

(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁵

A61K 7/02

A61K 7/48

(45) 공고일자 1991년 10월 28일

(11) 공고번호 91-009047

(21) 출원번호

특 1985-0000710

(65) 공개번호

특 1985-0005774

(22) 출원일자

1985년 02월 05일

(43) 공개일자

1985년 09월 26일

(30) 우선권주장

19769/1984 1984년 02월 06일 일본(JP)

(71) 출원인

가오셋肯 가부시끼가이샤 마루따 요시로우

일본국 도오쿄 쭈오꾸 니혼바시까야바쵸 1-14-10

(72) 발명자

후까사와 유니찌

일본국 가나가와肯 요꼬하마시 고우난구 노바마찌 4-16

가또 하루야

일본국 씨바肯 후나바시시 고우야다이 1-1-3

이와야 가즈마사

일본국 도찌기肯 오야마시 요또우 3-1-6

시미주 다까꼬

일본국 도오쿄 가즈시까꾸 히가시요쭈기 2-16-2

가와노 아쓰시

일본국 씨바肯 사꾸라시 나까시주 1-26-5

(74) 대리인

이병호

신사관 : 김의박 (책자공보 제2549호)(54) 알킬포스페이트 함유 화장품 조성물**요약**

내용 없음.

대표도**도1****명세서**

[발명의 명칭]

알킬포스페이트 함유 화장품 조성물

[도면의 간단한 설명]

도면은 디세틸포스페이트-피복한 세리사이트, 처리하지 않은 세리사이트, 및 메틸수소 폴리실록산-피복한 세리사이트를 사용한 분말 화운데이션의 관능평가 결과를 나타내는 도이다.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 다음 일반식(I)의 알킬포스페이트를 함유하는 화장품 조성물에 관한 것이다.



상기식에서 R_1 및 R_2 는 독립적으로 수소원자, 탄소수 1 내지 36의 알킬 그룹이고 R_3 는 탄소수 1 내지 36의 알킬 그룹이다.

본 발명은 화장품에 관한 것이며, 특히 알킬포스페이트, 및 화장품 특성이 발수성(撥水性)이고 쉽게 파괴되지 않으며 유연성이 개선되어 피부에 쉽게 퍼지는 화장품용 분말을 함유하는 화장품에 관한 것이다.

현재, 화운데이션, 화장용 파우더, 루즈, 아이섀도우, 아이브라우 등과 같은 메이컵 화장품, 및 바

디파우더, 베이비파우더 등과 같은 바디 화장품을 포함하는 다수의 분말 화장품이 시판되고 있다. 이러한 화장품에 사용되는 분말은 체질안료(loading pigment), 착색안료 및 이들의 혼합안료를 포함하는 세 그룹으로 대분할 수 있다. 이들 안료중 체질안료 및 체질안료와 착색안료와의 혼합안료는 비교적 다양으로 사용된다. 따라서 이들 안료의 분말 효능은 각 화장품의 효능에 큰 영향을 미친다.

분말을 함유하는 화장품에 중요한 화장품의 효능은 피부에의 퍼짐성, 평활성, 부착성 등이다. 메이컵 화장품의 경우, 화장품 파괴성이 더 포함된다.

이러한 화장품의 효능을 개선하기 위해, 화장품용 분말을 가한 다음 거기에 고지방산, 고가 알콜, 지방산 에스테르, 금속비누(metallic soap) 등을 피복하는 것이 통상적이다. 메이컵 화장품에 있어서, 높은 발수성을 가진 실리콘을 분말에 사용하여 분말이 물에 젖지 않도록 함으로써 화장품 파괴를 방지하고, 또한 이들 분말을 함수(water-containing)형 및 무수형 화장품에 사용할 수 있게 한 방법(일本国 공개공보 제54-14528호)을 포함하는 여러가지 방법이 제안되어 왔다. 다른 방법(일本国 공개공보 제55-36212호)은 그 표면상에 다른 오일을 함유하거나 함유하지 않은 실리콘 오일로 처리한(베이킹한) 분말을 사용하는 방법이다.

그러나, 이러한 공지의 방법은 아직 결점이 있으며 만족스럽지 못하다. 특히 고지방산, 고가 알콜, 지방산 에스테르 및 금속비누를 사용하여 표면을 피복시키는 방법은, 분말을 함유하는 화장품에 사용되는 분말 물질인 점토 광물이 발수성을 제공하지 못하므로 불리하다. 예를 들어, 함수 또는 무수 형태의 압착한 메이컵 화장품의 경우, 수분을 함유하는 스폰지나 퍼프로 화장품 표면을 문지르면서 사용할 때, 응결을 초래하는 "광택"이 생긴다. 한편, 실리콘을 가해, 예를 들어 압착한 메이컵 화장품을 제조하는 경우, 분말 자체가 매우 거칠게 느껴지는 부수적인 불리점으로, 압축압을 증가시키더라도 성형하기 어렵다.

본 발명자들은 상기의 불리점이 없고 화장효능이 우수한 분말-함유 화장품을 제조하는 데 연구를 집중하여 왔다. 그 결과, 특정 형태의 알킬포스페이트 및 화장품용 분말을 가한 화장품이 높은 발수성을 가지며 거칠지 않음을 발견했다. 따라서, 이러한 화장품은 피부에 대한 매끄러움과 유연성이 현저하게 증가되며 압착 성형할 경우 우수한 형태 보존성을 가진다. 본 발명은 상기 발견을 기초하여 달성한 것이다. 일반식(I)의 알킬포스페이트는 공지 화합물이다. R_1 내지 R_3 로 나타낸 알킬 그룹은 각기 포화되거나 불포화될 수 있고 직쇄 또는 측쇄일 수 있다. 알킬 그룹의 특정 예로는 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 아밀, 헥실, 헤틸, 옥틸, 노닐, 데실, 라우릴, 마이리스틸, 세틸, 스테아릴, 베헤닐 등과 같은 포화 알킬 그룹, 및 에테닐, 프로페닐, 부테닐, 펜테닐, 헥세닐, 옥테닐, 노네닐, 데시닐, 올레일, 에이코시닐 등과 같은 불포화 알킬 그룹을 들 수 있다. 이들 알킬포스페이트중, 다음 일반식(II)의 디알킬 포스페이트가 바람직하다:



상기식에서 R_4 및 R_5 는 독립적으로 탄소수 14 내지 22의 직쇄 알킬 그룹이다.

화장품용 분말은 이러한 용도로 통상 사용되는 분말일 수 있고 예를 들면 탈크, 절토 광물(예. 세리사이트, 운모, 카올린, 일라이트, 석고, 벤토나이트 등)과 같은 무기 체질안료, 나일론, 폴리에틸렌, 실크 분말 등과 같은 유기 체질안료, 산화 티타늄, 산화 아연, 군청, 산화 크롬, 산화 철 등과 같은 무기 안료, 유기 타-르 안료, 레이크 등과 같은 유기 안료, 및 이산화 티타늄-피복된 운모, 산화철-피복된 운모 등과 같은 혼합안료이다. 이들 분말은 단독으로 사용하거나 병용할 수 있다. 이들 화장품용 분말은 탈크, AI원자를 함유하는 절토 광물, 이산화 티타늄-피복된 운모, 산화철-피복된 운모 등은 바디 화장품으로 사용될 경우 바람직하다.

화장품을 제조하기 위해, 헨셀 혼합기, 나우타 혼합기, 리본 혼합기 또는 모터를 사용하여 다른 임의 성분과 혼합할 수 있다. 발수성을 더 개선하기 위해, 우선 화장품용 분말 및 알킬포스페이트가 예를 들어 포터내에서 완전히 상용(相溶)되도록 한 다음 다른 성분과 혼합하는 것이 바람직하다.

알킬포스페이트를 가열 조건하에서 벤젠, 툴루엔, 아세톤 등과 같은 유기용매에 용해시키고, 여기에 화장품용 분말을 가하고 교반하는 것도 바람직하다. 그 다음, 각 입자상에 알킬포스페이트 피막이 형성되도록 용매를 증류 제거한다. 피복된 입자를 다른 성분과 혼합한다.

혼합온도는 20 내지 90°C, 바람직하게는 40 내지 80°C이다. 유기용매의 양은 중량비로 무기분말의 0.3 내지 30배, 바람직하게는 0.5 내지 10배이다. 혼합시간은 처리량, 무기분말의 종류 등에 따라 다르나, 일반적으로 1 내지 15시간, 바람직하게는 2 내지 10시간이다.

피복한 후, 분말이 알킬포스페이트와 상용되도록 알킬포스페이트의 용점보다 높은 온도로 가열할 수 있음을 주지한다. 유기용매에 용해된 알킬포스페이트로 피복하기 전에 화장품용 분말을 다음과 같이 전처리할 수 있다. 분말이 건조되도록 분말을 감압하 110°C에서 30분 내지 80시간동안 소성시키면 피복한 후의 발수성이 많이 증가된다. 피복 처리함에 있어서 두 가지 형태이상의 화장품 분말을 동시에 사용할 수 있다. 본 발명 효과를 방해하지 않는 량 범위내에서 실리콘, 고지방산, 고가 알콜, 에스테르 및 왁스와 같은 다른 공지의 피복물질을 피복용으로 사용할 수 있다.

본 발명을 실행함에 있어서, 알킬포스페이트의 양은 형태에 따라 다르며 통상적으로 화장품용 분말의 0.1 내지 50중량%(이하에서는 간단히 %로 표시함), 바람직하게는 2 내지 20% 범위이다. 알킬포스페이트가 너무 소량인 경우, 발수성이 만족스럽지 못한 반면, 너무 과량 사용하면 체질안료, 자체의 퍼짐성(spreadability)이 소실된다.

본 발명의 화장품은 화운데이션, 루즈, 아이샤도우, 아이브라우 등과 같은 메이컵 화장품 및 바디파우더, 베이비파우더 등과 같은 바디 화장품을 포함한다. 이러한 화장품을 제조하기 위해 화장품용

분말외에 고지방산, 고가알콜, 왁스, 에스테르, 탄화수소, 실리콘 등과 같은 오일을 더 사용할 수 있다. 필요한 경우, 방부제, 산화방지제, 향세리사이트, 수령제 등을 사용할 수도 있다. 아이샤도우, 루즈 및 유사화장품의 경우, 체질안료를 사용할 수 있다. 그러나 우수한 발수성을 가진 화장품을 제조하기 위해서는 체질안료 뿐만 아니라 산화 티타늄, 산화 아연, 군청, 산화 크롬, 산화 철과 같은 착색 안료 및 유기 타르 안료를 피복하는 것이 바람직하다.

이렇게 제조한 본 발명 화장품은 알킬포스페이트에 의해 발수성이 제공되고 피부에 잘 퍼지고 부드러우며 매끄러울뿐 아니라 땀 및 물에 대해서도 강하다. 화장품을 화운데이션, 아이샤도우, 루즈 등과 같은 분말성 메이컵 화장품으로 압착할 경우 본 발명의 화장품 조성물은 피부에 대한 화장품의 퍼짐성이 파괴되지 않으면서 목적하는 형태를 쉽게 압착 성형된다.

본 발명을 하기의 실시예로 상세히 설명한다.

[실시예 1]

탈크(탈크 JA 46R : 아사다 세이풀 회사에서 제조)를 화장품용 분말로 사용하고 발수성을 측정하기 위해 여러가지 알킬포스페이트와 혼합하거나 알킬포스페이트로 피복한다.

혼합방법 : 알킬포스페이트 0.1 내지 2g 및 탈크 10g를 자동 모터(자동 모터 모델 NMW 200W, Nitto Co., Ltd.)내에서 30분 내지 4시간동안 혼합한다.

피복방법 : 알킬포스페이트 0.1 내지 2g 및 헥산 100mg를 300밀리리터들이 가지형 플라스크에 넣고 50°C에서 약 20분동안 교반한다. 그 다음 탈크 10g를 가하고 가지형 플라스크를 회전 증발기로 흡인 하지 않고서 약 30분간 회전시킨 다음 수류 흡인기로 흡인하면서 60°C에서 헥산을 증류 제거한다. 생성된 분말을 감압하에 50°C에서 일야 건조시켜 헥산을 완전히 제거한다.

이렇게 제조한 분말 약 0.05g을 30mI들이 비이커중의 물 15mI에 부유시킨 다음 이를 진탕하여 분말이 물에 분사되는 것을 육안으로 관찰한다. 대조용으로 처리하지 않은 탈크를 사용하여 상기 과정을 반복한다.

다음과 같이 평가한다.

0: 분말이 물에 즉시 분산된다.

1 : 비이커를 진탕할 때 30초 내에 거의 모든 분말이 물에 분산된다.

2 : 비이커를 진탕할 경우, 물이 30초후에 탁해지나 부유 분말도 관찰된다.

3 : 비이커를 진탕할 경우, 물이 1분후에 탁해지나 물위에 부유하는 분말이 비교적 다량이라고 생각된다.

4 : 비이커를 진탕할 경우, 물이 1분후에도 탁해지지 않고 물에 분산된 분말도 없다고 생각된다.

5 : 비이커를 1분이상 진탕할 경우, 물에 분산된 분말이 없다.

그 결과를 하기 표 1에 나타낸다.

[표 1]

알킬포스페이트	피복법		혼합법	
	처리량(중량%)	발수성	처리량(중량%)	발수성
대조용				
처리하지 않은 생성물	-	1	-	1
발명 생성물				
디옥틸포스페이트	2	2	2	1-2
디옥틸포스페이트	5	3	5	1-2
디라우릴포스페이트	2	3	2	2
디라우릴포스페이트	5	3-4	5	2
디세틸포스페이트	2	3-4	2	2
디세틸포스페이트	5	4-5	5	2
디세틸포스페이트	10	5	10	2
디세틸포스페이트	20	5	20	2
디스테아릴포스페이트	2	3-4	2	2
디스테아릴포스페이트	5	5	5	2
디베헤닐포스페이트	2	4	2	2
디베헤닐포스페이트	5	5	5	2
디올레일포스페이트	2	4	2	2
디올레일포스페이트	5	5	5	2
모노스테아릴포스페이트	5	2	5	1-2
트리스테아릴포스페이트	5	3	5	1-2

[실시예 2]

세리사이트(세리사이트 SP : 호리 가고 주식회사 제품)를 화장품용 분말로 사용한다. 세리사이트를 감압하, 110°C에서 일야 건조시킨 후 실시예 1과 동일한 방법으로 여러가지 알킬포스페이트와 혼합하거나 피복한다. 생성된 분말을 실시예 1 방법에 따라 발수성을 측정하기 위해 시험한다. 또한 분말의 형태보존성에 대한 지수인 각 분말의 결합력을, 분말 2g을 200kg/cm^2 의 압력하에서 직경 2cm의 정제로 성형하고 레오미터(푸도 회사제품)를 사용하여 압착하는 방법으로 측정하여 정제를 파괴하는데 필요한 힘(kg)을 정한다. 분말의 평활성에 대한 지수인 마모에 대한 저항도(마찰인수)는 표면검사기 HEIDON-14(신도 사이언스 회사제품)를 사용하여 측정한다.

각 알킬포스페이트의 양은 분말의 10%이다. 대조용으로 처리하지 않은 세리사이트를 사용한다. 그 결과를 표 2에 수록한다.

[표 2]

알킬포스페이트	피복법			혼합법		
	발수성	결합력	마찰인수	발수성	결합력	마찰인수
처리하지 않은 대조용	0	0.62Kg	1.7×10^{-2}	0	0.62Kg	1.7×10^{-2}
발명 생성물						
디라우릴포스페이트	4	1.27Kg	1.2×10^{-2}	1	1.10Kg	1.2×10^{-2}
디세틸포스페이트	5	1.44Kg	1.0×10^{-2}	1	1.37Kg	1.1×10^{-2}
디스테아릴포스페이트	5	1.52Kg	1.1×10^{-2}	1	1.41Kg	1.2×10^{-2}
모노스테아릴포스페이트	2	1.20Kg	1.0×10^{-2}	1	1.15Kg	1.1×10^{-2}
트리스테아릴포스페이트	3	1.53Kg	1.2×10^{-2}	1	1.44Kg	1.2×10^{-2}

[실시예 3]

세리사이트(세리사이트 SL : 호리 가고 주식회사 제품) 10g을 실시예 1과 동일한 방법으로 알킬포스페이트 또는 오일 1g으로 피복하고 생성된 분말의 발수성 및 마모저항을 측정한다. 그 결과를 표 3에 나타낸다.

[표 3]

발명 생성물			대조 생성물		
피복 물질	발수성	마찰인수	피복 물질	발수성	마찰인수
디라우릴포스페이트	4	1.2×10^{-2}	라우르산	2	1.4×10^{-2}
디세틸포스페이트	5	1.0×10^{-2}	팔미트산	2	1.4×10^{-2}
디스테아릴포스페이트	5	1.1×10^{-2}	스테아르산	2	1.4×10^{-2}
			파라핀 왁스 140°F	1-2	1.8×10^{-2}
			라놀린 지방산	3	1.6×10^{-2}
			칸델리라 왁스	3-4	1.6×10^{-2}

따라서 통상의 오일과는 달리, 알킬포스페이트는 대단히 특이한 발수성 및 평활성을 분말 화장품에 제공해 줄 수 있다.

[실시예 4]

실시예 1과 동일한 방법으로 7%의 디스테아릴포스페이트로 피복된 세리사이트(세리사이트 FSE : 산신 코코 주식회사 제품)(이하에서는 시료(A)라 함)를 다음 제제를 가진 압착된 화장용 분말을 만드는데 사용한다.

분말 화장품 제제(제제 1) :

마그네슘 스테아레이트	1.2(%)
액체 파라핀	3.0
실리콘 오일	2.0
산화 티타늄	1.5
적색 산화철	0.15
황색 산화철	0.1
흑색 산화철	0.01
향수	0.5
시료(A)	91.54

10인의 여성 검사요원이 통상적인 방법으로 이 화장용 분만을 사용하고 피부에의 퍼짐성, 평활성, 유연성 및 피부에 대한 적합성을 평가한다. 대조용으로 제제 1을 비처리 세리사이트를 사용하여 제조한다(제제 2) 그 결과를 하기 표 4에 나타낸다.

[표 4]

제제번호	퍼짐성	평활성	유연성	적합성
1	9	10	9	10
2	1	0	1	0

[실시예 5]

실시예 3에서와 같이 디팔미틸포스페이트 10%로 피복된 세리사이트(세리사이트 SL : 호리 가고 주식회사 제품)[이하에서는 시료(B)라 함]을 사용하여 다음 제제에 따른 분말 화운데이션을 제조한다.

분말 화운데이션 제제제(제제 3) :

액체 파라핀	5.0(%)
라놀린	2.0
이소프로필 미리스테이트	1.0
산화 티타늄	7.0
적색 산화철	0.8
황색 산화철	1.0
흑색 산화철	0.07
향수	0.3
시료(B)	82.83

20명의 여성 검사요원이 분말 화운데이션을 관능적으로 평가한다. 대조용으로, 제제(3)를 시료(B) 대신에 비-처리 세리사이트를 사용하여 제조하고(제제 4), 시료(B) 대신에 2% 메틸수소 실록산으로 피복된 세리사이트를 이러한 목적으로 사용한다(제제 5).

그 결과를 제1도에 나타내며, 여기서 ○-○는 제제 3을, △-△는 제제 4를 ×-×는 제제 5를 나타낸다.

[실시예 6]

시판되고 있는 이산화 티타늄-피복된 운모(Coloron light blue, 마크 회사 제품)를 화장품용 분말로 사용하여 실시예 1 방법에 따라 10% 디팔미틸 포스페이트로 피복한다(시료(C)). 시료(C)를 사용하여 하기 제제를 가진 압착된 분말형태의 아이샤도우를 제조한다. 사용한 압착압은 $30\text{kg}/\text{cm}^2$ 이다.

아이샤도우 제제(제제 6) :

시료(C)	99.7%
향수	0.3

비교용으로 비-처리 이산화 티타늄-피복된 운모를 사용하여 압착된 분말형 아이샤도우(제제 7)을 제조한다. 그러나 압착제형은 불가능하다.

제제 7 :

칼러론 라이트 블루	69.7 내지 94.7(%)
스클렌	5 내지 30
향수	0.3

[실시예 7]

디세틸포스페이트 75g(또는 30g, 150g) 및 n-300g을 반죽기(사다께 가가꾸 기까이 주식회사 제품)에 넣고 반죽하면서 60°C 로 가열한 다음 여기에 세리사이트 SL(호리 가고 주식회사 제품, $\text{Ho}+1.20\text{I}$ 하에 대한 산성도= 2.5×10^{-5} 몰/g 및 $\text{Ho}+3.30\text{I}$ 하에 대한 산성도= 2.6×10^{-15} 몰/g)을 충진하고 60°C 에서 4시간 동안 혼합한다. 그 다음 감압하에 50 내지 60°C 에서 2시간 동안 n-헥산을 종류 제거한다. 생성된 분말을 건조시켜 건조분말 1560g(또는 1520g, 1630g)을 수득한다.

[실시예 8]

디스테아릴포스페이트 75g(또는 30g), n-헥산 1500g 및 세리사이트 SP(호리 가고 주식회사 제품,

Ho+1.20이하에 대한 산성도= 2.5×10^{-5} 몰/g 및 Ho+3.30이하에 대한 산성도= 2.5×10^{-5} 몰/g) 1500g를 사용하여 실시예 7의 방법을 수행하여 분말 1565g(또는 1530g)을 수득한다.

[실시예 9]

디세틸포스페이트 75g(또는 30g), n-헥산 3000g 및 미리 물과 혼합해 둔 세리사이트 SL(호리 가꼬 주식회사 제품, 건조된 상태에 있어서의 수분 함량=0.7중량%) 3000g를 사용하여 실시예 7 방법을 수행하여 분말 1560g(또는 1520g)을 수득한다.

[실시예 10]

실시예 7, 8 및 9에서 수득한 분말을 실시예 1 및 2 방법에 따라 시험하여 발수성 및 분말의 평활성에 대한 지수인 마모저항성을 측정한다. 그 결과를 표 5에 나타낸다.

[표 5]

시험물질	디알킬 포스페이트* (중량 %)	발수성	마찰인수
세리사이트 SL	-	0	1.8×10^{-2}
탈크	-	1	1.7×10^{-2}
실시예 7 의 분말	2 5 10	4 4-5 5	1.2×10^{-2} 1.0×10^{-2} 1.1×10^{-2}
실시예 8 의 분말	2 5	4 5-5	1.1×10^{-2} 1.1×10^{-2}
실시예 9 의 분말	2 5	4-5 5	1.2×10^{-2} 1.0×10^{-2}

* 점토광물의 량에 대한 디알킬 포스페이트의 처리량(중량 %)

실시예 10의 데이터로부터 알 수 있는 바와 같이, 실시예 7 내지 9에 따라 표면-처리한 무기분말은 우수한 발수성이 있고 촉감이 매끄러우므로 화장품용 분말로 유용하다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

하기 일반식(II)의 알킬포스페이트와, 무기 체질 안료, 유기 체질 안료, 무기 안료, 유기 안료 및 이의 혼합 안료로 구성된 그룹중에서 선택된 화장품용 분말을 함유하는 화장품 조성물.



상기식에서, R_4 및 R_5 는 독립적으로 탄소수 14 내지 22의 직쇄 알킬 그룹이다.

청구항 2

제1항에 있어서, 언급된 화장품용 분말이 알킬포스페이트로 표면처리되는 화장품 조성물.

청구항 3

제1항 또는 2항에 있어서, 언급된 화장품용 분말이 무기 체질 안료 또는 무기 안료인 화장품 조성물.

도면

도면1

