲得本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，此時重要的是顏料(C)被包含於前述(i)之主要分配有脂肪族聚酯樹脂(A)的溶液相，而一部分之顏料(C)亦可被包含於前述(ii)主要分配有樹脂(B)的溶液相。

【0082】就前述誘發相分離的樹脂(B)而言，可列舉不同於脂肪族聚酯樹脂(A)的聚合物中之熱塑性樹脂、熱硬化性樹脂，但由容易溶解於有機溶劑(D)的觀點，較佳爲熱塑性樹脂。具體而言，可列舉聚氧化乙烯(polyethylene oxide)、聚乙二醇、聚乙烯醇(可爲完全烯化型或部分烯化型之聚乙烯醇)、聚乙烯吡咯啉酮、羥基丙基纖維素等。由獲得的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之粒徑分布變窄的觀點，較佳爲聚氧化乙烯、聚乙二醇、聚乙烯醇(可爲完全烯化型或部分烯型之聚乙烯醇)。

【0083】關於誘發相分離的樹脂(B)之分子量，較佳爲使用重量平均分子量 1,000 以上者，藉由使用此種誘發相分離的樹脂(B)，而誘發分離成脂肪族聚酯樹脂(A)溶液相、及誘發相分離的樹脂(B)溶液相之 2 相的相分離，並形成乳劑，進而獲得真球度 70 以上之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子。誘發相分離的樹脂(B)之分子量，其重量平均分子量較佳爲 1,000~10,000,000 之範圍。就更佳的上限而言，爲 5,000,000 以下，再佳爲 2,000,000 以下，特佳的上限爲 1,000,000 以下。又，由變得容易引起

相分離的觀點，更佳的下限為 1,000 以上，再佳為 5,000 以上，特佳的下限為 10,000 以上。

【0084】其中所謂的重量平均分子量係指以使用水作為溶劑的凝膠滲透層析術(GPC)進行測定，而以聚乙二醇換算的重量平均分子量。於無法以水作為溶劑進行測定的情形，係使用二甲基甲醯胺，仍然無法測定的情形，係使用四氫呋喃，再無法測定的情形，係使用六氟異丙醇。

【0085】有機溶劑(D)係指溶解脂肪族聚酯樹脂(A)及前述誘發相分離的樹脂(B)的溶劑。其中，溶解聚合物的溶劑係意指於實際實施的溫度(即脂肪族聚酯樹脂(A)與誘發相分離的樹脂(B)溶解混合的溫度)下，對有機溶劑(D)溶解超過 1 質量%脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)。有機溶劑(D)較佳為於使不良溶劑(E)接觸而獲得含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子的步驟的溫度下，可溶解脂肪族聚酯樹脂(A)者。脂肪族聚酯樹脂(A)溶液相之有機溶劑(D)、與誘發相分離的樹脂(B)溶液相之有機溶劑(D)，可為相同亦或不同，但較佳為實質上相同的溶劑。

【0086】較佳的可有機溶劑(D)為 N-甲基-2-吡咯啉酮、N,N-二甲基甲醯胺、N,N-二甲基乙醯胺、N-甲基己內醯胺等之有機醯胺系溶劑、乙醯乙酸乙酯、乙醯乙酸甲酯、乙醯丙酮等之 β -酮型溶劑。此等之溶劑係可使用複數種，亦可單獨使用。由脂肪族聚酯樹脂之溶解度之觀點及殘留溶劑的有害性小的觀點，最佳為乙醯乙酸乙酯。

【0087】脂肪族聚酯樹脂(A)的不良溶劑(E)係指脂肪族聚酯樹脂(A)對有機溶劑(D)的溶解度為 1 質量%以下者。就較佳的不良溶劑(E)而言，脂肪族聚酯樹脂(A)對有機溶劑(D)的溶解度為 0.5 質量%以下，就更佳的不良溶劑(E)而言，脂肪族聚酯樹脂(A)對有機溶劑(D)的溶解度為 0.1 質量%以下。

【0088】就不良溶劑(E)而言，較佳為脂肪族聚酯樹脂(A)的不良溶劑且為可溶解誘發相分離的樹脂(B)的溶劑。據此，可使含有脂肪族聚酯樹脂(A)及顏料(C)之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子有效率地析出。又，較佳為前述有機溶劑(D)與不良溶劑(E)可均勻混合的溶劑。

【0089】具體而言，依脂肪族聚酯樹脂(A)與誘發相分離的樹脂(B)之種類而變化，就不良溶劑(E)而言，可列舉自戊烷、己烷、庚烷、辛烷、壬烷、n-癸烷、n-十二烷、n-十三烷、環己烷、環戊烷等之脂肪族烴系溶劑、甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇等之醇系溶劑及水之中的至少 1 種類所選出的溶劑等。由可有效率地獲得含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子的觀點，較佳的不良溶劑(E)為醇系溶劑或水，更佳的不良溶劑(E)為乙醇、水或乙醇水溶液，最佳的不良溶劑(E)為乙醇水溶液。使用作為不良溶劑(E)的情形，乙醇水溶液之較佳乙醇濃度，為 10～90 質量%，更佳為 20～80 質量%，再佳為 30～70 質量%，特佳為 40～60 質量%。

【0090】為了獲得容易成為相分離狀態的條件，較佳

爲脂肪族聚酯樹脂(A)與樹脂(B)之 SP 值的差爲大者。此時，就 SP 值之差而言，較佳爲 $1(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上，更佳爲 $2(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上，再佳爲 $3(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上，特佳爲 $5(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上，極佳爲 $8(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上。若 SP 值之差爲上述較佳範圍，容易地成爲相分離變容易，又因爲容易相分離，可獲得脂肪族聚酯樹脂(A)之含有率較高之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子。只要脂肪族聚酯樹脂(A)與誘發相分離的樹脂(B)之兩者可溶解於有機溶劑(D)者即可，並未特別限制，但就 SP 值之差之上限而言，較佳爲 $20(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以下，更佳爲 $15(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以下，再佳爲 $10(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以下。

【0091】又，在此所謂的 SP 值係根據 Fedor 的推算法所計算者，係根據凝集能量密度與莫耳分子體積所計算者(以下有時稱爲計算法)(「SP 值 基礎・應用及計算方法」山本秀樹著，情報機構股份有限公司，平成 17 年 3 月 31 日發行)。於無法利用本方法計算的情形，係藉由判定對已知溶解度參數的溶劑是否溶解的實驗法而算出 SP 值(以下有時稱爲實驗法)，據以替換使用(「聚合物手冊 第 4 版(Polymer Handbook Fourth Edition)」傑・布朗特(J.Brand)著，威立(Wiley)公司 1998 年發行)。

【0092】爲了選擇成爲相分離狀態的條件，能以藉由觀察脂肪族聚酯樹脂(A)、誘發相分離的樹脂(B)及溶解此等的有機溶劑(D)之 3 成分的比率變化的狀態的簡單預備實驗可作成的 3 成分相圖，加以判別。

【0093】相圖之作成係以任意比率使脂肪族聚酯樹脂

(A)、誘發相分離的樹脂(B)及有機溶劑(D)混合溶解，於進行靜置之際，於至少 3 點以上(較佳為 5 點以上，更佳為於 10 點以上)之點實施是否產生界面的判定，藉由區分分離成 2 相的區域及成為 1 相的區域，可確認成為相分離狀態的條件。

【0094】此時，為了判定是否為相分離狀態，於脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)實際形成乳劑之際的溫度及壓力，調整脂肪族聚酯樹脂(A)、誘發相分離的樹脂(B)及有機溶劑(D)成為任意比，使脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)完全溶解後，進行充分攪拌，靜置 3 日，確認宏觀上是否相分離。然而，於成為十分安定的乳劑時，有即使放置 3 日，宏觀上仍未相分離的情形。此情形，使用光學顯微鏡・位相差顯微鏡等，以微視上是否有相分離來判別相分離。

【0095】為了判定顏料(C)是否含於脂肪族聚酯樹脂(A)溶液相，而進行：在進行上述之相分離狀態的確認後，對於確認到相分離的脂肪族聚酯樹脂(A)、誘發相分離的樹脂(B)及有機溶劑(D)之任意比，添加任意量之顏料(C)，於實際上形成乳劑之際的溫度及壓力，充分攪拌顏料經分散的聚合物溶液後，藉由靜置，促使聚合物溶液相分離，以目視來確認以脂肪族聚酯樹脂(A)為主的溶液相是否被顏料(C)著色。

【0096】脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)對有機溶劑(D)的濃度，以在可溶解於有機溶劑(D)的範圍內為前提，但相對於全質量，較佳為各自之下限超過

1 質量%，更佳為 2 質量%以上，再佳為 3 質量%以上，更佳為 5 質量%以上。又，各自之上限較佳為 50 質量%以下，更佳為 30 質量%以下，再佳為 20 質量%以下。

【0097】相分離而獲得的脂肪族聚酯樹脂(A)溶液相與誘發相分離的樹脂(B)溶液相之 2 相間的界面張力，因兩相皆以有機溶劑(D)為主，故其界面張力低，依其性質，生成的乳劑安定，可獲得液滴徑分布非常窄的乳劑，因而認為獲得的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之粒徑分布會變窄。此傾向係於使用單一溶劑作為有機溶劑(D)來使脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)兩者溶解而相分離之際較為顯著。

【0098】相分離的 2 相間的界面張力，因界面張力過低，故無法直接以通常使用的於溶液中添加不同種之溶液而測定的懸滴法等進行測定，但可自各相之與空氣的表面張力而推算，藉此估算界面張力。將各相之與空氣的表面張力設為 r_1 、 r_2 之際，其界面張力 $r_{1/2}$ 係可以 $r_{1/2} = r_1 - r_2$ 之絕對值來推算。

【0099】此時，該 $r_{1/2}$ 之較佳上限為 10mN/m 以下，更佳為 5mN/m 以下，再佳為 3mN/m 以下，特佳為 2mN/m 以下。又 $r_{1/2}$ 之較佳下限係超過 0mN/m。

【0100】相分離的 2 相之黏度比，對於獲得的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之平均粒徑及粒徑分布有影響。就黏度比之較佳下限而言，較佳為 0.1 以上，更佳為 0.2 以上，再佳為 0.3 以上，更佳為 0.5 以上，極佳為 0.8 以上。又就黏度比之較佳上限而言，較佳為 10 以下，

更佳為 5 以下，再佳為 3 以下，特佳為 1.5 以下，極佳為 1.2 以下。其中所謂的 2 相之黏度比係定義為實際所欲實施的溫度條件下的脂肪族聚酯樹脂(A)溶液相之黏度/誘發相分離的樹脂(B)溶液相之黏度。

【0101】根據如以上所獲得的成為相分離狀態的條件，調製於相分離的聚合物溶液中添加了顏料(C)的溶液，將其混合而形成乳劑後，供給於製造含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子的步驟。

【0102】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，係於通常之反應槽實施聚合物溶液之調製、乳劑之形成、及粒子化步驟。

【0103】聚合物溶液之調製步驟，係將顯示相分離性的任意組成之脂肪族聚酯樹脂(A)、誘發相分離的樹脂(B)、及有機溶劑(C)、還有顏料(C)混合後，使脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)完全溶解於有機溶劑(D)，獲得混合有顏料(C)的相分離的聚合物溶液。

【0104】顏料(C)係於此階段被供給於反應系統並混合，以使其含於粒子中。此時，顏料(C)之混合量係較佳為作成相對於脂肪族聚酯樹脂(A)之質量的大於 1.5 質量%且 80 質量%以下。就最佳的顏料(C)之混合量上限而言，為 60 質量%以下。

【0105】又，較佳為於此階段混合脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1 倍以上至 2 倍以下之顏料(C)。

【0106】若更具體地例示，使脂肪族聚酯樹脂微粒子

中含有 5 質量%之顏料(C)的情形，較佳為混合時添加脂肪族聚酯樹脂之 5 質量%至 10 質量%之顏料(C)。

【0107】顏料(C)之添加量下限係更佳為微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.01 倍以上，再佳為微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.05 倍以上，特佳為微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.1 倍以上。又，顏料(C)之添加量上限係更佳為微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.9 倍以下，再佳為微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.8 倍以下，特佳為微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.6 倍以下，極佳為微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之低於 1.5 倍。

【0108】使含有顏料(C)的量有依存於混合時之添加量的傾向，若為此範圍，可控制性良好地使含有顏料(C)。

【0109】實施本步驟的溫度，係脂肪族聚酯樹脂(A)或誘發相分離的樹脂(B)溶解於有機溶劑(D)的溫度以上，其較佳溫度係依聚合物之種類而變化因而無法一意義規定，但由工業的實現性之觀點，較佳為 0℃～300℃。溫度範圍之下限，由脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)之溶解性之觀點，較佳為 40℃以上，更佳為 50℃以上，再佳為 70℃以上。又，溫度範圍之上限，較佳為 250℃以下，更佳為 200℃以下，再佳為 150℃以下。

【0110】於上述步驟所獲得的聚合物溶液係被攪拌混合，並實施乳劑形成。乳劑形成步驟之溫度，若為脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)溶解於有機溶劑(D)的溫度以上即可，並未特別限制，但由工業的實現性

之觀點，較佳為 $0^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ 。溫度範圍之下限，因適合的溫度會依脂肪族聚酯樹脂(A)和有機溶劑(D)之種類而變動，無法一意義地規定，但若為較脂肪族聚酯樹脂(A)析出的溫度高則未特別限制。

【0111】若具體舉例，乳劑形成步驟之溫度之下限，較佳為 40°C 以上，更佳為 50°C 以上，再佳為 70°C 以上。又，溫度範圍之上限，較佳為 250°C 以下，更佳為 200°C 以下，再佳為 150°C 以下。

【0112】乳劑形成步驟之壓力，由工業的實現性之觀點，為常壓至 100 氣壓(10.1MPa)之範圍。雖取決於乳劑形成步驟時之溫度中的聚合物溶液之飽和蒸汽壓，但就較佳上限而言，為 20 氣壓(2.0MPa)以下。

【0113】又，較佳下限係乳劑形成步驟時之溫度中的聚合物溶液飽和蒸氣壓以上。

【0114】為了獲得足夠的剪切力以形成乳劑，使用利用周知方法的攪拌即足夠，可使用利用攪拌槳的液相攪拌法、利用連續 2 軸混合機的攪拌法、利用均質機的混合法、超音波照射等。

【0115】利用攪拌槳的攪拌的情形，亦取決於攪拌槳的形狀，攪拌速度較佳為 $50\text{rpm} \sim 1,200\text{rpm}$ ，更佳為 $100\text{rpm} \sim 1,000\text{rpm}$ ，再佳為 $200\text{rpm} \sim 800\text{rpm}$ ，特佳為 $300\text{rpm} \sim 600\text{rpm}$ 。

【0116】就攪拌槳而言，可列舉螺旋槳型、槳型、平槳型、渦輪型、雙錐型、單錐型、單帶型、雙帶型、螺旋型、螺旋帶型等，但若對系統可施加充分剪切力即可，

並未特別限定於此等。又，爲了有效率地進行攪拌，可於槽內設置擋板等。

【0117】又，爲了使乳劑發生，未必需要攪拌機，亦可使用乳化機、分散機等之裝置。若具體例示，可列舉均質機(IKA 日本(股)公司製)、Polytron(KINEMATICA 公司製)、TK 均相混合機(autohomomixer)(特殊機化工業(股)公司製)等之批式乳化機、Ebara Milder(荏原製作所(股)公司製)、TK FILMIX、TK Pipeline homomixer(特殊機化工業(股)公司製)、Colloid mill(日本精機製作所(股)公司製)、脫粒機、Trigonal 濕式微粉碎機(NIPPON COKE & ENGINEERING(股)公司製)、超音波均質機、靜態混合器等。

【0118】如此獲得的乳劑係供給於接下來的使微粒子析出的微粒子化步驟。藉由使不良溶劑(E)與於前述步驟形成的乳劑接觸，而有含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子以因應乳劑液滴徑的直徑析出。

【0119】使接觸不良溶劑(E)時之反應槽內溫度，若爲脂肪族聚酯樹脂(A)及誘發相分離的樹脂(B)溶解於有機溶劑(D)的溫度以上則未特別限制，但由工業的實現性之觀點，較佳爲 0℃～300℃。溫度範圍之下限，因適合的溫度會依脂肪族聚酯樹脂(A)和有機溶劑(D)的種類而變動，無法一意義地規定，但若爲較脂肪族聚酯樹脂(A)析出的溫度高則未特別限制。若具體列舉，溫度範圍之下限係較佳爲 40℃ 以上，更佳爲 50℃ 以上，再佳爲 70℃ 以上。又，溫度範圍之上限係較佳爲 250℃ 以下，更佳

為 200℃ 以下，再佳為 150℃ 以下。

【0120】不良溶劑(E)與乳劑之接觸方法可為於不良溶劑(E)中置入乳劑的方法，亦可為於乳劑中置入不良溶劑(E)的方法，但較佳為於乳劑中置入不良溶劑(E)的方法。

【0121】此時，就投入不良溶劑(E)的方法而言，只要獲得本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子即可，未特別限制，可為連續滴下法、分割添加法及一次概括添加法。為了防止於不良溶劑(E)添加時乳劑凝集、熔解或合一導致獲得的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之粒徑分布變廣，或有超過 200 μ m 的塊狀物生成，較佳為連續滴下法或分割滴下法，為了工業上有效率地實施，最佳為連續滴下法。

【0122】就添加不良溶劑(E)的時間而言，較佳為 5 分鐘～50 小時。更佳為 10 分鐘～10 小時，再佳為 30 分鐘～5 小時，特佳為 1 小時～3 小時。於此時間之範圍內，藉由進行不良溶劑(E)之添加，於自乳劑析出含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之際，可抑制微粒子間之凝集，可獲得粒徑整齊的粒徑分布窄的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子。

【0123】因乳劑之狀態會依誘發相分離的樹脂(B)之分子量、及脂肪族聚酯樹脂(A)對有機溶劑(D)的溶解度而變化，故所添加的不良溶劑(E)之量的最適合量會變化，但相對於乳劑 100 質量份，通常較佳為 10 質量份至 1,000 質量份。就更佳的上限而言，為 500 質量份以下，

再佳為 300 質量份以下，特佳為 200 質量份以下，最佳為 100 質量份以下。又，添加的不良溶劑(E)量之較佳下限為 10 質量份以上，再佳為 50 質量份以上。

【0124】不良溶劑(E)與乳劑之接觸時間為微粒子析出所需的充分時間即可，為了引起充分的析出且獲得有效率的生產性，較佳為不良溶劑(E)添加結束後 5 分鐘～50 小時，更佳為 5 分鐘～10 小時，再佳為 10 分鐘～5 小時，特佳為 20 分鐘～4 小時，最佳為 30 分鐘～3 小時。

【0125】如此作成的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之分散液係利用過濾、減壓過濾、加壓過濾、離心分離、離心過濾、噴霧乾燥等之通常周知之方法進行固液分離，可回收含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子。

【0126】固液分離的微粒子，視需要藉由以溶劑等進行洗淨，進行附著或含有的雜質等之去除，並進行純化。

【0127】對於獲得的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之分散液，藉由例如減壓過濾進行固液分離時，微粒子固液分離後之濾液係較僅使用顏料(C)進行相同操作的濾液還透明。此係因為以本方法獲得的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子中，與聚合物微粒子分離的單獨狀態的顏料(C)的程度減少，顏料(C)大部分已與聚合物微粒子複合化的緣故。

【0128】此係因為將脂肪族聚酯樹脂(A)、誘發相分離的樹脂(B)、顏料(C)及有機溶劑(D)加以混合而作成聚合物溶液時，於相分離成為以脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且包含顏料(C)的溶液相、及以誘發相分離的樹脂(B)為

主成分的溶液相之 2 相的系統中，使乳劑形成後，使與脂肪族聚酯樹脂(A)之不良溶劑(E)接觸，藉此使含有顏料(C)的含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子析出，而可製造本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子的緣故。

【0129】於本方法，可實施將獲得微粒子之際進行的固液分離步驟中分離的有機溶劑(D)及誘發相分離的樹脂(B)加以再度利用的回收。

【0130】固液分離步驟中分離的溶劑為誘發相分離的樹脂(B)、有機溶劑(D)及不良溶劑(E)之混合物。藉由自此溶劑去除不良溶劑(E)，可作為乳劑形成用之溶劑而再利用。就去除不良溶劑(E)的方法而言，可使用周知之方法。具體而言，可列舉簡單蒸餾、減壓蒸餾、精密蒸餾、薄膜蒸餾、提取、膜分離等，但較佳為利用簡單蒸餾、減壓蒸餾或精密蒸餾的方法。

【0131】進行簡單蒸餾、減壓蒸餾等之蒸餾操作之際，與含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子製造時相同地對系統施加熱，有可能會促進誘發相分離的樹脂(B)或有機溶劑(D)之熱分解，因此較佳為儘可能於無氧的狀態下進行，更佳為於惰性環境下進行。具體而言，較佳於氮、氬或二氧化碳環境下實施。又，進行蒸餾操作之際，可添加酚系化合物作為抗氧化劑。

【0132】將溶劑等回收之際，較佳為儘可能去除不良溶劑(E)。具體而言，於不良溶劑(E)去除後之溶劑中，不良溶劑(E)之殘存量係相對於有機溶劑(D)及誘發相分離的樹脂(B)之合計量而言為 10 質量%以下，較佳為 5

質量%以下，更佳為3質量%以下，特佳為1質量%以下為宜。回收的溶劑中之不良溶劑(E)之量，可用氣相層析法、卡耳-費雪法(Karl Fischer's method)等周知之方法來測定。

【0133】於去除不良溶劑(E)的操作，實際上亦有損失有機溶劑(D)、誘發相分離的樹脂(B)的情形，因而將回收的溶劑加以再利用之際，較佳為適當重新調整組成。

【0134】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造所使用的顏料(C)之中，由可有效率地含有顏料(C)於樹脂中的觀點，較佳為有機顏料。

【0135】本發明之脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造所使用的脂肪族聚酯樹脂(A)之中，由可有效率地含有顏料(C)於脂肪族聚酯樹脂(A)中的觀點，較佳為聚乳酸。

【0136】如上所述，本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子係難以由先前技術取得之顏料(C)被包含於脂肪族聚酯樹脂(A)的著色微粒子，因而可減輕為歷來的課題之化妝品所含的顏料(C)造成的顏色轉移程度，且可實現容易卸妝，因而適合作為新穎的化妝品用添加劑，具體而言，非常適合於洗面乳、防曬劑、卸妝劑、化妝水、乳液、美容液、乳霜、冷霜、剃鬚後乳液、刮鬚皂、吸油紙、控油劑(matifiant agent)等之皮膚保養製品添加劑、粉底、蜜粉、水蜜粉、睫毛膏、蜜粉、油彩(grease paint)、眉筆、睫毛膏、眼線筆、眼影膏、眼影底霜、鼻影膏、口紅、亮澤劑、腮紅、御齒黑、指甲修護劑、護甲油等之化妝品或其改質劑、洗髮精、乾式洗髮精、護

髮乳、潤髮乳、洗潤洗髮乳、調理劑、養髮液、整髮料、髮油、髮膏劑、染髮劑等之頭髮護理製品之添加劑、香水、古龍水、除臭劑、嬰兒爽身粉、牙膏、漱口水、護脣膏、肥皂等之衛浴用製品之添加劑等。

【0137】本發明之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子係適合使用於作為例如各種塗料之光澤調節劑、消光修整材等之用途的添加劑或組件，除此之外，亦可使用於射出成形、微細加工等代表的成形加工用材料；各種成形加工時之增黏劑、成形尺寸安定化劑等之添加劑；呈分散液、塗液、塗料等之形態的塗膜、塗布用材料；呈粉體之流動性改良劑、潤滑劑、研磨劑及增黏劑用途；塑料薄膜、片材的滑動性提升劑、抗結塊劑、光澤調節劑及消光修整劑用途；塑料薄膜、片材、鏡片的光擴散材、表面硬度提升劑及韌性提升劑等之各種改質劑；各種印墨；色劑(toner)之光澤調節劑、消光修整材等之用途之添加劑；液晶顯示操作用間隔物用途；層析用填充劑；化學反應用觸媒及負載體；氣體吸附劑等之用途。尤其因顏料含於脂肪族聚酯樹脂中，故與將顏料與脂肪族聚酯樹脂乾式摻混的情形相比，可獲得顏料良好分散的成形加工品、薄膜等，且不易發生顏料的脫離所致的顏色的分離、脫色或顏色轉移，因而處理性優異。

[實施例]

【0138】以下，基於實施例說明本發明，但本發明並未被限定於此等例。

(1)平均粒徑之測定

含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之平均粒徑係使用掃描型電子顯微鏡(日本電子股份有限公司製之JSM-6301NF)來觀察該等，求得對隨機選擇的 100 個顏料等微粒子測量其直徑(粒徑)長度而得的算術平均值(即數量平均粒徑)作為平均粒徑。

【0139】具體而言，為了獲得可考慮到粒徑偏差的數量平均粒徑，於以掃描型電子顯微鏡取得的 1 個影像中照到 10 個以上且低於 100 個粒子的倍率的視野中，測量粒徑長度。接著，利用下述式針對 100 個微粒子之粒徑，求得其算術平均，而算出數量平均粒徑。又，於影像上粒子不為正圓形的情形(例如為如橢圓形的情形、形成了粒子不規則聚集的凝集體的情形)，測定其最長徑作為粒徑。

【0140】

$$D_n = \left(\sum_{i=1}^n R_i \right) / n$$

【0141】又， R_i ：粒子各個之粒徑； n ：測定數 100； D_n ：數量平均粒徑。

(2)粒徑分布指數

作為表示含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之粒徑分布程度的指標之粒徑分布指數 PDI ，係使用進行平均粒徑之算出時的粒徑測量長度結果，利用下式而算出。

【0142】

$$D_n = \left(\sum_{i=1}^n R_i \right) / n$$

$$D_v = \sum_{i=1}^n R_i^4 / \sum_{i=1}^n R_i^3$$

$$PDI = D_v / D_n$$

【0143】又， R_i ：粒子各個之粒徑； n ：測定數 100； D_n ：數量平均粒徑； D_v ：體積平均粒徑； PDI ：粒徑分布指數。

(3)真球度

含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之真球度係以掃描型電子顯微鏡，隨機選擇的粒子 30 個之真球度 S_i 之算術平均值，按照下述式算出。真球度 S_i 係各個之微粒子之短徑 a_i 、及與其垂直相交的長徑 b_i 之比，按照下述式算出。

【0144】

$$S_n = \left(\sum_{i=1}^n S_i \right) / n$$

$$S_i = a_i / b_i$$

【0145】又， S_n ：平均真球度； S_i ：粒子各個之真球度； a_i ：粒子各個之短徑； b_i ：粒子各個之長徑； n ：測定數 30。

(4)有機顏料含量評價方法

將脂肪族聚酯樹脂微粒子樣品溶解於 N-甲基吡咯啉酮(NMP)，自該溶液之 UV-VIS 吸光度與另外準備的有機顏料之標準樣品算出的校正線，而定量有機含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之含量。

使用機器：日本分光股份有限公司製 紫外可視紅外分光光度計 V-560

測定波長：449nm(Lithol Rubine BCA 之定量之情形)。

校正線樣品：調整 Lithol Rubine BCA 之各自 0.001 質量%、0.003 質量%、0.004 質量%、0.01 質量%之 NMP 溶液，使用於校正線。

【0146】測定樣品：測定樣品係於吸光度未超過 1 的範圍進行濃度調整。例如，若為實施例 1，對 4g 之 NMP，溶解 10mg 之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，自該溶液定量有機顏料含量。

(5)無機顏料含量評價方法

無機含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之含量，將脂肪族聚酯樹脂微粒子樣品 10mg 於熱重量分析使燃燒，自其殘渣定量含量。

使用機器：島津製作所股份有限公司製 島津自動示差熱・熱重量同時測定裝置 DTG-60

條件：30℃～500℃、10℃/min、氮氣環境下 100mL/min

(6)顏料溶出性試驗

於 20ml 之玻璃瓶中添加 10g 之水，將 50mg 之顏料

或含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子飄浮於其上，靜置 1 小時後，以下列基準，評價顏料之溶出性。

A：未觀察到顏料的溶出。

B：觀察到少量顏料的溶出。

C：觀察到多量顏料的溶出。

(7) 熔化焓、結晶化溫度之測定

使用示差掃描熱量計(TA Corporation 製、DSC)，氮氣環境下，以 20℃ /分鐘之升溫速度，測定至 200℃，自表示熔解熱容量的波峰面積算出。又，結晶化溫度，以上述裝置，於至 200℃ 為止的相同條件升溫後，以 1℃ /分鐘之降溫速度測定，將降溫結晶化溫度波峰的頂點溫度設為結晶化溫度。

(8) 重量平均分子量

(i) 脂肪族聚酯樹脂(A)之分子量測定

重量平均分子量係使用凝膠滲透層析術法，使與利用聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)的校正曲線對比，而算出分子量。

【0147】

裝置：Waters 公司製、LC 系統

管柱：昭和電工股份有限公司製、HFIP-806M×2 根

移動相：三氟乙酸鈉 10mmol/L 六氟異丙醇溶液

流速：1.0mL/min

檢出：示差折射計

管柱溫度：30℃

(ii) 樹脂(B)之分子量測定

重量平均分子量係使用凝膠滲透層析術法，使與利用聚乙二醇的校正曲線對比，而算出分子量。

【0148】

裝置：島津製作所股份有限公司製、LC-10A 系統

管柱：昭和電工股份有限公司製、GF-7MHQ ×2 根

移動相：10mmol/L 溴化鋰水溶液

流速：1.0mL/min

檢出：示差折射計

管柱溫度：40℃

【0149】

(9)體密度之測定方法

於 10mL 之量筒，秤量顏料或含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子 1.0g，使量筒自 2cm 的高度自由落下 10 次，讀取其體積至 1/10 刻度，求得體密度(g/mL)。

【0150】

(10)分散性評價方法

於 20mL 之玻璃瓶中添加 10g 之水，將 10mg 之顏料或含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子漂浮於其上，實施超音波照射 1 分鐘後，以下列之基準，評價顏料或含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之分散性。

A：於玻璃壁面及底部未觀察到凝集物。

B：於玻璃壁面及底部觀察到少量之凝集物。

C：於玻璃壁面及底部觀察到多量之凝集物。

【0151】

(11)顯色性評價方法

以下列之基準，評價顏料或含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之顯色性。

A：觀察到與顏料相同程度的色調。

B：與顏料相比，色調稍差。

C：與顏料相比，色調明顯較差。

【0152】

(實施例 1)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、Mw(PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 $23.14(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$)28g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0~6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號，於分子內含有偶氮基者)0.56g，於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。由於將實施例 1 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成 1.55 質量%，因而上述顏料重量 0.56g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 2 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.29 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，

獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 $16.7\mu\text{m}$ 、體積平均粒徑 $20.6\mu\text{m}$ 、粒徑分布指數 (PDI) 1.23、真球度 95.5、體密度 0.52g/mL 。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，含有 1.55 質量%之有機顏料。分散性評價之結果，於玻璃壁面及底部未觀察到凝集物，具有優異的分散性。顯色性評價之結果，與有機顏料相比，色調稍差，但具有充分顯色性。有機顏料之溶出性試驗之結果，未觀察到溶出，溶出抑制性優異。

【0153】

(實施例 2)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸 (D 體含量 12%、 M_w (PMMA 換算) 15 萬、熔化焓 = 0J/g 、SP 值 $23.14(\text{J/cm}^3)^{1/2}$) 28g、羥基丙基纖維素 (黏度規格值 $3.0 \sim 6.0\text{mPa} \cdot \text{s}$ (2%水溶液、 20°C) 品、東京化成股份有限公司製) 28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA (紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者) 1.40g，於 350rpm 之攪拌下，於 90°C 使加熱溶解 2h。由於將實施例 2 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料 (C) 含量作成 4.56 質量%，因而上述顏料重量 1.40g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 5 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料 (C) 含量之 1.10 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50°C ，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶液 350g (滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙 (5C) 並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒

瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 12.1 μm 、體積平均粒徑 14.1 μm 、粒徑分布指數(PDI)1.17、真球度 93.2、體密度 0.46g/mL。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，含有 4.56 質量%之有機顏料。分散性評價之結果，於玻璃壁面及底部未觀察到凝集物，具有優異的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與有機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。有機顏料之溶出性試驗之結果，未觀察到顏料的溶出，具有優異的溶出抑制性。

【0154】

(實施例 3)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、 M_w (PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 23.14(J/cm³)^{1/2}、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0 ~ 6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)2.80g，於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。由於將實施例 3 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成 8.08 質量%，因此上述顏料重量 2.80g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 10 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.24 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min

滴加 50 重量 % 乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 11.0 μ m、體積平均粒徑 12.6 μ m、粒徑分布指數(PDI)1.15、真球度 88.4、體密度 0.36g/mL。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，含有 8.08 質量 % 之有機顏料。分散性評價之結果，雖於玻璃壁面及底部觀察到少量之凝集物，但具有充分的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與有機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。有機顏料之溶出性試驗之結果，雖觀察到少量顏料的溶出，但具有充分的溶出抑制性。

【0155】

(實施例 4)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、Mw(PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 23.14(J/cm³)^{1/2})28g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0 ~ 6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)5.60g，於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。因將實施例 4 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)

含量作成 15.6 質量%，故上述顏料重量 5.60g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 20 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.28 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 10.1 μ m、體積平均粒徑 11.4 μ m、粒徑分布指數(PDI)1.13、真球度 77.3、體密度 0.37g/mL。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，含有 15.6 質量%之有機顏料。分散性評價之結果，雖於玻璃壁面及底部觀察到少量之凝集物，但具有充分的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與有機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。有機顏料之溶出性試驗之結果，雖觀察到少量顏料的溶出，但具有充分的溶出抑制性。

【0156】

(實施例 5)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、Mw(PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 23.14 (J/cm³)^{1/2})28g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0 ~ 6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司

製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)4.20g，於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。因將實施例 5 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成 10.5 質量%，故上述顏料重量 4.20g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 15 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.43 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 11.1 μ m、體積平均粒徑 14.0 μ m、粒徑分布指數(PDI)1.26、真球度 82.7、體密度 0.36g/mL。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，含有 10.5 質量%之有機顏料。分散性評價之結果，於玻璃壁面及底部雖觀察到少量之凝集物，但具有充分的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與有機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。有機顏料之溶出性試驗之結果，雖觀察到少量顏料的溶出，但具有充分的溶出抑制性。

【0157】

(實施例 6)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、 M_w (PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 23.14 (J/cm^3)^{1/2})28g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0 ~ 6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)8.40g，於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。因將實施例 6 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成 20.5 質量%，故上述顏料重量 8.40g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 30 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.46 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 9.2 μ m、體積平均粒徑 11.9 μ m、粒徑分布指數(PDI)1.29、真球度 77.4、體密度 0.37g/mL。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，含有 20.5 質量%之有機顏料。分散性評價之結果，於玻璃壁面及底部雖觀察到少量的凝集物，但具有充分的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與有機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。有機

顏料之溶出性試驗之結果，雖觀察到少量顏料的溶出，但具有充分的溶出抑制性。

【0158】

(實施例 7)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、Mw(PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 23.14 (J/cm³)^{1/2})28g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0 ~ 6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)11.20g，於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。因將實施例 7 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成 24.5 質量%，故上述顏料重量 11.20g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 40 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.63 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 8.4μm、體積平均粒徑 9.9μm、粒徑分布指數(PDI)1.18、真球度 75.1、體密度 0.36g/mL。有機顏料之含有率以

UV-VIS 評價的結果，含有 24.5 質量 % 之有機顏料。分散性評價之結果，於玻璃壁面及底部雖觀察到少量的凝集物，但具有充分的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與有機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。有機顏料之溶出性試驗之結果，雖觀察到少量顏料的溶出，但具有充分的溶出抑制性。

【0159】

(實施例 8)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、Mw(PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 23.14 (J/cm^3)^{1/2})28g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0 ~ 6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)14.00g，於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。因將實施例 8 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成 30.1 質量%，故上述顏料重量 14.00g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 50 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.66 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量 % 乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的

濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 7.1 μm 、體積平均粒徑 9.7 μm 、粒徑分布指數(PDI)1.37、真球度 75.3、體密度 0.36g/mL。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，含有 30.1 質量%之有機顏料。分散性評價之結果，於玻璃壁面及底部雖觀察到少量的凝集物，但具有充分的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與有機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。有機顏料之溶出性試驗之結果，雖觀察到少量顏料的溶出，但具有充分的溶出抑制性。

【0160】

(實施例 9)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚〔3-羥基丁酸酯-co-3-羥基己酸酯〕(PHBH、Aonilex X131A Kaneka(股)製、Mw(PMMA 換算)45 萬、熔化焓 26.70J/g)24.5g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0~6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)17.5g、乙醯乙酸乙酯 308g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)2.45g，於 350rpm 的攪拌下，於 120℃ 加熱溶解 2h。因將實施例 9 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成質量 8.1%，故上述顏料重量 2.45g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 10 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.23 倍混合。確認無溶解殘留，降溫至 60℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶

液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨棄上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5B)，減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。將獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下加熱真空乾燥進行 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的 PHBH 微粒子。平均粒徑為 10.2 μ m、體積平均粒徑 13.7 μ m、粒徑分布指數(PDI)1.35、真球度 71.3、體密度 0.30g/mL。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，含有 9.0 質量%之有機顏料。分散性評價之結果，雖觀察到於玻璃壁面及底部有少量的凝集物，但具有充分的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與有機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。有機顏料之溶出性試驗之結果，雖觀察到少量顏料的溶出，但具有充分的溶出抑制性。

【0161】

(實施例 10)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、Mw(PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 23.14 (J/cm³)^{1/2})28g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0 ~ 6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為無機顏料之二氧化鈦 8.40g，於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。因將實施例 10 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成 2.0 質量%，故上述顏料重量 8.40g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 30 質量%，因此，成為脂肪族

聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 15.0 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的白色粉末移至 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。將獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下加熱真空乾燥進行 12 小時，獲得目的之無機顏料含有聚乳酸微粒子。平均粒徑為 22.3 μ m、體積平均粒徑 24.7 μ m、粒徑分布指數(PDI)1.11、真球度 97.3、體密度 0.64g/mL。無機顏料之含有率以 TGA 評價的結果，含有 2.0 質量%之無機顏料。分散性評價之結果，雖觀察到於玻璃壁面及底部有少量的凝集物，但具有充分的分散性。顯色性評價之結果，觀察到與無機顏料相同程度的色調，具有優異的顯色性。無機顏料之溶出性試驗之結果，雖觀察到少量顏料的溶出，但具有充分的溶出抑制性。

【0162】

(比較例 1)

於 1L 可分離的燒瓶中置入聚乳酸(D 體含量 12%、Mw(PMMA 換算)15 萬、熔化焓 = 0J/g、SP 值 23.14 (J/cm³)^{1/2})28g、羥基丙基纖維素(黏度規格值 3.0 ~ 6.0mPa·s(2%水溶液、20℃)品、東京化成股份有限公司製)28g、乙醯乙酸乙酯 294g 及作為有機顏料之 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)0.28g，

於 350rpm 之攪拌下，於 90℃ 使加熱溶解 2h。因將比較例 1 中的脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量作成 0.58 質量%，故上述顏料重量 0.28g 係相當於脂肪族聚酯樹脂之 1 質量%，因此，成為脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.72 倍混合。確認無溶解殘餘，降溫至 50℃，30min 後，以 2.92mL/min 滴加 50 重量%乙醇水溶液 350g(滴下時間 2h)。粒子化後靜置一晚，捨去上清液而以乙醇置換後，使用桐山濾紙(5C)並減壓過濾。將獲得的紅色粉末移入 300mL 茄型燒瓶，添加 200g 之離子交換水後於 50℃，磁氣攪拌 30min。重複本操作 3 次，去除雜質。獲得的濕潤狀態之粒子於 80℃ 下進行加熱真空乾燥 12 小時，獲得目的之含有有機顏料的聚乳酸微粒子。平均粒徑為 13.9 μ m、體積平均粒徑 17.1 μ m、粒徑分布指數(PDI)1.23、真球度 94.6、體密度 0.53g/mL。有機顏料之含有率以 UV-VIS 評價的結果，僅含有 0.58 質量%之有機顏料。分散性評價之結果，於玻璃壁面及底部未觀察到凝集物，具有優異的分散性。顯色性評價之結果，與有機顏料比較，色調顯著不佳，顯色性不充分。有機顏料之溶出性試驗之結果，未觀察到溶出，具有優異的溶出抑制性。

【0163】

(比較例 2)

評價為有機顏料的 Lithol Rubine BCA(紅色 202 號、於分子內含有偶氮基者)。此情形之有機顏料之含有率為 100%，體密度為 0.26g/mL。分散性評價之結果，

於玻璃壁面及底部觀察到多量之凝集物，分散性不充分。有機顏料之溶出性試驗之結果，觀察到多量顏料之溶出，溶出抑制性不充分。整理以上之結果而示於表 1。

【0164】[表 1]

	顏料混合量 (wt%)	顏料含有率 (%)	平均粒徑 D _a (μm)	體積平均粒徑 D _v (μm)	粒度分布指數 PDI	平均真球度 S _n	體密度 (g/mL)	分散性	顯色性	溶出性
實施例 1	2	1.55	16.7	20.6	1.23	95.5	0.52	A	B	A
實施例 2	5	4.56	12.1	14.1	1.17	93.2	0.46	A	A	A
實施例 3	10	8.08	11.0	12.6	1.15	88.4	0.36	B	A	B
實施例 4	20	15.6	10.1	11.4	1.13	77.3	0.37	B	A	B
實施例 5	15	10.5	11.1	14.0	1.26	82.7	0.36	B	A	B
實施例 6	30	20.5	9.2	11.9	1.29	77.4	0.37	B	A	B
實施例 7	40	24.5	8.4	9.9	1.18	75.1	0.36	B	A	B
實施例 8	50	30.1	7.1	9.7	1.37	75.3	0.36	B	A	B
實施例 9	10	8.1	10.2	13.7	1.34	71.3	0.30	B	A	B
實施例 10	30	2.0	22.3	24.7	1.11	97.3	0.64	B	A	B
比較例 1	1	0.58	13.9	17.1	1.23	94.6	0.53	A	C	A
比較例 2	-	100	-	-	-	-	0.26	C	A	C

[產業上之可利用性]

【0165】依據本發明，因將顯色性高的顏料以透明性高的脂肪族聚酯樹脂被覆，故可提供使顏料之流動性、分散性等之處理性提升，在維持顏料本身具有的顯色性的同時，可減輕對皮膚的顏色轉移的程度，容易卸妝，安全性高的有用材料。

【符號說明】

無。

發明摘要

【發明名稱】(中文/英文)

含有顏料之脂肪族聚酯微粒子、其製造方法及化妝品

【中文】

一種顏料(C)之含量為 1.5 質量%以上 40 質量%以下且平均粒徑為 $1\mu\text{m}$ 以上且低於 $100\mu\text{m}$ 之新穎之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其係藉由下述而獲得：將選自包含由脂肪族羧基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯、及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯樹脂(A)、屬不同於脂肪族聚酯樹脂的樹脂且誘發相分離的樹脂(B)、顏料(C)及有機溶劑(D)加以混合而作成聚合物溶液時，於相分離成為以脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且包含顏料的溶液相、及以前述樹脂(B)為主成分的溶液相之 2 相的系統中，使乳劑形成後，使接觸脂肪族聚酯樹脂(A)的不良溶劑(E)，藉此使含有顏料(C)的脂肪族聚酯樹脂微粒子析出。

提供一種作為顯色性高的色材之新穎聚合物微粒子，其可使顏料之流動性、分散性等之處理性提升，使用作為化妝品添加劑時，容易卸妝，且不易對皮膚顏色轉移。

【英文】

無。

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無。

申請專利範圍

- 1.一種含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其係含有顏料(C)的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其中，脂肪族聚酯(A)係選自包含由脂肪族羧基羧酸所獲得的脂肪族聚酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯、及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯樹脂，以前述微粒子作為基準，顏料(C)之含量為 1.5 質量%以上 40 質量%以下，前述微粒子之平均粒徑為 $1\mu\text{m}$ 以上且低於 $100\mu\text{m}$ 。
- 2.如請求項 1 之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其中前述微粒子之粒徑分布指數為 1 至 3。
- 3.如請求項 1 或 2 之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其中顏料(C)為有機顏料。
- 4.如請求項 1 至 3 中任一項之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其中顏料(C)為偶氮系顏料。
- 5.如請求項 1 至 4 中任一項之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其中構成前述微粒子的脂肪族聚酯樹脂(A)之結晶熔解熱容量為 30J/g 以下。
- 6.如請求項 1 至 5 中任一項之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其中體密度為 0.30g/mL 以上 1.0g/mL 以下。
- 7.如請求項 1 至 6 中任一項之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子，其中前述脂肪族聚酯樹脂(A)為聚乳酸系樹脂。
- 8.一種含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，其係將選自包含由脂肪族羧基羧酸所獲得的脂肪族聚

酯、由脂肪族二羧酸及/或其酯形成性衍生物與脂肪族二醇所獲得的脂肪族聚酯、及由內酯所獲得的脂肪族聚酯的群組的脂肪族聚酯樹脂(A)、屬不同於脂肪族聚酯樹脂(A)的樹脂且誘發相分離的樹脂(B)、顏料(C)及有機溶劑(D)加以混合而作成聚合物溶液時，於相分離成為以脂肪族聚酯樹脂(A)為主成分且含有顏料(C)的溶液相、及以前述樹脂(B)為主成分的溶液相之 2 相的系統中，使形成乳劑後，使接觸脂肪族聚酯樹脂(A)的不良溶劑(E)，藉此使含有顏料(C)的脂肪族聚酯樹脂微粒子析出。

- 9.如請求項 8 之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，其混合相對於脂肪族聚酯樹脂(A)之質量之超過 1.5 質量%且 80 質量%以下之顏料(C)。
- 10.請求項 8 或 9 之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，其混合脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1 倍以上至低於 2 倍的顏料(C)。
- 11.如請求項 8 或 9 之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，其混合脂肪族聚酯樹脂微粒子中之所冀望的顏料(C)含量之 1.1 倍以上至低於 1.5 倍的顏料(C)。
- 12.如請求項 8 至 11 中任一項之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，其中不良溶劑為選自乙醇、水、及乙醇水溶液的任一者。
- 13.如請求項 8 至 12 中任一項之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，其中顏料(C)為有機顏料。

- 14.如請求項 8 至 13 中任一項之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子之製造方法，其中前述脂肪族聚酯樹脂(A)爲聚乳酸系樹脂。
- 15.一種化妝品，其使用如請求項 1 至 7 中任一項之含有顏料的脂肪族聚酯樹脂微粒子。