



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I703987 B

(45)公告日：中華民國 109 (2020) 年 09 月 11 日

(21)申請案號：105125235

(22)申請日：中華民國 105 (2016) 年 08 月 09 日

(51)Int. Cl. : *A61K8/25 (2006.01)*

*A61Q1/00 (2006.01)*

(30)優先權：2015/08/11 日本

JP2015-159126

(71)申請人：日商堺化學工業股份有限公司(日本) SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.  
(JP)

日本

(72)發明人：小泉寿夫 KOIZUMI, HISAO (JP)；中尾日六士 NAKAO, HIROSHI (JP)；小林惠太 KOBAYASHI, KEITA (JP)

(74)代理人：閻啓泰；林景郁

(56)參考文獻：

JP 2009-120783A

審查人員：蔡明秀

申請專利範圍項數：6 項 圖式數：5 共 56 頁

(54)名稱

板狀水滑石型粒子及其用途

(57)摘要

本發明提供一種滑動性優異，對皮膚之刺激性得到充分降低之板狀水滑石型粒子。又，提供一種含有此種板狀水滑石型粒子之化妝料。本發明係一種板狀水滑石型粒子，其以特定結構式表示，平均板面徑為 150~800nm，寬高比(aspect ratio)(平均板面徑/平均厚度)為 4.0~20.0，藉由 JIS K5101-17-1(2004 年)之顏料測試方法而得之 pH 值為 6.0~8.5。

I703987

## 發明摘要

※ 申請案號：105125235

※ 申請日：105/08/09

※IPC 分類：*A61K 8/25* (2006.01)  
*A61Q 1/00* (2006.01)

## 【發明名稱】(中文/英文)

板狀水滑石型粒子及其用途

## 【中文】

本發明提供一種滑動性優異，對皮膚之刺激性得到充分降低之板狀水滑石型粒子。又，提供一種含有此種板狀水滑石型粒子之化妝料。本發明係一種板狀水滑石型粒子，其以特定結構式表示，平均板面徑為 150~800 nm，寬高比(aspect ratio) (平均板面徑/平均厚度) 為 4.0~20.0，藉由 JIS K5101-17-1 (2004 年) 之顏料測試方法而得之 pH 值為 6.0~8.5。

## 【英文】

無

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】**：第（ 無 ）圖。

**【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

# 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)

板狀水滑石型粒子及其用途

## 【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種板狀水滑石型粒子及其用途。

## 【先前技術】

【0002】 水滑石係層狀黏土礦物之一種，廣泛使用於觸媒或藥品、樹脂用添加劑等各種用途。於化妝料用途中，期待賦予吸附多餘之皮脂等功能，或防止脫妝、出油，亦使用粒子狀之水滑石（稱為水滑石型粒子）。

【0003】 習知之水滑石型粒子絕大多數係以鎂及鋁作為構成元素之 Mg-Al 系水滑石型粒子（例如參照專利文獻 1）。然而，除鎂及鋁以外，亦正在開發以鋅作為構成元素之 Mg-Zn-Al 系水滑石型粒子（例如參照專利文獻 2），或以鋅及鋁作為構成元素之 Zn-Al 系水滑石型粒子（例如參照專利文獻 3~6）。

【0004】 專利文獻 1：日本專利特開 2000-247633 號公報

專利文獻 2：日本專利特開 2004-299931 號公報

專利文獻 3：日本專利特開 2002-226826 號公報

專利文獻 4：日本專利特開平 11-209258 號公報

專利文獻 5：日本專利特開平 11-240886 號公報

專利文獻 6：日本專利特開平 11-255973 號公報

## 【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0005】 如上所述，習知之水滑石型粒子絕大多數係 Mg-Al 系水滑石型粒子，因作為構成元素之鎂而呈鹼性。於化妝料等用途中，由於該鹼性會刺激皮膚而對皮膚產生不良影響，故而於使用 Mg-Al 系水滑石型粒子之情形時，現狀為對添加量進行限制，或藉由與其他材料組合而使鹼性降低等。作為降低 Mg-Al 系水滑石型粒子之鹼性之手段，可考慮使作為兩性金屬之鋅（Zn）與鎂之一部分或全部進行置換，但習知之 Mg-Zn-Al 系水滑石型粒子中，鋅僅置換鎂部位之一部分，而未使鹼性得到充分降低。

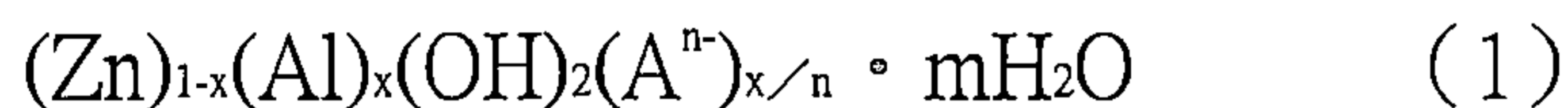
【0006】 且說，於化妝料用途中，關於粒子之形狀，較粒狀而言，更理想為板狀。其原因在於：與粒狀粒子相比，滑動性良好，且被覆性或配向性亦優異。然而，習知之 Zn-Al 系水滑石型粒子為寬高比為 1~2 之粒狀粒子，且至今尚無板狀粒子之報告例。認為其主要原因在於：由於 Zn-Al 系水滑石型粒子與 Mg-Al 系水滑石型粒子相比，保持層間之陰離子之能力較低，故而若直接挪用習知之 Mg-Al 系或 Mg-Zn-Al 系板狀水滑石型粒子之合成方法製造 Zn-Al 系板狀水滑石型粒子，則原料之水溶性鋅化合物（例如硫酸鋅）之一部分於前驅物生成中變成氫氧化鋅，最終變成氧化鋅而無法維持水滑石之層狀結構。又，作為製造 Zn-Al 系水滑石型粒子之方法，亦存在藉由對前驅物漿料進行過濾而去除氫氧化鋅之後藉由水熱反應等使粒子成長之手法（專利文獻 6 等），但該方法亦無法獲得板狀粒子。

【0007】 鑒於上述現狀，本發明之目的在於提供一種滑動性優異，對皮膚之刺激性得到充分降低之板狀水滑石型粒子。又，目的亦在於提供一種含有此種板狀水滑石型粒子之化妝料。

[解決課題之技術手段]

【0008】 本發明人於針對水滑石型粒子努力進行研究期間，成功製造了以鋅及鋁作為構成元素，且具有板狀形狀之 Zn-Al 系水滑石型粒子。該板狀水滑石型粒子之平均板面徑大，亦具有適度之厚度，並且藉由特定測試方法而得之 pH 值亦處於適當之範圍內，因具有板狀形狀之粒子之比例高而滑動性或含有於化妝料中時對皮膚之塗抹觸感良好，並且對皮膚之刺激性得到充分降低。此外，亦發現：由於氫氣或磷化合物之吸附性能亦優異，故而於各種用途中 useful，並思及能夠解決上述問題，從而完成本發明。

【0009】 即，本發明係一種板狀水滑石型粒子，以下述式(1)表示，



(式中， $\text{A}^{n-}$ 表示 n 價之層間陰離子；x 及 n 分別為滿足  $0.2 \leq x \leq 0.4$ 、 $1 \leq n \leq 4$  之整數之條件之數；m 為 0 以上之數)，平均板面徑為 150~800 nm，寬高比（平均板面徑／平均厚度）為 4.0~20.0，藉由 JIS K5101-17-1（2004 年）之顏料測試方法而得之 pH 值為 6.0~8.5。

【0010】 上述板狀水滑石型粒子較佳藉由 BJH 法而得之細孔體積為  $0.01 \sim 1.0 \text{ cm}^3/\text{g}$ 。藉此，進一步提昇與粒子粉體接觸時之爽滑感，或均勻之延展性、平滑感之持續性，此外，例如於將含有水滑石粒子之化妝料塗抹於皮膚上時可進一步抑制粒子崩解，結果使平滑感之持續性進一步提昇。

【0011】 上述板狀水滑石型粒子較佳為表面之一部分或全部被矽化

合物被覆。藉此，能夠抑制鋅離子之過度溶出並且降低對皮膚之刺激性從而表現適度之收斂作用，此外，提昇與樹脂或溶劑之相溶性或分散性，並且亦提昇撥水性，因此不僅於化妝料而且於樹脂中之添加劑等各種用途中成為更有用者。

【0012】 上述式(1)中，較佳為  $x$  及  $n$  分別為滿足  $0.30 \leq x \leq 0.35$ 、 $1 \leq n \leq 3$  之整數之條件之數， $A^n$  為碳酸根離子 ( $\text{CO}_3^{2-}$ )。藉此，結晶形狀進一步穩定，故而可賦予穩定且優異之滑動性或含有於化妝料時之對皮膚之觸感。

【0013】 又，本發明亦為含有上述板狀水滑石型粒子之化妝料。此種化妝料之滑動性及含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感優異，對皮膚之刺激性得到充分降低。

#### [發明之效果]

【0014】 本發明之板狀水滑石型粒子由於滑動性及含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感優異，對皮膚之刺激性得到充分降低，故而尤其於化妝料用途有用。此外，由於氨氣或磷化合物之吸附性能亦優異，故而於附加有該等吸附性能之化妝料或吸附劑等用途中亦有用。

#### 【圖式簡單說明】

【0015】 圖 1 係實施例 11 所獲得之板狀水滑石型粒子之 X 射線繞射圖案。

圖 2-1 係對實施例 11 所獲得之板狀水滑石型粒子以能夠測量厚度之方式進行拍攝而得之電子顯微鏡照片（倍率：50,000 倍）。

圖 2-2 係對實施例 11 所獲得之板狀水滑石型粒子以能夠測量厚度之方式進行拍攝而得之電子顯微鏡照片（倍率：20,000 倍）。

圖 2-3 係對實施例 11 所獲得之板狀水滑石型粒子以能夠測量板面徑之方式進行拍攝而得之電子顯微鏡照片（倍率：50,000 倍）。

圖 2-4 係對實施例 11 所獲得之板狀水滑石型粒子以能夠測量板面徑之方式進行拍攝而得之電子顯微鏡照片（倍率：20,000 倍）。

圖 3-1 係對分別使用實施例 11 及參考例 1 所獲得之水滑石型粒子吸附磷酸氫鉀之情形時之磷酸根離子濃度之經時變化進行比對之曲線圖（磷酸根離子濃度之初始值：50 ppm）。

圖 3-2 係對分別使用實施例 11 及參考例 1 所獲得之水滑石型粒子吸附磷酸氫鉀之情形時之磷酸根離子濃度之經時變化進行比對之曲線圖（磷酸根離子濃度之初始值：25 ppm）。

圖 3-3 係對分別使用實施例 11 及參考例 1 所獲得之水滑石型粒子吸附磷酸氫鉀之情形時之磷酸根離子濃度之經時變化進行比對之曲線圖（磷酸根離子濃度之初始值：5 ppm）。

圖 4 係對分別使用實施例 11、比較例 18 及參考例 1 所獲得之水滑石型粒子吸附氨氣之情形時之氨濃度之經時變化進行比對之曲線圖。

圖 5-1 係表示針對實施例 11 及參考例 1 所獲得之水滑石型粒子進行示差熱測量而得之結果之曲線圖。

圖 5-2 係表示針對實施例 11 及參考例 1 所獲得之水滑石型粒子進行熱重量測量而得之結果之曲線圖。

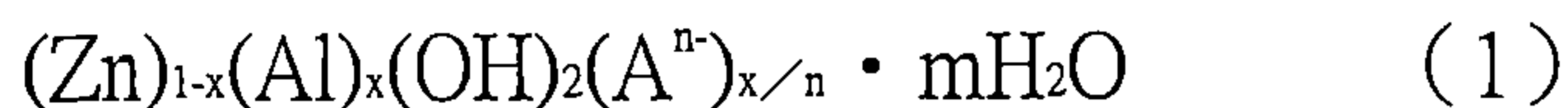


## 【實施方式】

【0016】 以下，針對本發明之較佳形態具體地進行說明，但本發明並不僅限定於以下記載，且能夠於不變更本發明之主旨之範圍內適當變更進行應用。

### 【0017】 [板狀水滑石型粒子]

本發明之板狀水滑石型粒子係以下述式(1)表示之板狀粒子，



(式中， $A^n$ 表示 $n$ 價之層間陰離子； $x$ 及 $n$ 分別為滿足 $0.2 \leq x \leq 0.4$ 、 $1 \leq n \leq 4$ 之整數之條件之數； $m$ 為0以上之數)。

【0018】 上述式(1)中，作為 $n$ 價之層間陰離子，並無特別限定，就反應性及環境負荷降低之觀點而言，較佳為選自由氫氧根離子(OH<sup>-</sup>)、碳酸根離子(CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>)及硫酸根離子(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)組成之群中之至少1種。其中，較佳為碳酸根離子。

【0019】  $x$ 為滿足 $0.2 \leq x \leq 0.4$ 之數，若處於該範圍內，則結晶結構穩定。就進一步使穩定性提昇之觀點而言，較佳為以 $[(1-x)/x]$ 成為 $1.5/1 \sim 3/1$ 之方式對 $x$ 進行調整。更佳為以成為 $2/1$ 之方式進行調整。就該觀點而言， $x$ 較佳為0.25以上，更佳為0.3以上，又，較佳為0.35以下。尤佳為 $1/3$ (=約0.33)。

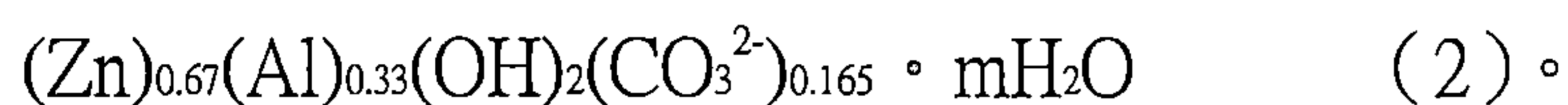
【0020】  $n$ 為滿足 $1 \leq n \leq 4$ 之數，根據層間陰離子之價數適當調整即可。較佳為1~3之整數，更佳為2。

【0021】  $m$ 為0以上之數。該 $m$ 理論上可藉由對結晶結構進行分析而求出，但實際上因附著水之存在等而難以準確地進行測量。理論上，例

如較佳為 0 以上且未達 5。

【0022】 本發明中，尤其上述式 (1) 中，較佳為， $x$  及  $n$  分別為滿足  $0.30 \leq x \leq 0.35$ 、 $1 \leq n \leq 3$  之整數之條件之數， $A^n$  為碳酸根離子 ( $\text{CO}_3^{2-}$ )。藉此，由於結晶形狀更穩定，故而可賦予穩定且優異之滑動性或含有於化妝料時對皮膚良好之塗抹觸感。

【0023】 作為上述板狀水滑石型粒子，最佳為以下述式 (2) 表示之板狀粒子，



該結構中，結晶結構極穩定，能夠進一步充分地發揮本發明之作用效果。該結構可根據 JCPDS 卡 00-048-1023 進行確認。

【0024】 上述板狀水滑石型粒子之平均板面徑為 150~800 nm。若平均板面徑處於該範圍內，則含有粒子之粉體之流動性穩定，故而成為於計量或包裝時操作容易者，且成為含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感或滑動性亦優異者。較佳為 180 nm 以上，更佳為 190 nm 以上，進而較佳為 300 nm 以上，又，較佳為 500 nm 以下，更佳為 470 nm 以下。

【0025】 上述板狀水滑石型粒子之寬高比（平均板面徑／平均厚度）為 4.0~20.0。若寬高比處於該範圍內，則含有粒子之粉體之流動性穩定，故而成為於計量或包裝時操作容易者，且成為含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感或滑動性均更優異者。較佳為 4.5~15.0，更佳為 5.0~10.0。其中，較佳為重複 10 次根據平均板面徑及平均厚度求出寬高比之操作時之平均值（即寬高比之平均值）為 4.0~20.0。更佳為 4.5~15.0，進而較佳為 5.0~10.0。

本說明書中，平均板面徑及平均厚度係基於掃描電子顯微鏡照片而算

出之值。具體而言，可根據後述實施例記載之方法而求出。

【0026】 此處，本發明之板狀水滑石型粒子具有為板狀並且具有固定之寬高比之重要特徵，同時亦具有粒子形狀及寬高比之偏差少之特徵。為了提昇或維持含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感或滑動性，較佳為於測量 10 次寬高比時所測得之寬高比之值未達 4.0 或超過 20.0 之次數為 3 次以下。又，較佳為於對平均板面徑及平均厚度進行測量時所算出之標準偏差之變動係數分別為 0.5 以下。更佳為 0.4 以下。

【0027】 上述板狀水滑石型粒子為藉由 JIS K5101-17-1 (2004 年) 之顏料測試方法而得之 pH 值 (亦稱為「顏料 pH」) 成為 6.0~8.5 者。若該顏料 pH 處於該範圍內，則對皮膚之刺激性得到充分降低，故而成為於化妝料等直接接觸皮膚之用途尤其有用者。顏料 pH 較佳為 7.0~8.4，更佳為 7.2~8.2。

本說明書中，顏料 pH 係藉由 JIS K5101-17-1 (2004 年) 之顏料測試方法而得之測量值。具體而言，可根據後述實施例記載之方法而求出。

【0028】 上述板狀水滑石型粒子較佳為其比表面積為  $0.1 \sim 50 \text{ m}^2/\text{g}$ 。若比表面積處於該範圍，則成為具有更充分之強度且滑動性及含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感更優異者。更佳為  $5 \sim 40 \text{ m}^2/\text{g}$ ，進而較佳為  $10 \sim 20 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

【0029】 本說明書中，比表面積 (亦稱為 SSA) 意指 BET 比表面積。所謂 BET 比表面積，係指藉由作為比表面積之測量方法之一的 BET 法所獲得之比表面積。所謂比表面積，係指某種物體之每單位質量之表面積。

BET 法係使氮氣等之氣體粒子吸附於固體粒子並根據所吸附之量測量

比表面積之氣體吸附法。具體而言，根據壓力  $P$  與吸附量  $V$  之關係並藉由 BET 式而求出單分子吸附量  $V_M$ ，藉此確定比表面積。本說明書中之比表面積之詳細測量方法於後述實施例中進行說明。

【0030】 上述板狀水滑石型粒子較佳為成為體積基準粒度分佈之陡峭度之指標的  $D_{90}$  相對於  $D_{10}$  的比 ( $D_{90}/D_{10}$ ) 為 2~150。若  $D_{90}/D_{10}$  處於該範圍內，則粒徑之偏差少，故而含有粒子之粉體之流動性穩定。因此，成為於計量或包裝時操作容易者，且成為含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感或滑動性亦優異者。若  $D_{90}/D_{10}$  之值變大，則存在含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感提昇之傾向，故而  $D_{90}/D_{10}$  之值更佳為 10 以上，進而較佳為 30 以上。再者， $D_{90}/D_{10}$  越大，意味著粒度分佈越寬，該值越小，意味著粒度分佈越陡。

本說明書中，所謂  $D_{10}$ ，意指以體積基準計之 10% 累計粒徑，所謂  $D_{90}$ ，意指以體積基準計之 90% 累計粒徑。 $D_{10}$ 、 $D_{90}$  分別為藉由對粒度分佈進行測量而獲得之值。具體而言，可根據後述實施例記載之方法而求出。

【0031】 上述板狀水滑石型粒子較佳為二次粒子之中值粒徑 ( $D_{50}$ ) 為 1~200  $\mu\text{m}$ 。若中值粒徑 ( $D_{50}$ ) 處於該範圍內，則含有粒子之粉體之流動性穩定，故而成為於計量或包裝時操作容易者，且成為含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感或滑動性亦優異者。

本說明書中，所謂中值粒徑 ( $D_{50}$ )，意指以體積基準計之 50% 累計粒徑，係指於將粉體自某粒徑分成 2 份時，較大之側與較小之側成為等量之徑。具體而言，可根據後述實施例記載之方法而求出。

【0032】 又，上述板狀水滑石型粒子只要為無損含有於化妝料時對皮

膚之良好之塗抹觸感之範圍，則其表面之一部分或全部亦可由表面被覆劑被覆。作為表面被覆劑，可較佳地使用無機化合物及有機化合物之任一者。作為無機化合物，並無特別限定，例如可列舉：矽、鈣、鋇、鋇、鋁、鋳、銻、鋅等之氧化物、氫氧化物、硫酸鹽、碳酸鹽等。作為有機化合物，並無特別限定，例如可列舉：聚矽氧油、脂肪酸及其金屬鹽、烷基矽烷、烷氧基矽烷、矽烷偶合劑、鈦偶合劑、鋁偶合劑、胺基酸、尼龍、卡波姆 (carbomer) 及其金屬鹽、聚丙烯酸、三甲基丙醇、三乙胺、高級醇等。

【0033】 上述表面被覆劑之中，較佳為含有矽原子之化合物（亦稱為矽化合物）。即，上述板狀水滑石型粒子較佳為表面之一部分或全部被矽化合物被覆。藉此，能夠抑制鋅離子之過度溶出並且降低對皮膚之刺激性從而表現出適度之收斂作用，此外，提昇與樹脂或溶劑之相溶性或分散性，並且亦提昇撥水性，因此不僅於化妝料而且於樹脂中之添加劑等各種用途中成為更有用者。作為矽化合物，更佳為二氧化矽。

【0034】 作為使用上述表面被覆劑被覆板狀水滑石型粒子表面之方法，並無特別限定。例如於使用二氧化矽之情形時，可列舉於含有板狀水滑石型粒子之漿料中加入矽酸鈉及酸進行中和之方法等。表面被覆量並無特別限定，例如較佳為相對於板狀水滑石型粒子之總量 100 質量%，二氧化矽等表面被覆劑所占之比例為 0.001~30 質量%。更佳為 5~25 質量%。

【0035】 上述板狀水滑石型粒子較佳為吸油量為 20~300 mL/100 g。若吸油量處於該範圍內，則可適度地獲得皮膚之去脂效果，故而不會刺激皮膚使其刺痛，成為作為化妝料原料更實用者。更佳為 25~200 mL/100 g。

本說明書中，吸油量可根據後述實施例記載之方法而求出。

【0036】 上述板狀水滑石型粒子較佳為藉由 BJH 法而得之細孔體積為  $0.01 \sim 1.0 \text{ cm}^3/\text{g}$ 。若細孔體積為  $0.01 \text{ cm}^3/\text{g}$  以上，則粒子本身之多孔性提昇，故而成為於粒子內部之細孔之吸油性充分者，又，由於粒子本身成為適度之重量，故而與粒子粉體接觸時之清爽感、均勻之延展性、平滑感之持續性進一步提昇。另一方面，若為  $1.0 \text{ cm}^3/\text{g}$  以下，則粒子本身之多孔性成為適度者，故而粒子強度成為充分者，於將含有水滑石粒子之化妝料塗抹於皮膚上時充分地抑制粒子崩解，結果平滑性之持續性進一步提昇。更佳為  $0.02 \sim 0.5 \text{ cm}^3/\text{g}$ 。

本說明書中，細孔體積可使用 BJH (Barrett-Joyner-Halenda) 法而求出。具體而言，可根據後述實施例記載之方法而求出。

【0037】 上述板狀水滑石型粒子為氨氣或磷化合物之吸附性能亦優異者。因此，亦可較佳地使用於該等之吸附劑用途。尤其是本發明之板狀水滑石型粒子由於自垃圾處理場排出之排水，或自污水處理場等之淨化槽排出之一次處理水等中所含有之磷化合物之吸附性能優異，故而作為吸附劑極有用。

#### 【0038】 [製造方法]

為了獲得本發明之板狀水滑石型粒子，例如較佳為採用含有如下步驟之製造方法：步驟 (I)，其係使用鋅化合物及鋁化合物作為原料，而獲得源自 (003) 面之波峰之半高寬為 0.4 以上之前驅物；及步驟 (II)，其係將該前驅物保持於溫度  $75 \sim 150^\circ\text{C}$  並且相對濕度  $75 \sim 100\% \text{RH}$  之環境下。藉由採用此種製造方法，可於不導入水熱合成等所需之壓力容器等特殊之裝置、

設備之情況下容易且簡便地獲得板狀水滑石型粒子。

以下，針對各步驟進一步進行說明。

**【0039】** <步驟 (I) >

步驟 (I) 係獲得源自 (003) 面之波峰之半高寬為 0.4 以上之前驅物之步驟。該步驟 (I) 係抑制水滑石之結晶化而製作低結晶狀態之前驅物，並將其供於步驟 (II)，因此，步驟 (II) 推進結晶成長為板狀粒子，藉此可容易且簡便地獲得本發明之板狀水滑石型粒子。再者，有時會於步驟 (I) 所獲得之前驅物含有水滑石型粒子。

**【0040】** 上述步驟 (I) 中，作為原料，分別使用 1 種或 2 種以上之鋅化合物及鋁化合物。作為該等鋅化合物及鋁化合物，並無特別限定，就使製造容易之觀點而言，較佳使用水溶性之鹽，或可溶於含有酸之水之鹽。具體而言，鋅化合物較佳為選自由氫氧化鋅、氧化鋅、鹼性碳酸鋅及硫酸鋅組成之群中之至少 1 種，鋁化合物較佳為選自由氫氧化鋁、氧化鋁及硫酸鋁組成之群中之至少 1 種。藉由使用該等原料，可更容易且簡便地獲得板狀水滑石型粒子。

**【0041】** 關於上述原料之使用量，只要以所獲得之板狀水滑石型粒子成為滿足上述式 (1) 者之方式進行調整即可。例如，較佳為相對於鋁化合物之鋁換算量 1 莫耳，使鋅化合物以鋅換算計成為 1.5~4 莫耳。藉此，所獲得之板狀水滑石型粒子之結晶結構穩定。就進一步提昇穩定性之觀點而言，更佳為相對於鋁化合物之鋁換算量 1 莫耳，以鋅化合物以鋅換算計成為 1.5~3 莫耳之方式進行調整，進而較佳為 2 莫耳。

**【0042】** 上述步驟 (I) 中，較佳為使用鹼性成分對上述原料進行中

和。藉由進行該中和，可較佳地獲得前驅物。該中和較佳為以使上述原料與鹼性成分之混合溶液之 pH 成為 7 以上之方式將上述原料與鹼性成分進行混合。此時，亦可視需要於後述溶劑之存在下進行。更佳為以使上述原料與鹼性成分之混合溶液之 pH 成為 7.5 以上之方式進行中和反應。

【0043】 作為上述鹼性成分，並無特別限定，例如可列舉鹼金屬鹽等，且可使用 1 種或 2 種以上。作為鹼金屬鹽，例如為鋰、鈉、鉀等鹼金屬之鹽，作為鹽，可列舉氫氧化物、碳酸鹽、碳酸氫鹽、矽酸鹽、鋁酸鹽、有機胺鹽等。其中，較佳為氫氧化鈉、碳酸鈉、碳酸氫鈉等。

【0044】 作為上述溶劑，並無特別限定，可列舉水、有機溶劑及該等之混合物，且可使用 1 種或 2 種以上。作為有機溶劑，例如可列舉：醇、丙酮、二甲基亞砜、二甲基甲醯胺、四氫呋喃、二噁烷等，作為醇，可列舉：甲醇、乙醇、丙醇等一元水溶性醇；乙二醇、甘油等二元以上之水溶性醇等。作為溶劑，較佳為水，更佳為離子交換水。

【0045】 此處，於不使用碳酸鹽作為原料之情形時，或於即便使用碳酸鹽，所生成之粒子亦不滿足上述式(1)之情形時，可另外使用二氧化碳。二氧化碳只要於步驟(I)之中，則可用於任何操作。

【0046】 又，上述步驟(I)中，於上述中和中使用溶劑之情形時，較佳為將所獲得之漿料進行乾燥。該乾燥以自漿料去除溶劑之方式進行即可，乾燥手段並無特別限定。例如可列舉減壓乾燥、加熱乾燥等。又，可將漿料直接進行乾燥，亦可進行過濾並水洗之後再進行乾燥。於進行過濾並水洗之後再進行乾燥之情形時，較佳為暫時先製成漿料之狀態之後再利用噴霧乾燥進行乾燥。



【0047】 較佳為於上述乾燥之後進行粉碎。即，上述步驟（I）較佳為含有：於溶劑之存在下對原料進行中和之中和、藉由該中和所獲得之漿料之乾燥、及經乾燥者之粉碎。粉碎方法及粉碎條件並無特別限定，例如可使用球磨機、搗潰機（Raikai mixers）、強力粉碎機（Force Mill）、錘磨機、噴射磨機等進行。

【0048】 上述步驟（I）所獲得之前驅物可為濕濾餅狀（例如，於 105℃ 乾燥 18 小時後所測得之固形物成分為 15 質量%以上之狀態），亦可為粉體狀，其中，較佳為粉體狀。若將粉體狀之前驅物供於步驟（II），則能夠於步驟（II）中進一步推進結晶成長為板狀粒子，並且抑制一次粒子之過度凝集，從而較佳。

【0049】 於上述步驟（I）所獲得之前驅物為粉狀（粉體狀）之情形時，較佳為利用上述方法所測得之固形物分量為 85 重量%以上，更佳為 95 重量%以上。

【0050】 上述前驅物為源自（003）面之波峰之半高寬成為 0.4 以上者。若為如半高寬未達 0.4 之高結晶狀態之前驅物，則即便將其供於步驟（II）亦不會充分地進行板狀化，故而無法獲得平均板面徑及寬高比成為本發明之範圍內之板狀水滑石型粒子。前驅物之源自（003）面之波峰之半高寬較佳為 0.5 以上，更佳為 0.6 以上，進而較佳為 0.7 以上。又，上限較佳為 3 以下。更佳為 2 以下，進而較佳為 1.2 以下。

【0051】 又，上述前驅物亦較佳為源自（006）面之波峰之半高寬為 0.4 以上。更佳為 0.5 以上，進而較佳為 0.6 以上，尤佳為 0.7 以上。又，上限較佳為 3 以下。更佳為 2 以下，進而較佳為 1 以下。

本說明書中，半高寬可藉由 X 射線繞射法求出。具體而言，可藉由後文所述之實施例記載之手法而求出。

【0052】 上述前驅物進而較佳為其比表面積為超過  $20 \text{ m}^2/\text{g}$  且  $300 \text{ m}^2/\text{g}$  以下。藉由將此種前驅物供於步驟 (II)，成為所獲得之板狀水滑石型粒子之強度或滑動性、含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感更良好者。更佳為  $25 \text{ m}^2/\text{g}$  以上，進而較佳為  $30 \text{ m}^2/\text{g}$  以上。比表面積之上限值更佳為  $250 \text{ m}^2/\text{g}$  以下。

【0053】 <步驟 (II)>

步驟 (II) 係將上述步驟 (I) 所獲得之前驅物保持於溫度  $75\sim 150^\circ\text{C}$  且相對濕度  $75\sim 100\%RH$  之環境下之步驟 (亦稱為「濕潤環境步驟」)。上述製造方法中，與如習知法之水熱或常壓下之反應不同，藉由僅經由將前驅物保持於高溫高濕環境下之步驟便可利用簡便之手段獲得板狀水滑石型粒子，因此可無需壓力容器等特殊裝置。即，可使製造設備簡化。

【0054】 上述步驟 (II) 係於溫度  $75\sim 150^\circ\text{C}$  保持前驅物。就促進板狀化之觀點而言，溫度較佳為  $76^\circ\text{C}$  以上，更佳為  $78^\circ\text{C}$  以上，進而較佳為  $80^\circ\text{C}$  以上。又，就製造成本或設備規格之觀點而言，較佳為設為  $95^\circ\text{C}$  以下。

本說明書中，步驟 (II) 之保持溫度意指該步驟中之最高到達溫度。

再者，溫度之變動存在對板狀粒子之結晶成長帶來變化之情況，故而較佳為將保持過程中之溫度之上限與下限之差設為  $10^\circ\text{C}$  以下。

【0055】 又，上述步驟 (II) 係於相對濕度為  $75\sim 100\%RH$  之環境下進行。就促進板狀化之觀點而言，較佳為相對濕度為  $76\%RH$  以上，更佳為  $77\%RH$  以上，進而較佳為  $78\%RH$  以上，尤佳為  $79\%RH$  以上，最佳為  $80\%RH$

以上。又，就製造成本或設備規格之觀點而言，較佳為設為 95%RH 以下，更佳為 90%RH 以下。

本說明書中，步驟（II）之相對濕度意指該步驟中之最高極限濕度。

再者，相對濕度之變動存在對板狀粒子之結晶成長帶來變化之情況，故而較佳為將保持過程中之濕度之上限與下限之差設為 10%以下。

**【0056】** 於上述條件下之保持時間只要為對於前驅物結晶成長為板狀粒子而言充分之時間即可。例如，較佳為 1~300 小時。若保持時間處於該範圍內，則結晶化更充分地進行，生產性亦優異。更佳為 3~200 小時，進而較佳為 6~180 小時。

**【0057】** <其他步驟>

上述製造方法中，除上述步驟（I）及（II）以外，亦可視需要包含 1 個或 2 個以上之粉碎、分級、洗淨、水熱、熟成、煅燒、層間離子之置換、表面被覆等其他步驟。其他步驟並無特別限定。

**【0058】** [用途]

本發明之板狀水滑石型粒子係滑動性及含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感優異，且對皮膚之刺激性得到充分降低者，並且為氨氣或磷化合物之吸附性能亦優異者。因此，可使用於化妝料、藥品、準藥品、吸附劑、觸媒、樹脂用添加劑等各種用途。其中，作為化妝料原料尤其有用，含有上述板狀水滑石型粒子之化妝料為本發明之一。

**【0059】** 上述化妝料藉由含有本發明之板狀水滑石型粒子，而對皮膚之刺激性得到降低、滑動良好，且含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感優異，並且亦可期待柔焦效果或皮脂吸附效果。因此，為尤其適合於最近之市場

需求者。作為化妝料，並無特別限定，例如可列舉：粉餅、妝底、防曬霜、眼影、腮紅、睫毛膏、口紅、止汗劑、去油紙等。其中，尤其適合於粉餅。

【0060】 又，上述化妝料亦可視需要除本發明之板狀水滑石型粒子以外還含有 1 種或 2 種以上之其他成分。其他成分並無特別限定，例如除有機溶劑或分散劑以外，還可列舉化妝料領域中通常使用之任意水性成分、油性成分。具體而言，可列舉：油分；界面活性劑；保濕劑；高級醇；金屬離子封阻劑；各種高分子（天然、半合成、合成或無機之水溶性或油溶性高分子）；紫外線遮蔽劑；其他藥劑成分；各種萃取液；無機及有機顏料；無機及有機黏土礦物等各種粉體；經金屬皂處理或經聚矽氧處理之無機及有機顏料；有機染料等著色劑；防腐劑；抗氧化劑；色素；增黏劑；pH 調整劑；香料；冷感劑；收斂劑；殺菌劑；皮膚活化劑等。該等成分之含量只要為無損本發明之效果之範圍，則並無特別限定。

【0061】 作為油分，並無特別限定，例如可列舉：鱈梨油、山茶油、龜油、澳洲胡桃油(*macadamia nut oil*)、玉米油、貂油(*mink oil*)、橄欖油、菜籽油、蛋黃油、芝麻油、核仁油(*prunus persica kernel oil*)、小麥胚芽油、山茶花油、蓖麻油、亞麻籽油、紅花油、棉子油、紫蘇油、大豆油、花生油、茶籽油、榧子油、米糠油、泡桐油、日本桐油、荷荷芭油、胚芽油、三甘油、三辛酸甘油酯、三異棕櫚酸甘油酯、可可脂、椰子油、馬油、棕櫚油、牛油、羊油、棕櫚仁油、豬油、牛骨油、木蠟仁油、氫化牛油、氫化椰子油、氫化蓖麻油等氫化油、牛角油、木蠟、蜂蠟、小燭樹蠟、棉蠟、巴西棕櫚蠟、月桂果蠟、蟲蠟、鯨蠟、褐煤蠟、糠蠟、羊毛脂、木棉蠟、乙酸羊毛脂、液狀羊毛脂、甘蔗蠟、羊毛脂脂肪酸異丙酯、月桂酸己酯、還原

羊毛脂、荷荷芭蠟、硬質羊毛脂、蟲膠蠟、POE 羊毛脂醇醚、POE 羊毛脂醇乙酸酯、POE 膽固醇醚、羊毛脂脂肪酸聚乙二醇酯、POE 氫化羊毛脂醇醚、液態石蠟、地蠟 (ozokerite)、姥鯨烷、石蠟、地蠟精 (ceresin)、角鯊烯、凡士林、微晶蠟等。

【0062】 作為界面活性劑，例如可列舉：親油性非離子界面活性劑、親水性非離子界面活性劑以及其他界面活性劑。作為親油性非離子界面活性劑，並無特別限定，例如可列舉：山梨醇酐單油酸酯、山梨醇酐單異硬脂酸酯、山梨醇酐單月桂酸酯、山梨醇酐單棕櫚酸酯、山梨醇酐單硬脂酸酯、山梨醇酐倍半油酸酯、山梨醇酐三油酸酯、二甘油山梨醇酐五(2-乙基己酸酯)、二甘油山梨醇酐四(2-乙基己酸酯)等山梨醇酐脂肪酸酯類；甘油單棉子油脂肪酸酯、甘油單芥酸酯、甘油倍半油酸甘油酯、甘油單硬脂酸酯、甘油  $\alpha, \alpha'$ -油酸焦麩胺酸酯、甘油蘋果酸單硬脂酸酯等甘油聚甘油脂肪酸酯類；丙二醇單硬脂酸酯等丙二醇脂肪酸酯類；氫化蓖麻油衍生物、甘油烷基醚等。

【0063】 作為親水性非離子界面活性劑，並無特別限定，例如可列舉：POE 山梨醇酐單油酸酯、POE 山梨醇酐單硬脂酸酯、POE 山梨醇酐四油酸酯等 POE 山梨醇酐脂肪酸酯類；POE 山梨糖醇單月桂酸酯、POE 山梨糖醇單油酸酯、POE 山梨糖醇五油酸酯、POE 山梨糖醇單硬脂酸酯等 POE 山梨糖醇脂肪酸酯類；POE 甘油單硬脂酸酯、POE 甘油單異硬脂酸酯、POE 甘油三異硬脂酸酯等 POE 甘油脂肪酸酯類；POE 單油酸酯、POE 二硬脂酸酯、POE 單二油酸酯、乙二醇二硬脂酸酯等 POE 脂肪酸酯類；POE 月桂醚、POE 油醚、POE 硬酯醚、POE 山萘醚、POE 2-辛基十二烷基醚、POE 二氫膽

固醇醚等 POE 烷基醚類；POE 辛基苯醚、POE 壬基苯醚、POE 二壬基苯醚等 POE 烷基苯醚類；普洛尼克(Pluronic)等嵌段聚醚(Pluaronic)類；POE-POP 鯨蠟醚、POE-POP2-癸基十四烷基醚、POE-POP 單丁醚、POE-POP 氫化羊毛脂、POE-POP 甘油醚等 POE-POP 烷基醚類、特強尼(Tetronic)等之四 POE-四 POP 乙二胺縮合物類、POE 蓖麻油、POE 氫化蓖麻油、POE 氫化蓖麻油單異硬脂酸酯、POE 氫化蓖麻油三異硬脂酸酯、POE 氫化蓖麻油單焦麩胺酸單異硬脂酸二酯、POE 氫化蓖麻油順丁烯二酸酯等 POE 蓖麻油氫化蓖麻油衍生物；POE 山梨糖醇蜂蠟等 POE 蜂蠟-羊毛脂衍生物；椰油脂肪酸二乙醇醯胺、月桂酸單乙醇醯胺、脂肪酸異丙醇醯胺等烷醇醯胺；POE 丙二醇脂肪酸酯、POE 烷基胺、POE 脂肪醯胺、蔗糖脂肪酸酯、POE 壬基苯基甲醛縮合物、烷基乙氧基二甲基氧化胺、磷酸三油酯等。

【0064】 作為其他界面活性劑，例如可列舉：脂肪酸皂、高級烷基硫酸酯鹽、POE 月桂基硫酸三乙醇胺、烷基醚硫酸酯鹽等陰離子界面活性劑；烷基三甲基銨鹽、烷基吡啶鎘鹽、烷基四級銨鹽、烷基二甲基苄基銨鹽、POE 烷基胺、烷基胺鹽、聚胺脂肪酸衍生物等陽離子界面活性劑；咪唑啉系兩性界面活性劑、甜菜鹼系界面活性劑等兩性界面活性劑等。

【0065】 作為保濕劑，並無特別限定，例如可列舉：木糖醇、山梨糖醇、麥芽糖醇、硫酸軟骨素、玻尿酸、硫酸黏多糖、栝樓仁酸、去端膠原 (Atelocollagen)、膽固醇-12-羥基硬脂酸酯、乳酸鈉、膽汁酸鹽、dl-吡咯啉酮羧酸鹽、短鏈可溶性膠原、雙甘油 (EO) PO 加成物、刺蘼萃取物、洋薯草萃取物、黃香草木樨萃取物等。

【0066】 作為高級醇，並無特別限定，例如可列舉：月桂醇、鯨蠟醇、

硬脂醇、山萸醇、肉豆蔻醇、油醇、鯨蠟硬脂醇等直鏈醇；單硬脂基甘油醚（鯊肝醇）、2-癸基十四醇十四烷醇、羊毛脂醇、膽固醇、植固醇、己基十二烷醇、異硬脂醇、辛基十二烷醇等支鏈醇等。

【0067】 作為金屬離子封阻劑，並無特別限定，例如可列舉：1-羥基乙烷-1,1-二磷酸、1-羥基乙烷-1,1-二磷酸四鈉鹽、檸檬酸鈉、聚磷酸鈉、偏磷酸鈉、葡萄糖酸、磷酸、檸檬酸、抗壞血酸、琥珀酸、依地酸等。

【0068】 作為天然之水溶性高分子，並無特別限定，例如可列舉：阿拉伯膠、黃蓍膠、聚半乳糖、瓜爾膠、刺槐豆膠、刺梧桐樹膠、鹿角菜膠、果膠、瓊脂、椴梲籽（椴梲）、海藻膠（褐藻萃取物）、澱粉（稻米、玉米、馬鈴薯、小麥）、甘草酸等植物系高分子；三仙膠、葡聚糖、琥珀醯聚糖、普魯蘭等微生物系高分子；膠原蛋白、酪蛋白、白蛋白、明膠等動物系高分子。

【0069】 作為半合成之水溶性高分子，並無特別限定，例如可列舉：羧基甲基澱粉、甲基羥基丙基澱粉等澱粉系高分子；甲基纖維素、硝化纖維素、乙基纖維素、甲基羥丙基纖維素、羥乙基纖維素、纖維素硫酸鈉、羥丙基纖維素、羧甲基纖維素鈉（CMC）、結晶纖維素、纖維素末等纖維素系高分子；海藻酸鈉、丙二醇海藻酸酯等海藻酸系高分子等。

【0070】 作為合成之水溶性高分子，並無特別限定，例如可列舉：聚乙烯醇、聚乙烯甲醚、聚乙烯基吡咯啉酮等乙烯系高分子；聚乙二醇 20000、40000、60000 等聚氧乙烯系高分子；聚氧乙烯聚氧丙烯共聚物共聚系高分子、聚丙烯酸鈉、聚丙烯酸乙酯、聚丙烯醯胺等丙烯酸系高分子；聚伸乙基亞胺、陽離子聚合物等。

【0071】 作為無機水溶性高分子，並無特別限定，例如可列舉：膨潤土、矽酸 AlMg (VEEGUM)、合成鋰皂石、鋰膨潤石、矽酸酐等。

【0072】 作為紫外線遮蔽劑，並無特別限定，例如可列舉：對胺基苯甲酸（以下簡稱為 PABA）、PABA 單甘油酯、N,N-二丙氧基 PABA 乙酯、N,N-二乙氧基 PABA 乙酯、N,N-二甲基 PABA 乙酯、N,N-二甲基 PABA 丁酯等苯甲酸系紫外線遮蔽劑；N-乙醯基鄰胺基苯甲酸高薄荷酯等鄰胺基苯甲酸系紫外線遮蔽劑；水楊酸戊酯、水楊酸薄荷酯、水楊酸高薄荷酯、水楊酸辛酯、水楊酸苯酯、水楊酸苄酯、水楊酸對異丙醇苯酯等水楊酸系紫外線遮蔽劑；肉桂酸辛酯、4-異丙基肉桂酸乙酯、2,5-二異丙基肉桂酸甲酯、2,4-二異丙基肉桂酸乙酯、2,4-二異丙基肉桂酸甲酯、對甲氧基肉桂酸丙酯、對甲氧基肉桂酸異丙酯、對甲氧基肉桂酸異戊酯、對甲氧基肉桂酸 2-乙氧基乙酯、對甲氧基肉桂酸環己酯、 $\alpha$ -氰基- $\beta$ -苯基肉桂酸乙酯、 $\alpha$ -氰基- $\beta$ -苯基肉桂酸 2-乙基己酯、單-2-乙基己醯基-二對甲氧基肉桂酸甘油酯等肉桂酸系紫外線遮蔽劑；2,4-二羥基二苯甲酮、2,2'-二羥基-4-甲氧基二苯甲酮、2,2'-二羥基-4,4'-二甲氧基二苯甲酮、2,2',4,4'-四羥基二苯甲酮、2-羥基-4-甲氧基二苯甲酮、2-羥基-4-甲氧基-4'-甲基二苯甲酮、2-羥基-4-甲氧基二苯甲酮-5-磺酸鹽、4-苯基二苯甲酮、4'-苯基-二苯甲酮-2-羧酸 2-乙基己酯、2-羥基-4-正辛氧基二苯甲酮、4-羥基-3-羧基二苯甲酮等二苯甲酮系紫外線遮蔽劑；3-(4'-甲基亞苄基)-d,l-樟腦、3-亞苄基-d,l-樟腦、尿刊酸、尿刊酸乙酯、2-苯基-5-甲基苯并呋啶、2,2'-羥基-5-甲基苯基苯并三唑、2-(2'-羥基-5'-第三辛基苯基)苯并三唑、2-(2'-羥基-5'-甲基苯基)苯并三唑、二苄胼、聯大茴香甲醯基甲烷、4-甲氧基-4'-第三丁基二苯甲醯基甲烷、5-(3,3-二甲基-2-亞降萆基)-3-



戊烷-2-酮等。

【0073】 作為其他藥劑成分，並無特別限定，例如可列舉：維生素 A 油、視黃醇、視黃醇棕櫚酸酯、肌醇、鹽酸吡哆醇、煙鹼酸苄酯、煙鹼醯胺、DL- $\alpha$ -生育酚煙鹼酸酯、抗壞血酸磷酸鎂、2-O- $\alpha$ -D-吡喃葡萄糖-L-抗壞血酸、維生素 D2（麥角鈣化固醇）、dl- $\alpha$ -生育酚、dl- $\alpha$ -生育酚乙酸酯、泛酸、生物素等維生素類；雌二醇、乙炔雌二醇等激素；精胺酸、天冬胺酸、胱胺酸、半胱胺酸、甲硫胺酸、絲胺酸、白胺酸、色胺酸等胺基酸；尿囊素、萸等抗炎劑；熊果苷等美白劑；單寧酸等收斂劑；L-薄荷腦、樟腦等清涼劑；或硫、鹽酸溶菌酶、鹽酸吡哆醇等。

【0074】 作為各種萃取液，並無特別限定，例如可列舉：魚腥草萃取物、黃柏萃取物、黃香草木樨萃取物、蕁麻萃取物、甘草萃取物、芍藥萃取物、皂草萃取物、絲瓜萃取物、奎寧萃取物、虎耳草萃取物、苦參萃取物、萍蓬草萃取物、茴香萃取物、報春花萃取物、薔薇萃取物、地黃萃取物、檸檬萃取物、紫根萃取物、蘆薈萃取物、菖蒲根萃取物、桉樹萃取物、木賊萃取物、紅根草萃取物、麝香草萃取物、茶萃取物、海藻萃取物、黃瓜萃取物、丁香萃取物、覆盆子萃取物、蜂草萃取物、人蔘萃取物、七葉樹萃取物、桃萃取物、桃葉萃取物、桑樹萃取物、矢車菊萃取物、金縷梅萃取物、胎盤萃取物、胸腺萃取物、絲綢萃取液、甘草萃取物等。

【0075】 作為各種粉體，例如可列舉：鐵丹、氧化鐵黃、氧化鐵黑、雲母鈦、氧化鐵被覆雲母鈦、氧化鈦被覆玻璃薄片等光亮性著色顏料；雲母、滑石、高嶺土、絹雲母、二氧化鈦、二氧化矽等無機粉末或聚乙烯粉末、尼龍粉末、交聯聚苯乙烯、纖維素粉末、聚矽氧粉末等有機粉末等。

為了實現官能特性提昇或化妝持續性提昇，較佳為利用聚矽氧類、氟化合物、金屬皂、油劑、醯基麩胺酸鹽等物質並藉由公知之方法對粉末成分之一部分或全部進行疏水化處理而成者。

#### [實施例]

**【0076】** 為了對本發明進行詳細地說明，以下列舉實施例，但本發明並不僅限定於該等實施例。只要無特別說明，則「%」意指「重量%（質量%）」。

#### **【0077】 實施例 1**

##### (1) 中和

將硫酸鋅七水合物 96.6 g 與 354 g/L 之硫酸鋁水溶液 81.2 mL（以  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  計為 28.7 g）混合，並以總量成為 350 mL 之方式加入離子交換水而獲得金屬鹽混合水溶液。另外將 720 g/L 之氫氧化鈉水溶液 46.7 mL 與碳酸鈉 26.7 g 混合，並以總量成為 350 mL 之方式加入離子交換水而獲得鹼性混合水溶液。於 1 L 之圓底燒瓶中加入離子交換水 50 mL，並於攪拌下加入該等水溶液。此時之漿料之 pH 為 9。然後，於 50°C 攪拌 30 分鐘，藉此獲得漿料。

##### **【0078】 (2) 乾燥、粉碎**

對藉由上述「(1) 中和」所獲得之漿料進行過濾，並進行水洗，直至洗液之導電率成為 100  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以下。將所獲得之濾餅於 105°C 之溫度下乾燥 18 小時，並將乾燥粉 5 g 利用強力粉碎機（OSAKA CHEMICAL 公司製造，FM-1）粉碎 20 秒鐘，藉此獲得水滑石前驅物之粉末。

##### **【0079】 (5) 濕潤環境步驟**

將藉由上述「(2)乾燥、粉碎」所獲得之粉末中之 1 g 放入口內徑 27 mm、高度 15 mm 之玻璃培養皿，並放入至恆溫恆濕器(ESPEC 公司製造,PR-1KT)中，歷時 15 分鐘自室溫調整至 85°C、相對濕度 85%RH，並於 85°C、相對濕度 85%RH 保持 3 小時，然後停止對加熱器通電並冷卻至室溫。再者，該步驟係於大氣中進行。如此獲得含有水滑石型粒子之粉末 (1)。

#### 【0080】 實施例 2~6

於實施例 1 中，將「(5) 濕潤環境步驟」中之保持時間如表 1 所示般進行變更，除此以外，以與實施例 1 相同之方式分別獲得含有水滑石型粒子之粉末 (2) ~ (6)。

#### 【0081】 實施例 7~11

於實施例 1 中，將「(1) 中和」中之反應時間（即於 50°C 之攪拌時間）設為 10 分鐘，並且將「(5) 濕潤環境步驟」中之保持時間如表 1 所示般進行變更，除此以外，以與實施例 1 相同之方式分別獲得含有水滑石型粒子之粉末 (7) ~ (11)。

#### 【0082】 實施例 12

對實施例 10 之藉由「(1) 中和」所獲得之水滑石前驅物漿料進行過濾，並進行水洗，直至洗液之導電率成為 100  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以下。於將所獲得之濾餅 3.3 g（固形物成分 30%）供於「(5) 濕潤環境步驟」時設為表 1 所示。如此獲得含有水滑石型粒子之粉末 (12)。

#### 【0083】 實施例 13、14

##### (3) 熟成

以漿料中之固形物成分換算計成為 42 g 之方式稱取實施例 7 之藉由

「(1) 中和」所獲得之漿料置於 1 L 之圓底燒瓶，並以總量成為 600 mL 之方式加入離子交換水，然後，於 50°C 攪拌 22 小時。對該漿料進行過濾，並進行水洗，直至洗液之導電率成為 100  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以下。將所獲得之濾餅於 105°C 之溫度下乾燥 18 小時，並將乾燥粉 5 g 利用強力粉碎機 (OSAKA CHEMICAL 公司製造, FM-1) 粉碎 20 秒鐘，藉此獲得水滑石前驅物之粉末。將所獲得之粉末中之 1 g 供於實施例 1 之「(5) 濕潤環境步驟」(其中，保持時間如表 1 中記載般進行變更)。如此分別獲得含有水滑石型粒子之粉末 (13)、(14)。

#### 【0084】 比較例 1

##### (1) 中和

將 297 g/L 之硫酸鎂七水合物 136.2 mL (以  $\text{MgSO}_4$  計為 40.5 g) 與 354 g/L 之硫酸鋁水溶液 81.2 mL (以  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  計為 28.7 g) 混合，並以總量成為 350 mL 之方式加入離子交換水而獲得金屬鹽混合水溶液。另外將 720 g/L 之氫氧化鈉水溶液 46.7 mL 與碳酸鈉 26.7 g 混合，並以總量成為 350 mL 之方式加入離子交換水而獲得鹼性混合水溶液。於 1 L 之圓底燒瓶中加入離子交換水 50 mL，並於攪拌下加入該等水溶液。此時之漿料之 pH 為 9。然後，於 50°C 攪拌 30 分鐘，藉此獲得水滑石前驅物之漿料。

##### 【0085】 (2) 乾燥、粉碎

對藉由上述「(1) 中和」所獲得之漿料進行過濾，並進行水洗，直至洗液之導電率成為 100  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以下。將所獲得之濾餅於 105°C 之溫度下乾燥 18 小時，並將乾燥粉 5 g 利用強力粉碎機 (OSAKA CHEMICAL 公司製造, FM-1) 粉碎 20 秒鐘，藉此獲得水滑石前驅物之粉末。將所獲得之粉末中之

1 g 供於實施例 1 之「(5) 濕潤環境步驟」(其中，保持時間如表 2 所示般進行變更)。如此獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c1)。

**【0086】 比較例 2**

於比較例 1 中，將「(1) 中和」中所使用之 Mg 原料變更為表 2 所示之 Zn 原料及 Mg 原料，除此以外，以與比較例 1 相同之方式對所獲得之漿料進行過濾，並進行水洗，直至洗液之導電率成為  $100 \mu\text{S}/\text{cm}$  以下。將所獲得之濾餅於  $105^\circ\text{C}$  之溫度下乾燥 18 小時，並將乾燥粉 5 g 利用強力粉碎機 (OSAKA CHEMICAL 公司製造，FM-1) 粉碎 20 秒鐘，藉此獲得水滑石前驅物之粉末。將所獲得之粉末中之 1 g 供於實施例 1 之「(5) 濕潤環境步驟」(其中，保持時間如表 2 所示般進行變更)。如此獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c2)。

**【0087】 比較例 3**

於實施例 1 中，不進行「(5) 濕潤環境步驟」，除此以外，以與實施例 1 相同之方式獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c3)。

**【0088】 比較例 4、6**

於實施例 1 中，將「(1) 中和」中所使用之 Zn 原料變更為表 2 所示之 Zn 原料及 Mg 原料，並且不進行「(5) 濕潤環境步驟」，除此以外，以與實施例 1 相同之方式分別獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c4)、(c6)。

**【0089】 比較例 5、7**

於實施例 1 中，將「(1) 中和」中所使用之 Zn 原料變更為表 2 所示之 Zn 原料及 Mg 原料，並且將「(5) 濕潤環境步驟」中之相對濕度及保持時間如表 2 中記載般進行變更，除此以外，以與實施例 1 相同之方式分別獲

得含有水滑石型粒子之粉末 (c5)、(c7)。

【0090】 比較例 8、10~12

於實施例 1 中，將「(5) 濕潤環境步驟」中之溫度、相對濕度及保持時間如表 2 所示般進行變更，除此以外，以與實施例 1 相同之方式分別獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c8)、(c10) ~ (c12)。

【0091】 比較例 9

(4) 水熱

以漿料中之固形物成分換算計成為 5.3 g 之方式稱取實施例 1 之藉由「(1) 中和」所獲得之漿料置於 100 mL 之壓力容器中，並以總量成為 75 mL 之方式加入離子交換水，然後，於 180°C 保持 2 小時。對該漿料進行過濾，並進行水洗，直至洗液之導電率成為 100  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以下，藉此獲得濾餅。將所獲得之濾餅於 105°C 之溫度下乾燥 18 小時，並將乾燥粉 5 g 利用強力粉碎機 (OSAKA CHEMICAL 公司製造，FM-1) 粉碎 20 秒鐘，藉此獲得粉末 (c9)，但因大部分為氧化鋅，故而未進行後述評價。

【0092】 比較例 13

(1) 中和

將硫酸鋅七水合物 96.6 g 與 354 g/L 之硫酸鋁水溶液 81.2 mL (以  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  計為 28.7 g) 混合，並以總量成為 350 mL 之方式加入離子交換水而獲得金屬鹽混合水溶液。另外將 720 g/L 之氫氧化鈉水溶液 46.7 mL 與碳酸鈉 26.7 g 混合，並以總量成為 350 mL 之方式加入離子交換水而獲得鹼性混合水溶液。於 1 L 之圓底燒瓶中加入離子交換水 50 mL，並於攪拌下加入該等水溶液。此時之漿料之 pH 為 9。然後，於 50°C 攪拌 10 分鐘，藉此獲

得漿料。

**【0093】** (3) 熟成

以漿料中之固形物成分換算計成為 42 g 之方式稱取上述藉由「(1) 中和」所獲得之漿料置於 1 L 之圓底燒瓶中，並以總量成為 600 mL 之方式加入離子交換水，然後，於 50°C 攪拌 22 小時。對該漿料進行過濾，並進行水洗，直至洗液之導電率成為 100  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以下。將所獲得之濾餅於 105°C 之溫度下乾燥 18 小時，並將乾燥粉 5 g 利用強力粉碎機 (OSAKA CHEMICAL 公司製造，FM-1) 粉碎 20 秒鐘，藉此獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c13)。

**【0094】** 比較例 14

於實施例 7 中，不進行「(5) 濕潤環境步驟」，除此以外，以與實施例 7 相同之方式獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c14)。

**【0095】** 比較例 15

於比較例 13 中，將「(3) 熟成」中之熟成溫度 (50°C) 變更為 85°C，除此以外，以與比較例 13 相同之方式獲得濾餅。將所獲得之濾餅於 105°C 之溫度下乾燥 18 小時，並將乾燥粉 5 g 利用強力粉碎機 (OSAKA CHEMICAL 公司製造，FM-1) 粉碎 20 秒鐘，藉此獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c15)。

**【0096】** 比較例 16、17

將比較例 15 之「(3) 熟成」所獲得之水滑石之粉末中之 1 g 供於實施例 1 之「(5) 濕潤環境步驟」(其中，保持時間如表 2 所示般進行變更)。如此分別獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c16)、(c17)。

**【0097】** 比較例 18

於比較例 13 中，將「(3) 熟成」中之熟成溫度 (50°C) 變更為 100°C，

除此以外，以與比較例 13 相同之方式獲得濾餅。將所獲得之濾餅於 105°C 之溫度下乾燥 18 小時，並將乾燥粉 5 g 利用強力粉碎機( OSAKA CHEMICAL 公司製造，FM-1 ) 粉碎 20 秒鐘，藉此獲得含有水滑石型粒子之粉末 (c18)。

**【0098】 參考例 1**

作為參考，將作為市售品之水滑石類化合物 ( STABIACE · HT-1-NC ，  
 $(\text{Mg})_{0.67}(\text{Al})_{0.33}(\text{OH})_2(\text{CO}_3^{2-})_{0.17} \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$  ， 堺化學工業公司製造 ) 設為參考例 1 之  
粉末 ( 參考例 1 所獲得之水滑石型粒子 )。

**【0099】** 針對各實施例及比較例所獲得之水滑石型粒子 ( 粉體 ) ， 以  
及供於「(5) 濕潤環境步驟」時之前驅物 ( 於不進行「(5) 濕潤環境步驟」  
之情形時為生成物 ) ， 按照以下方法分別進行物性之測量及評價。

**【0100】 1、半高寬之測量**

針對所獲得之各粉體，按照以下條件對粉末 X 射線繞射圖案 ( 亦簡稱  
為 X 射線繞射圖案 ) 進行測量。例如，將實施例 11 所獲得之粉體之 X 射線  
繞射圖案示於圖 1。然後，根據所獲得之各粉體之藉由 X 射線繞射之測量  
所獲得之繞射圖案，對 (003) 及 (006) 半高寬進行測量。將結果示於表 3  
及 4。

再者，實施例所獲得之所有粉體之 X 射線繞射圖案與 JCPDS 卡  
00-048-1023 一致。

**【0101】 -分析條件-**

使用機器：理學公司製造 RINT-UltimaIII

放射源：CuK $\alpha$

電壓：50 kV



電流：300 mA

試樣旋轉速度：60 rpm

發散狹縫：1.00 mm

縱向發散限制狹縫：10 mm

散射狹縫：開放

受光狹縫：開放

掃描模式：FT

計數時間：2.0 秒

步寬：0.0200°

操作軸： $2\theta / \theta$

掃描範圍：1.6000~70.0000°

累計次數：1 次

用於水滑石型粒子之鑑定的是以下資料。

$\text{Zn}_{0.67}\text{Al}_{0.33}(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_{0.165} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ：JCPDS 卡 00-048-1023

$\text{Mg}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ：JCPDS 卡 00-051-1525

再者，於使用  $\text{CuK}\alpha$  線作為放射源之 X 射線繞射中，水滑石之最大波峰即源自 (003) 面之波峰位於  $2\theta = 11.6^\circ$  附近，源自 (006) 面之波峰位於  $2\theta = 23.4^\circ$  附近。

### 【0102】 2、比表面積 (SSA) 之測量

按照以下條件進行比表面積 (SSA) 之測量。將結果示於表 3 及 4。

使用機器：Mountech 公司製造，Macisorb Model HM-1220

環境：氮氣 ( $\text{N}_2$ )

外部脫氣裝置之脫氣條件：105°C-15 分鐘

比表面積測量裝置本體之脫氣條件：105°C-5 分鐘

**【0103】** 3、中值粒徑 ( $D_{50}$ ) 及粒度分佈之陡峭度 ( $D_{90}/D_{10}$ )

藉由雷射繞射-散射式粒度分析儀 (堀場公司製造，型號：LA-950-V2)

進行粒度分佈測量。

首先，於樣品 (試樣粉體) 0.1 g 中加入 0.025 wt% 六偏磷酸鈉水溶液 60 mL，使用超音波均質機 (US-600，日本精機製作所製造)，將強度設定為 V-LEVEL3 進行 2 分鐘分散處理，藉此準備樣品之懸浮液。然後，使 0.025 wt% 六偏磷酸鈉水溶液於試樣循環器中進行循環，以透過率成為 80~95% 之方式滴加上述懸浮液，以循環速度 5、攪拌速度 1 進行 60 秒超音波分散，然後進行測量。將結果示於表 3 及 4。

**【0104】** 4、元素分析

水滑石中之 Mg、Zn、Al 含量可使用電感耦合電漿 (ICP) 發射光譜分析法並按照以下方法進行測量。

具體而言，如以下般，使用分光器 (SII 公司製造，ICP SPS3100) 並藉由以釷 (Sc) 作為內標準元素之內標準法進行測量。

首先，準確稱量試樣約 0.2 g 置於燒杯中，加入鹽酸約 5 mL 使其溶解，並填充於 100 mL 容量瓶中，利用離子交換水進行定容。將其於 Mg 含量測量中以 20 倍、於 Zn 含量測量中以 50 倍、於 Al 含量測量中以 10 倍進行稀釋，並且以 Sc 濃度成為 10 ppm 之方式添加 Sc 標準溶液，將所得之溶液作為測試液，按照下述測量條件進行測量，將所獲得之原始資料利用下述計算條件進行計算，藉此算出 Mg、Zn、Al 含量。將結果示於表 3 及 4。

**【0105】 -測量條件-**

使用分光器（SII 公司製造，ICP SPS3100），於波長 279.55 nm（Mg）、213.86 nm（Zn）、396.15 nm（Al）、361.49 nm（Sc）分別製作校正曲線，然後，對試樣進行測量。

作為校正曲線用試樣之濃度，使用

Mg (ppm) = 50、40、30、20、10；

Zn (ppm) = 20、16、12、8、4；

Al (ppm) = 50、40、30、20、10

之各 5 點。

再者，任一校正曲線用試樣均以 Sc 濃度成為 10 ppm 之方式添加 Sc 標準溶液。計算條件如下所述。

各含量 (%) = 原始資料 × 100 / 試樣重量 (g) × 稀釋倍率 / 10000

**【0106】** 又，使用如上述般求出之 Mg、Zn、Al 含量（重量%），並藉由下述計算式：

$$x = (Al \text{ 含量} / 26.982) \div \{ (Mg \text{ 含量} / 24.305) + (Zn \text{ 含量} / 65.38) + (Al \text{ 含量} / 26.982) \},$$

求出上述式（1）中之 x 相應之值。將結果示於表 3 及 4。

**【0107】 5、細孔體積**

使用自動比表面積／細孔分佈測量裝置（製品名「BEL SORP-miniII」，NIPPON BEL 公司製造）進行測量。將樣品 0.1 g 填充於測量單元，於 200 °C 進行脫氣處理之後進行測量。

關於用以算出平均細孔直徑、總細孔體積及細孔分佈之分析法，使用

BJH 法。

所謂平均細孔直徑，表示用總細孔體積之 4 倍除以表面積而得之值。其係將樣品中之所有細孔假定為圓筒形，並將該圓筒型細孔設為體積  $V$ 。此時圓筒型細孔之體積由以下之式 (i) 表示。

$$V = \pi D^2 L / 4 \quad (\text{i})$$

式中， $D$  設為細孔直徑， $L$  設為圓筒型細孔之長度。

繼而，利用以下式 (ii) 表示圓筒型細孔之側面積  $A$ 。

$$A = \pi DL \quad (\text{ii})$$

根據上述式 (i) 及 (ii)，可獲得以下之式 (iii)。

$$D = 4V / A \quad (\text{iii})$$

將由上述式 (iii) 算出之  $D$  設為平均細孔直徑。

總細孔體積係根據藉由 BJH 法而得之細孔分佈結果而獲得之全部範圍之細孔之累計值。將結果示於表 3 及 4。

#### 【0108】 6、平均板面徑、平均厚度及寬高比

對各粉體藉由場發射型掃描電子顯微鏡（日本電子公司製造，JSM-7000F），以映現 50~10000 個左右粒子之方式拍攝電子顯微鏡照片。將位於在該電子顯微鏡照片上隨機地劃出之直線上之 20 個粒子之板面徑之平均值設為各粉體之平均板面徑。利用相同之方法算出平均厚度（20 個粒子之厚度之平均值），並藉由（平均板面徑／平均厚度）求出寬高比。於不易測量板面徑、厚度之情形時，使用適當提高倍率進行拍攝而得者進行測量。逐個更換實施例、比較例所分別拍攝之粉體，重複進行該操作 10 次，算出所求出之寬高比之平均值。將結果示於表 3 及 4。又，針對實施例所獲得之

粉體，於算出平均板面徑與平均厚度時，同時算出平均板面徑及平均厚度之標準偏差（將與平均值之差之平方進行平均而得之值之平方根）及其變動係數（用標準偏差除以平均值而得之值）。將結果示於表 3。

#### 【0109】 7、顏料 pH

對各粉體之顏料 pH 藉由依據「JIS K5101-17-1：2004」之顏料測試方法之以下方法進行測量。

於帶塞之玻璃容器中於蒸餾水 50 g 中投入試樣 5 g，於將塞取下之情況下，加熱約 5 分鐘設為煮沸狀態，然後進而煮沸 5 分鐘。煮沸後，塞緊塞放置冷卻至常溫之後，將塞拔出，加入與減量相當之蒸餾水，再次塞上塞振盪混合 1 分鐘後，靜置 5 分鐘。將塞取下，利用 pH 測量器對 pH 進行測量。將結果示於表 3 及 4。

#### 【0110】 8、吸油量

利用依據 JIS K5101-13-1（2004 年）之以下方法，使用肉豆蔻酸異丙酯對吸油量進行測量。

準確稱量試樣約 0.5 g 置於藥包紙，並將試樣載置於玻璃板之中央 10 cm 之毛玻璃部分。於微滴定管中加入肉豆蔻酸異丙酯（稱為「IPM」），對試樣滴加 0.2 mL，並利用刮刀進行攪混。然後，每次 1~2 滴地加入 IPM，當每次滴加時，利用刮刀對整體進行攪混。將整體開始成為硬之油灰狀之塊時設為終點。

吸油量係藉由以下之式而算出。將結果示於表 3（及 4）。

$$\text{吸油量 (ml/100 g)} = \{V \text{ (mL)} \div \text{試樣重量 (g)}\} \times 100$$

#### 【0111】 9、滑動性（MIU、MMD）

各試樣之滑動性評價係利用如下方法進行。

將雙面膠帶貼附於載玻片，並於黏著面載置半藥匙左右之粉末（試樣），利用化妝用海綿使粉末展開，並於其上設置摩擦元件。使載玻片移動，根據施加至摩擦元件之負荷對平均摩擦係數 MIU 及平均摩擦係數之變動值 MMD 進行測量。測量係藉由摩擦感測試機（Kato Tech 製造，KES-SE）進行。

作為比較對象，使用板狀硫酸鋇·H（堺化學工業公司製造）、及作為市售之水滑石類化合物的 STABIACE·HT-1NC（堺化學工業公司製造）（參考例 1）。

板狀硫酸鋇·H 之平均摩擦係數 MIU 為 0.64，平均摩擦係數之變動值 MMD 為 0.0103，STABIACE·HT-1NC 之平均摩擦係數 MIU 為 0.897，平均摩擦係數之變動值 MMD 為 0.047。

再者，平均摩擦係數 MIU 係數值越小表示粉體越滑之指標，摩擦係數之變動值 MMD 係數值越小表示越滑且無粗澀之指標。將結果示於表 3（及 4）。

#### 【0112】 10、作為化妝料之評價（官能評價）

（1）首先，使用咖啡磨豆機，將實施例及比較例所獲得之水滑石 20.00 重量%、雲母（製品名：Y-2300X；YAMAGUCHI MICA 公司製造）24.83 重量%、絹雲母（製品名：FSE；Sanshin Mining 公司製造）29.79 重量%、球狀聚矽氧（製品名：KSP-105；信越化學工業公司製造）6.44 重量%、氧化鈦（製品名：R-3LD；堺化學工業公司製造）7.36 重量%、氧化鐵（黃）（製品名：氧化鐵黃；PINOVA 公司製造）1.10 重量%、氧化鐵（紅）（製品名：鐵

丹；PINOA 公司製造) 0.37 重量%、金屬皂 (製品名：JPM-100；堺化學工業公司製造) 0.92 重量%、及油 (製品名：KF96；信越化學工業公司製造) 9.20 重量%攪拌混合 1 分 30 秒鐘。

採取所獲得之粉體狀之混合物 0.8 g 置於直徑 20 mm $\phi$  之模具，使用壓製機，以 200 kgf/cm<sup>2</sup> 之壓力保持 30 秒鐘，而製作含有水滑石之粉餅。

【0113】 (2) 又，作為比較，使用咖啡磨豆機，將雲母 (製品名：Y-2300X；YAMAGUCHI MICA 公司製造) 31.03 重量%、絹雲母 (製品名：FSE；Sanshin Mining 公司製造) 37.24 重量%、球狀聚矽氧 (製品名：KSP-105；信越化學工業公司製造) 8.05 重量%、氧化鈦 (製品名：R-3LD；堺化學工業公司製造) 9.20 重量%、氧化鐵 (黃) (製品名：氧化鐵黃；PINOA 公司製造) 1.38 重量%、氧化鐵 (紅) (製品名：鐵丹；PINOA 公司製造) 0.46 重量%、金屬皂 (製品名：JPM-100；堺化學工業公司製造) 1.15 重量%、及油 (製品名：KF96；信越化學工業公司製造) 11.49 重量%攪拌混合 1 分 30 秒鐘。

採取所獲得之粉體狀之混合物 0.8 g 置於直徑 20 mm $\phi$  之模具，使用壓製機，以 200 kgf/cm<sup>2</sup> 之壓力保持 30 秒鐘而製作不含有水滑石之粉餅。

【0114】 (3) 對 10 位官能檢查員塗抹上述 (1) 及 (2) 所分別獲得之粉餅，針對含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感，請檢查員在以下所示之基準中選擇而進行評價。再者，測試係以盲檢之方式進行。將評價結果示於表 3 及表 4。

(塗抹觸感之評價基準)

◎：使用上述 (1) 之含有水滑石之粉餅較使用上述 (2) 之不含有水

滑石之粉餅，塗抹觸感良好。

○：兩者均為相同之塗抹觸感。

×：使用上述（2）之不含有水滑石之粉餅較使用上述（1）之含有水滑石之粉餅，塗抹觸感良好。

#### 【0115】 11、SEM 圖像

利用場發射型掃描電子顯微鏡（日本電子公司製造，JSM-7000F）對粒子之形狀進行觀察。將實施例 11 所獲得之粉體之電子顯微鏡照片示於圖 2-1 ~2-4。

#### 【0116】 12、水溶液中之磷化合物吸附率

使用磷酸氫鉀，對將磷酸根離子濃度分別調整為 50、25、5 ppm 之溶液 100 g 添加試樣 1 g 並攪拌特定之時間後進行過濾，對過濾後之溶液之磷酸根離子濃度利用離子層析儀（Dionex 公司製造，型號：ICS-2000）進行測量。將針對使用實施例 11 所獲得之粉體之情形經時測量而得之磷酸根離子濃度示於圖 3-1、3-2 及 3-3。為了進行比較，該等圖式中，一併記載使用參考例 1 之粉末之情形之經時磷酸根離子濃度。

根據以下式，算出對經過 a 小時後之對照組（blank）之磷化合物吸附率。

$$\text{磷化合物吸附率 (\%)} = 100 \times \left( \frac{\text{經過 a 小時後之對照組之磷酸根離子濃度} - \text{經過 a 小時後之評價樣品 (試樣) 之磷酸根離子濃度}}{\text{經過 a 小時後之對照組之磷酸根離子濃度}} \right)$$

再者，經過 a 小時後之對照組之磷酸根離子濃度係使用磷酸氫鉀對將磷酸根離子濃度調整為 50、25、5 ppm 之溶液 100 g 於不加入評價樣品之情



況下攪拌特定之時間並經過 a 小時後之進行過濾後之溶液的磷酸根離子濃度。經過 1 小時後、經過 2 小時後，經過 4 小時後之對照組之磷酸根離子濃度分別成為 50 ppm、25 ppm、5 ppm，為與初始值相同之值。

### 【0117】 13、氨氣吸附率

將各試樣粉末 1.0 g 放入 5 L 之取樣袋 (GL Science 公司製造) 中，亦準備作為對照組的未加入樣品之 5 L 之取樣袋。將含有氨 100 ppm 之氮氣 3 L 注入至取樣袋內，然後立即密封，並於 20°C、濕度 65% 之條件下靜置 1 小時。靜置後，利用吸引器吸入取樣袋內之氣體 100 mL，利用 GASTEC 公司製造之探測管 (No.3La) 對氨之濃度進行測量。將使用實施例 11 所獲得之粉體之情形之氨濃度之經時變化示於圖 4。為了進行比較，圖 4 中一併記載使用比較例 18 及參考例 1 所獲得之粉末之情形之氨濃度之經時變化。

根據以下式，算出相對於對照組之氨氣吸附率。

$$\text{氨氣吸附率 (\%)} = 100 \times (\text{對照組之氨濃度} - \text{評價樣品之氨濃度}) / (\text{對照組之氨濃度})$$

再者，對照組之氨濃度係將於不加入評價樣品之情況下僅加入含有氨 100 ppm 之氮氣 3 L 之取樣袋密封並靜置 1 小時之後所測得之氨濃度。對照組之氨濃度為 100 ppm。

### 【0118】 14、示差熱-熱重量測量

針對實施例 11 及參考例 1 之粉末，進行示差熱-熱重量測量 (TG/DTA)。具體而言，根據以下條件進行示差熱-熱重量測量 (TG/DTA)。將測量結果示於圖 5-1 及 5-2。

-測量條件-

測量機：日立高新技術科學公司製造，示差熱-熱重量測量裝置（型號：  
TG/DTA6300）

升溫速度：10°C/min

測量溫度範圍：30~500°C

測量環境：大氣 200 mL/min

參考：Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

樣品重量：10.0 mg

試樣容器：Al

【0119】 [表 1]

	步驟 (I)					步驟 (II)					備註
	添加-反應條件					濕潤環境步驟					
	ZnSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O 使用量 (g)	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> 使用量 (g)	反應時間 (min)	(003) 半高寬 (°)	(006) 半高寬 (°)	SSA (m <sup>2</sup> /g)	溫度 (°C)	濕度 (%)	時間 (h)		
實施例 1	96.6	28.7	30	0.77	0.78	61	85	85	3	-	
實施例 2	96.6	28.7	30	0.77	0.78	61	85	85	6	-	
實施例 3	96.6	28.7	30	0.77	0.78	61	85	85	22	-	
實施例 4	96.6	28.7	30	0.77	0.78	61	85	85	48	-	
實施例 5	96.6	28.7	30	0.77	0.78	61	85	85	72	-	
實施例 6	96.6	28.7	30	0.77	0.78	61	85	85	168	-	
實施例 7	96.6	28.7	10	1.08	0.93	82	85	85	22	-	
實施例 8	96.6	28.7	10	1.08	0.93	82	85	85	48	-	
實施例 9	96.6	28.7	10	1.08	0.93	82	85	85	72	-	
實施例 10	96.6	28.7	10	1.08	0.93	82	85	85	96	-	
實施例 11	96.6	28.7	10	1.08	0.93	82	85	85	168	-	
實施例 12	96.6	28.7	10	1.08	0.93	82	85	85	96	將固形物成分 30% 之 濾餅供試於步驟 (II)	
實施例 13	96.6	28.7	10	0.69	0.7	79	85	85	44	中和後將漿料進行熟 成處理而製作前驅物	
實施例 14	96.6	28.7	10	0.69	0.7	79	85	85	132	中和後將漿料進行熟 成處理而製作前驅物	

【0120】 [表 2-1]

	步驟 (I)										步驟 (II)				備註
	添加-反應條件					前驅物之物性					濕潤環境步驟				
	ZnSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O 使用量 (g)	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> 使用量 (g)	MgSO <sub>4</sub> 使用量 (g)	反應時間 (min)	(003) 半高 寬 (°)	(006) 半高 寬 (°)	SSA (m <sup>2</sup> /g)	溫度 (°C)	濕度 (%)	時間 (h)					
比較例 1	-	28.7	40.5	30	1.50	1.41	58	85	85	174	-	-	-	-	
比較例 2	12.1	28.7	35.4	30	1.30	1.49	65	85	85	154	-	-	-	-	
比較例 3	96.6	28.7	-	30	0.77	0.78	61	-	-	-	-	-	-	-	
比較例 4	72.5	28.7	10.1	30	1.02	0.96	97	-	-	-	-	-	-	-	
比較例 5	72.5	28.7	10.1	30	1.02	0.96	97	85	25	22	-	-	-	-	
比較例 6	48.3	28.7	20.2	30	1.34	1.31	118	-	-	-	-	-	-	-	
比較例 7	48.3	28.7	20.2	30	1.34	1.31	118	85	25	22	-	-	-	-	
比較例 8	96.6	28.7	-	30	0.77	0.78	61	85	25	22	-	-	-	-	
比較例 9	96.6	28.7	-	30	-	-	-	-	-	-	-	-	-	中和後將漿料進行水 熱處理而製作前驅物	

【0121】 [表 2-2]

	步驟 (I)						步驟 (II)				備註		
	添加-反應條件						前驅物之特性					濕潤環境步驟	
	ZnSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O 使用量 (g)	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> 使用量 (g)	MgSO <sub>4</sub> 使用量 (g)	反應時間 (min)	(003) 半高寬 (°)	(006) 半高 寬 (°)	SSA (m <sup>2</sup> /g)	溫度 (°C)	濕度 (%)	時間 (h)			
比較例 10	96.6	28.7	-	30	0.77	0.78	61	50	90	22	-		
比較例 11	96.6	28.7	-	30	0.77	0.78	61	50	90	48	-		
比較例 12	96.6	28.7	-	30	0.77	0.78	61	50	90	168	-		
比較例 13	96.6	28.7	-	10	0.69	0.70	79	-	-	-	中和後將漿料進行熟 成處理而製作前驅物		
比較例 14	96.6	28.7	-	10	1.08	0.93	82	-	-	-	-		
比較例 15	96.6	28.7	-	10	0.35	0.34	32	-	-	-	中和後將漿料進行熟 成處理而製作前驅物		
比較例 16	96.6	28.7	-	10	0.35	0.34	32	85	85	22	中和後將漿料進行熟 成處理而製作前驅物		
比較例 17	96.6	28.7	-	10	0.35	0.34	32	85	85	168	中和後將漿料進行熟 成處理而製作前驅物		
比較例 18	96.6	28.7	-	10	0.23	0.21	17	-	-	-	中和後將漿料進行熟 成處理而製作前驅物		

【0122】 [表 3-1]

	水滑石 No.	生成物物性									
		D <sub>50</sub> ( $\mu\text{m}$ )	D <sub>90</sub> /D <sub>10</sub>	(003) 半高寬 ( $^{\circ}$ )	(006) 半高寬 ( $^{\circ}$ )	Mg 含量 (重量%)	Zn 含量 (重量%)	Al 含量 (重量%)	式(1)中 之 x	總細孔體積 ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	
實施例 1	1	9.2	6	0.62	0.73	0	40	8.2	0.33	0.34	
實施例 2	2	8.7	51	0.60	0.69	0	40	8.2	0.33	0.28	
實施例 3	3	8.3	75	0.55	0.65	0	40	8.2	0.33	0.17	
實施例 4	4	8.2	78	0.53	0.62	0	40	8.2	0.33	0.14	
實施例 5	5	8.9	99	0.51	0.61	0	40	8.2	0.33	0.11	
實施例 6	6	9.4	107	0.48	0.61	0	40	8.2	0.33	0.10	
實施例 7	7	6.4	5	0.78	0.70	0	40	8.2	0.33	0.18	
實施例 8	8	6.1	66	0.83	0.67	0	40	8.2	0.33	0.16	
實施例 9	9	6.3	44	0.83	0.67	0	40	8.2	0.33	0.14	
實施例 10	10	6.5	61	0.83	0.65	0	40	8.2	0.33	0.15	
實施例 11	11	6.1	64	0.87	0.61	0	40	8.2	0.33	0.08	
實施例 12	12	160	43	0.77	0.83	0	40	8.2	0.33	0.13	
實施例 13	13	7.8	59	0.56	0.45	0	40	8.2	0.33	0.17	
實施例 14	14	8.2	64	0.54	0.40	0	40	8.2	0.33	0.11	

【0123】 [表 3-2]

實施例	水滑石 No.	生成物物性											官能 評價		
		平均板面 徑 (nm)	平均厚 度 (nm)	寬高比 (平均板面徑/ 平均厚度)之平 均值	10 次操作中，寬 高比未達 4.0 或超 過 20.0 之次數 (次)	平均板面 徑之標準 偏差	平均厚 度之標 準偏差	變動係數 (標準偏差/ 平均板面 徑)	變動係數 (標準偏差/ 平均厚度)	SSA (m <sup>2</sup> /g)	顏料 pH	吸油量 (mL/100 g)		MTU	MMD
實施例 1	1	195	45	4.3	0/10	19	8	0.10	0.17	25	7.8	-	-	-	○
實施例 2	2	191	47	4.1	0/10	26	6	0.13	0.12	22	7.8	-	-	-	○
實施例 3	3	303	65	4.7	0/10	38	4	0.13	0.07	18	7.8	42	0.54	0.015	○
實施例 4	4	287	43	6.7	0/10	38	4	0.13	0.08	16	7.8	-	-	-	○
實施例 5	5	356	56	6.4	0/10	22	13	0.06	0.23	15	7.8	42	0.41	0.017	◎
實施例 6	6	378	68	5.6	0/10	105	12	0.28	0.18	14	7.8	42	0.46	0.018	◎
實施例 7	7	272	47	5.8	0/10	50	5	0.18	0.10	24	7.9	-	-	-	○
實施例 8	8	237	42	5.6	0/10	69	3	0.29	0.08	21	7.8	-	-	-	○
實施例 9	9	311	46	6.8	0/10	74	11	0.24	0.23	19	7.8	-	-	-	◎
實施例 10	10	356	54	6.6	0/10	101	8	0.28	0.16	19	8.0	-	-	-	◎
實施例 11	11	464	55	8.5	0/10	67	6	0.14	0.11	16	8.0	70	0.694	0.011	◎
實施例 12	12	205	33	6.2	0/10	31	3	0.15	0.10	8	7.8	-	-	-	○
實施例 13	13	246	59	4.2	0/10	48	16	0.20	0.27	22	7.8	-	-	-	○
實施例 14	14	325	54	6.0	0/10	82	9	0.25	0.16	20	7.8	-	-	-	○

【0124】 [表 4-1]

	水滑石 No.	生成物物性								
		D <sub>50</sub> ( $\mu\text{m}$ )	D <sub>90</sub> /D <sub>10</sub>	(003)半 高寬 (°)	(006)半 高寬 (°)	Mg 含量 (重量%)	Zn 含量 (重量%)	Al 含量 (重量%)	式(1)中 之 x	總細孔體 積 (cm <sup>3</sup> /g)
比較例 1	c1	6.7	3	1.02	1.26	20	0	11.2	※	0.24
比較例 2	c2	11	4	1.17	1.06	17	6	10.7	※	0.27
比較例 3	c3	9.3	4	0.77	0.78	0	40	8.2	0.33	0.61
比較例 4	c4	8.9	3	1.02	0.96	3.9	32	8.5	※	0.79
比較例 5	c5	8.9	3	0.73	0.70	3.9	32	8.5	※	0.76
比較例 6	c6	8.4	1	1.34	1.31	6.0	17	6.9	※	0.97
比較例 7	c7	8.0	1	0.93	0.90	6.0	17	6.9	※	0.94
比較例 8	c8	9.7	5	0.68	0.72	0	40	8.2	0.33	0.59
比較例 9	c9	-	-	-	-	-	-	-	-	-
比較例 10	c10	10.3	6	0.66	0.74	0	40	8.2	0.33	0.54
比較例 11	c11	10.7	9	0.65	0.72	0	40	8.2	0.33	0.48
比較例 12	c12	9.9	10	0.60	0.70	0	40	8.2	0.33	0.39
比較例 13	c13	8.6	4	0.69	0.70	0	40	8.2	0.33	0.68
比較例 14	c14	7.9	3	1.08	0.93	0	40	8.0	0.33	0.71
比較例 15	c15	5.1	29	0.35	0.34	0	40	8.2	0.33	0.29
比較例 16	c16	5.8	3	0.31	0.31	0	40	8.2	0.33	0.20
比較例 17	c17	0.2	24	0.29	0.30	0	40	8.2	0.33	0.13
比較例 18	c18	0.2	25	0.23	0.21	0	40	8.2	0.33	0.17

※記號意指不滿足式(1)。

【0125】 [表 4-2]

	水滑石 No.	生成物物性					
		平均板面 徑 (nm)	平均厚度 (nm)	寬高比 (平均板面徑/平均厚 度)之平均值	SSA (m <sup>2</sup> /g)	顏料 pH	官能 評價
比較例 1	c1	171	47	3.6	21	8.5	×
比較例 2	c2	141	39	3.6	8	8.4	×
比較例 3	c3	130	30	4.3	61	6.7	×
比較例 4	c4	120	33	3.7	97	8.4	×
比較例 5	c5	90	32	2.8	64	8.4	×
比較例 6	c6	103	38	2.7	118	8.8	×
比較例 7	c7	97	26	3.7	95	8.8	×
比較例 8	c8	112	32	3.5	43	7.8	×
比較例 9	c9	-	-	-	-	-	-
比較例 10	c10	102	28	3.6	35	7.0	×
比較例 11	c11	122	35	3.5	27	7.8	×
比較例 12	c12	139	42	3.3	21	7.8	×
比較例 13	c13	120	32	3.8	79	7.7	×
比較例 14	c14	86	27	3.2	82	7.1	×
比較例 15	c15	136	46	3.0	32	7.2	×
比較例 16	c16	144	40	3.6	23	7.8	×
比較例 17	c17	128	35	3.7	21	7.8	×
比較例 18	c18	186	72	2.6	17	7.8	×



【0126】 根據以上實施例及比較例，確認到以下情況。

實施例 1~14 所獲得之粉體全部屬於本發明之板狀水滑石型粒子，相對於參考例 1 中之市售之水滑石粉末而言，滑動性 (MIU、MMD) 明顯較高。尤其是實施例 11 所獲得之粉體表現出與板狀硫酸鋁·H (堺化學工業公司製造，MIU=0.64，MMD=0.0103) 大致相同或其以上之滑動性。關於此情況，例如根據實施例 11 所獲得之粉體之電子顯微鏡照片 (圖 2-1~2-4) 所知般，可推測其原因在於：所獲得之粉體為薄板狀，並且為表面無微小粗澀之平滑之粒子。另一方面，就結構式、平均板面徑、寬高比及顏料 pH 中之 1 者以上不在本發明規定之範圍內之方面而言，比較例 1~18 所獲得之粉體均與本發明之板狀水滑石型粒子不同，相對於此種比較例 1~18 所獲得之粉體，實施例 1~14 所獲得之粉體結果成為含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感極良好 (參照表 3、4)。

【0127】 又，根據圖 3-1~3-3 及圖 4，可知：本發明之板狀水滑石型粒子為氨氣及磷化合物之吸附能力亦優異者。例如，於使用實施例 11 所獲得之粉體之情形時，由於在 1 小時後與 22 小時後氨濃度不變 (參照圖 4)，故而可知在 1 小時達到吸附平衡。相對於此，比較例 18 所獲得之粉體為 Zn-Al 型粒狀水滑石，其比表面積 (SSA) 雖與實施例 11 所獲得之粉體大致相同，但與使用比較例 18 所獲得之粉體之情形相比，使用實施例 11 所獲得之粉體之情形時氨氣吸附能力明顯較高 (參照圖 4)。因此，可知：於濕潤環境下合成之本發明之板狀水滑石型粒子 (Zn-Al 型) 之氨氣吸附能力特別高。又，關於實施例 11 所獲得之粉體，氨氣吸附前後之粉體之顏色變化在目視觀察時未發現變化。進而，將使實施例 11 所獲得之粉體吸附氨氣 22 小時而得之

粉進行過濾、水洗、乾燥，並再次進行相同之氨氣吸附測試，結果表現出與初期相同之吸附特性，因此可知亦可在吸附後加以再利用。

**【0128】** 因此，確認本發明之板狀水滑石型粒子之滑動性優異，對皮膚之刺激性得到充分降低，並且含有於化妝料時對皮膚之塗抹觸感良好，而且氨氣及磷化合物之吸附能力格外優異。

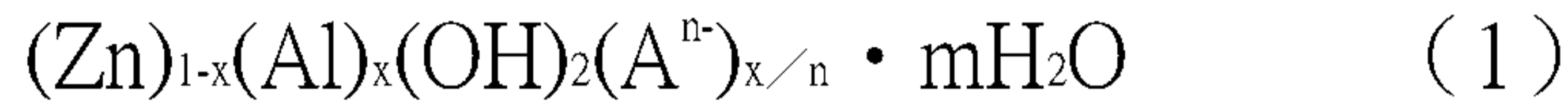
**【符號說明】**

無。

## 申請專利範圍

1. 一種板狀水滑石型粒子，

以下述式 (1) 表示，



(式中， $\text{A}^{n-}$  表示  $n$  價之層間陰離子； $x$  及  $n$  分別為滿足  $0.2 \leq x \leq 0.4$ 、 $1 \leq n \leq 4$  之整數之條件之數； $m$  為 0 以上之數)，

平均板面徑為 150~500 nm，寬高比(aspect ratio) (平均板面徑/平均厚度) 為 4.0~20.0，藉由 JIS K5101-17-1 (2004 年) 之顏料測試方法而得之 pH 值為 6.0~8.5。

2. 如申請專利範圍第 1 項之板狀水滑石型粒子，其藉由 BJH 法而得之細孔體積為  $0.01 \sim 1.0 \text{ cm}^3/\text{g}$ 。
3. 如申請專利範圍第 1 項之板狀水滑石型粒子，其表面之一部分或全部被矽化合物被覆。
4. 如申請專利範圍第 2 項之板狀水滑石型粒子，其表面之一部分或全部被矽化合物被覆。
5. 如申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之板狀水滑石型粒子，其中，該式 (1) 中， $x$  及  $n$  分別為滿足  $0.30 \leq x \leq 0.35$ 、 $1 \leq n \leq 3$  之整數之條件之數， $\text{A}^{n-}$  為碳酸根離子 ( $\text{CO}_3^{2-}$ )。
6. 一種化妝料，其含有申請專利範圍第 1 至 5 項中任一項之板狀水滑石型粒子。

# 圖式

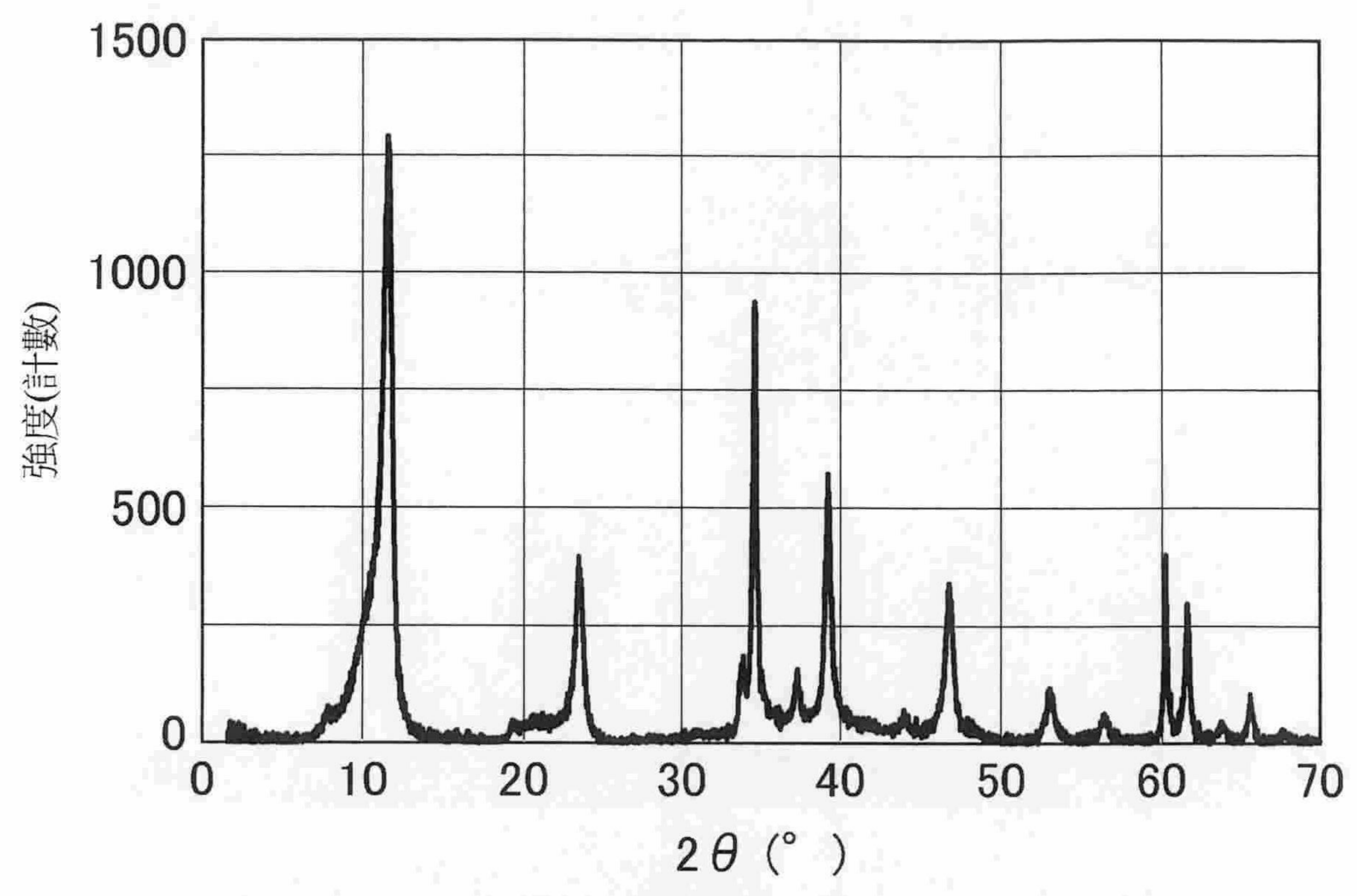


圖1

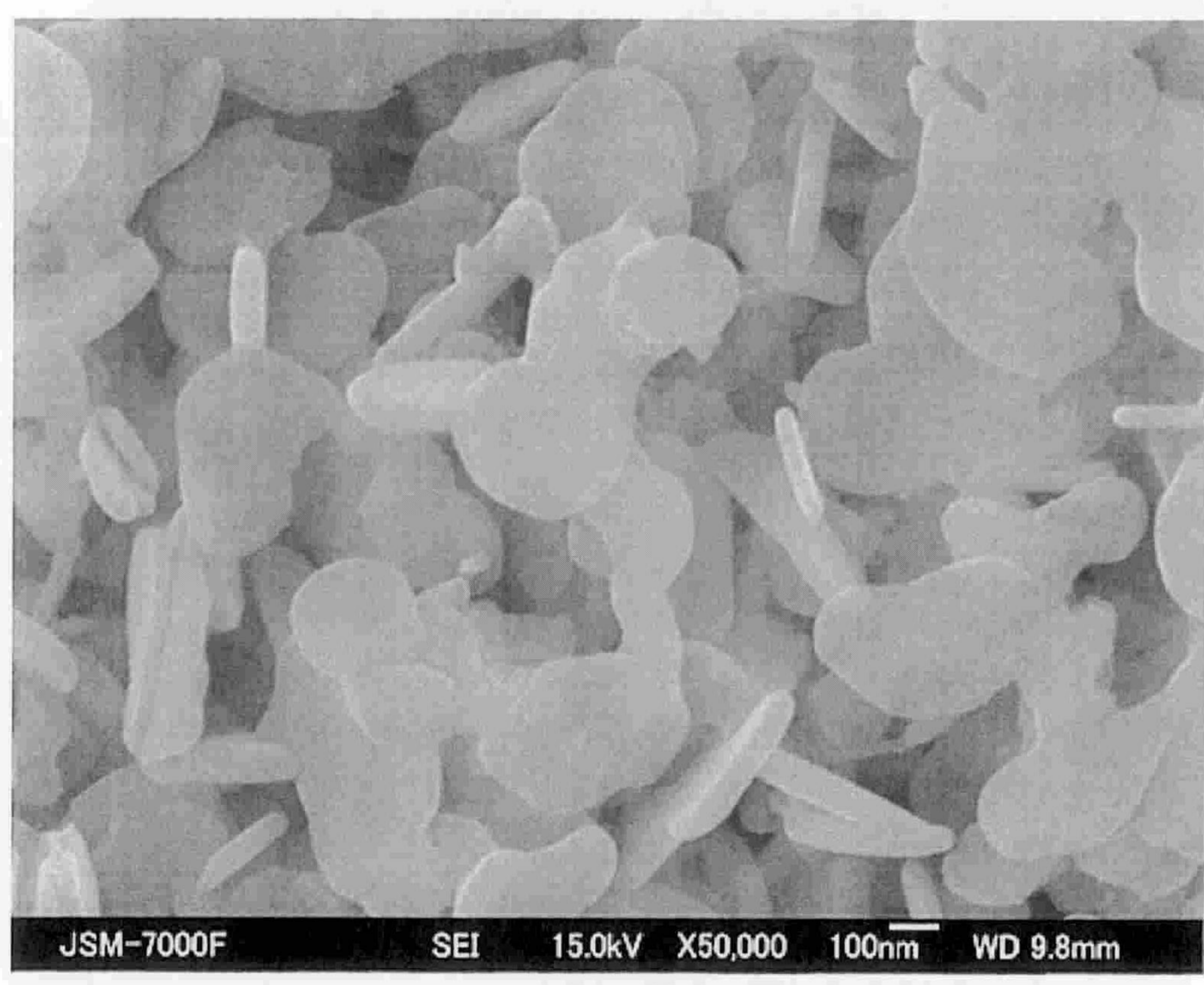


圖2-1

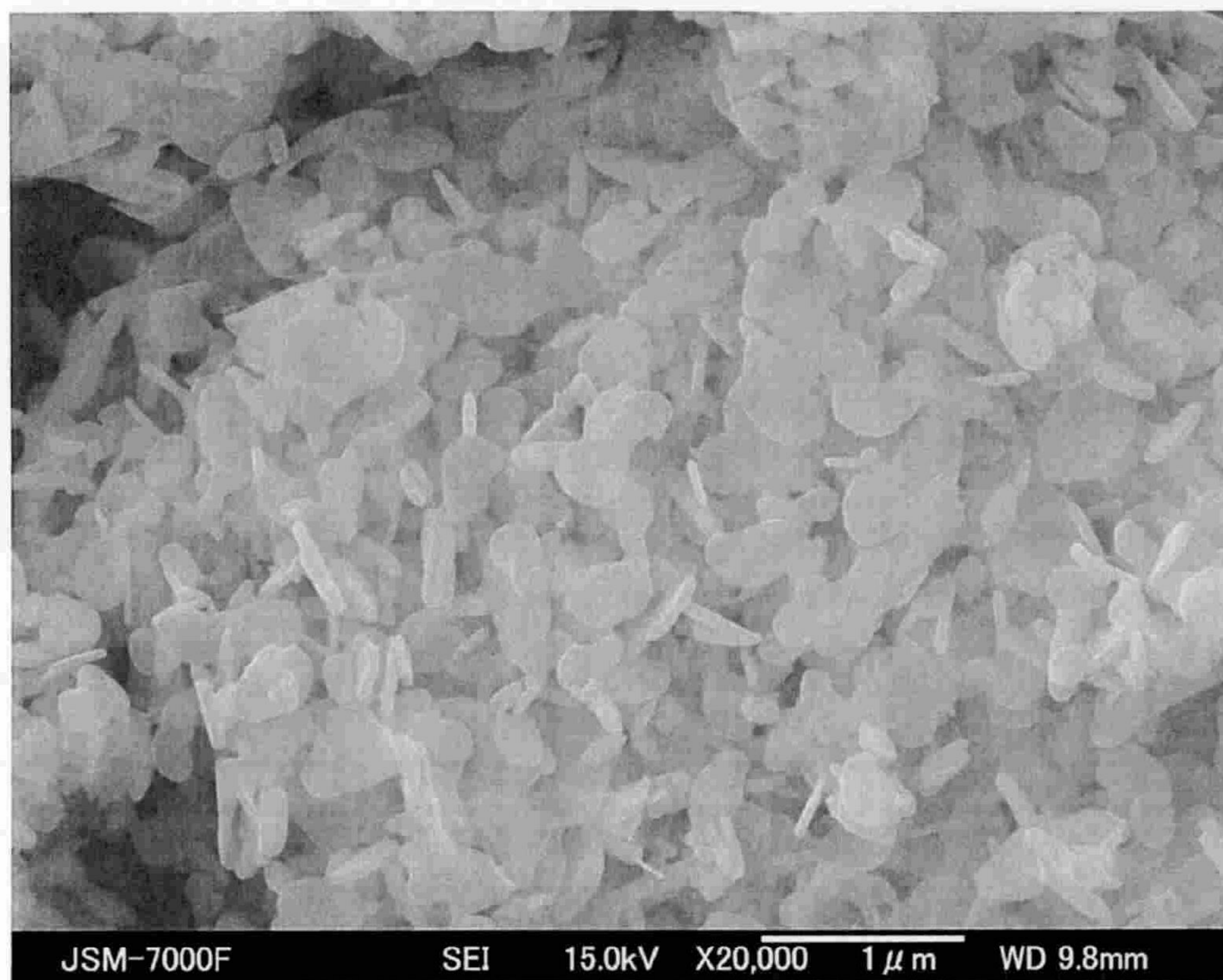


圖2-2

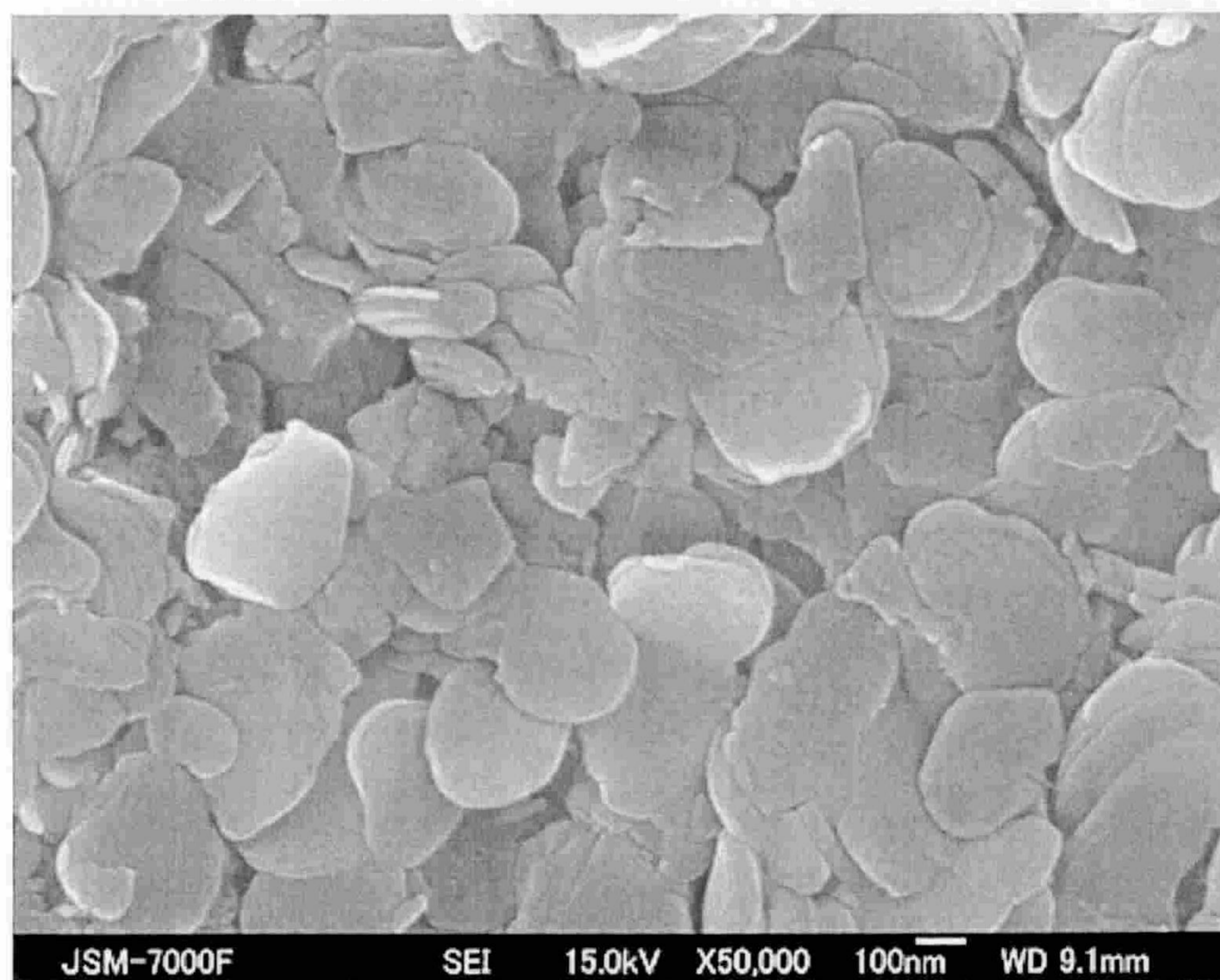


圖2-3

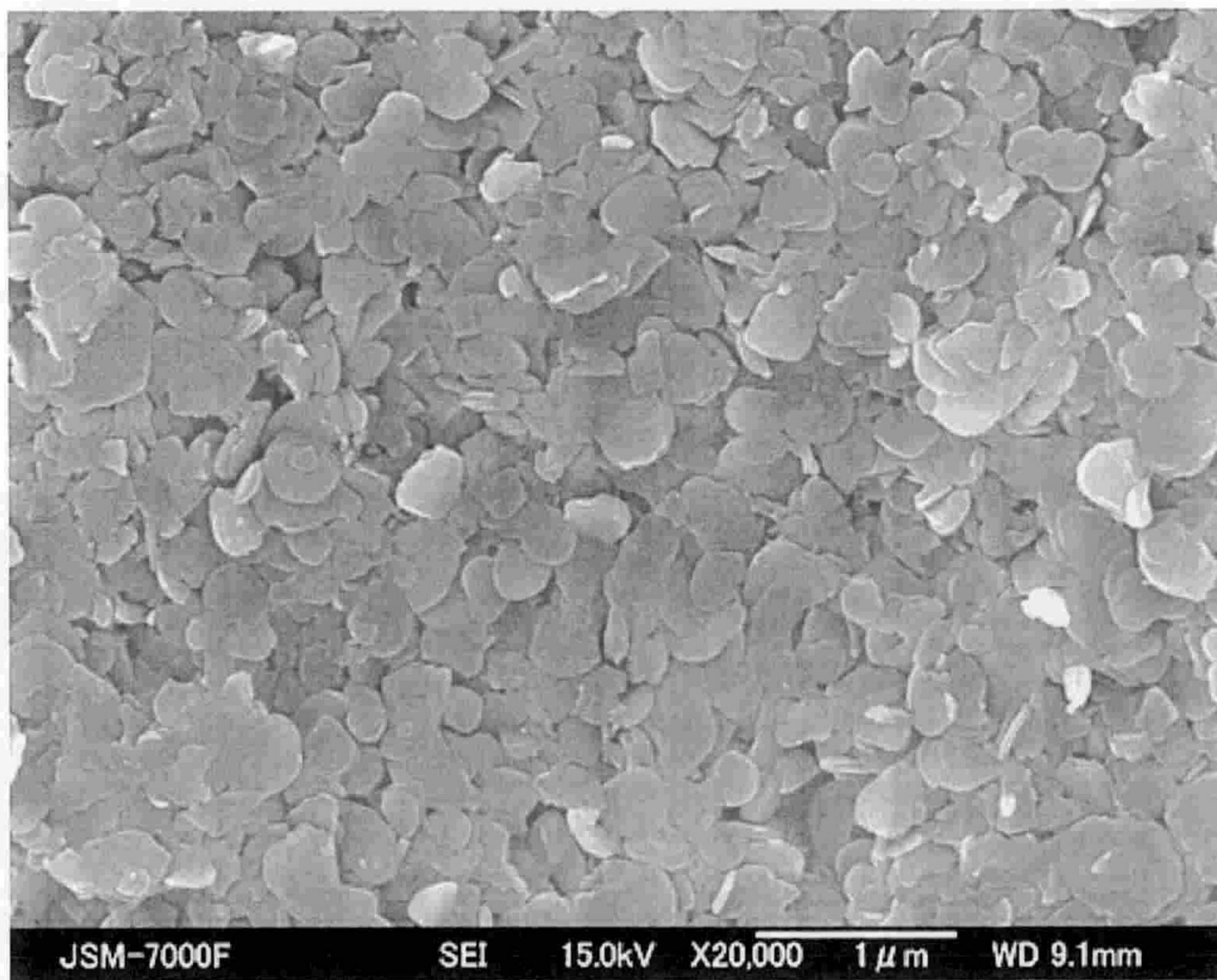


圖2-4

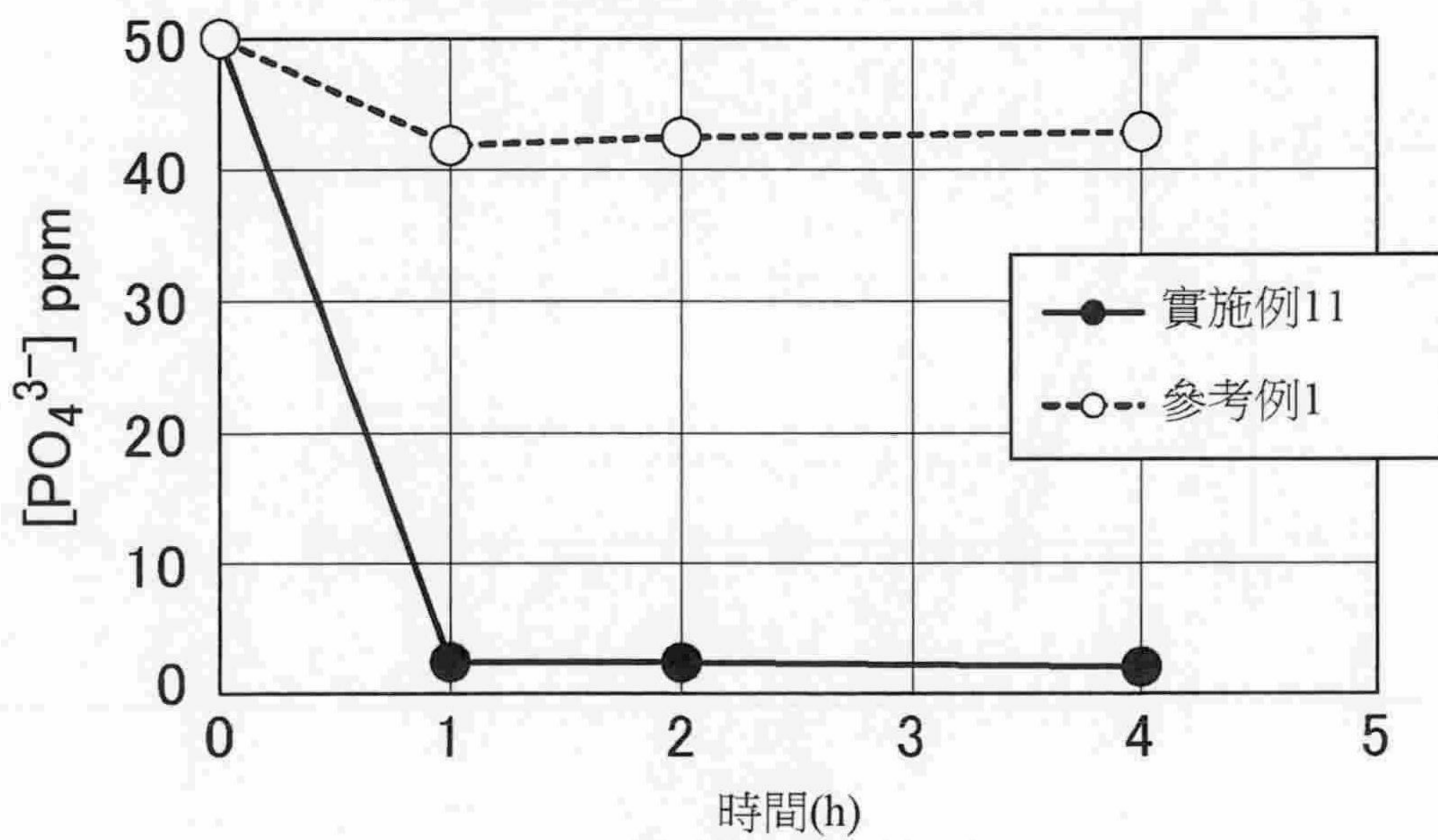


圖3-1

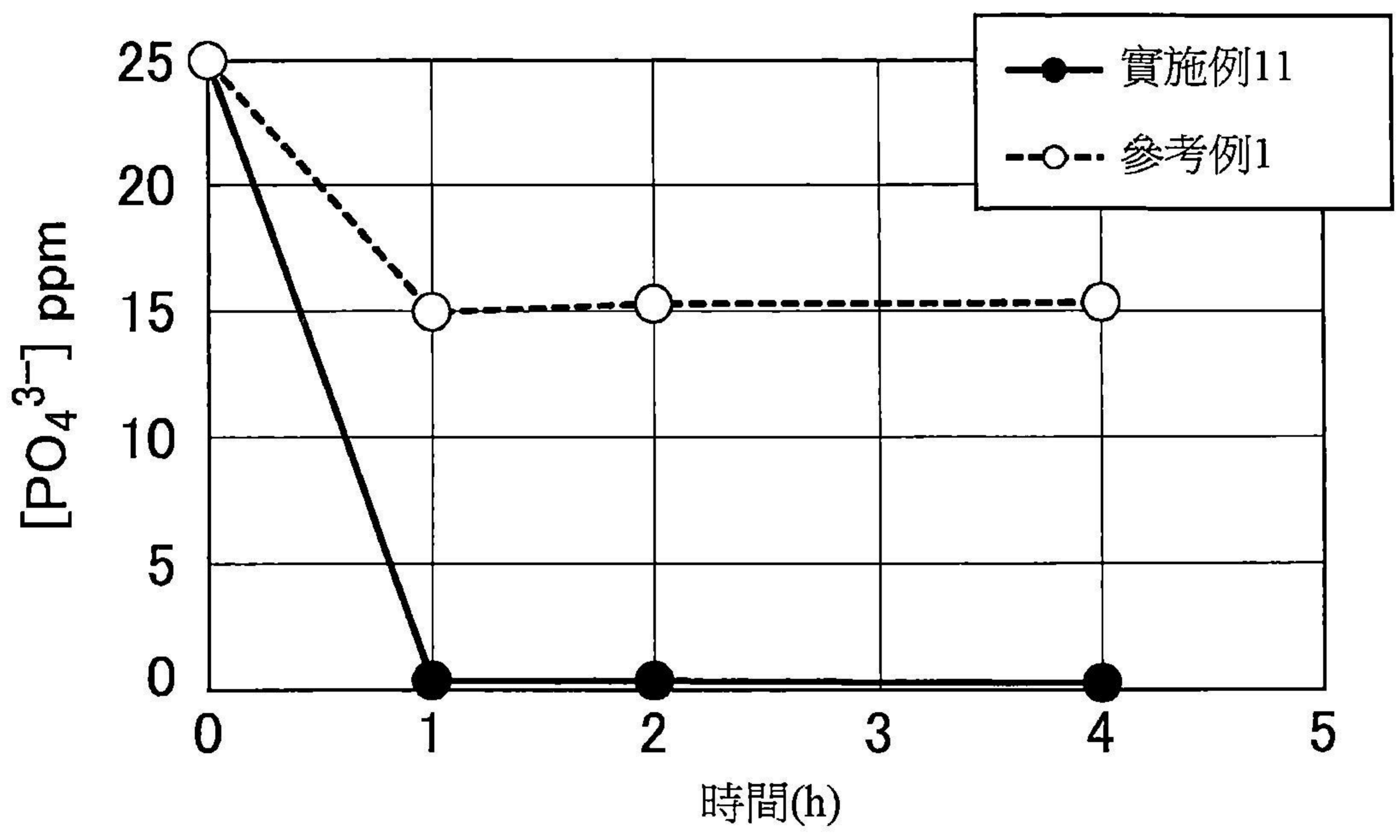


圖3-2

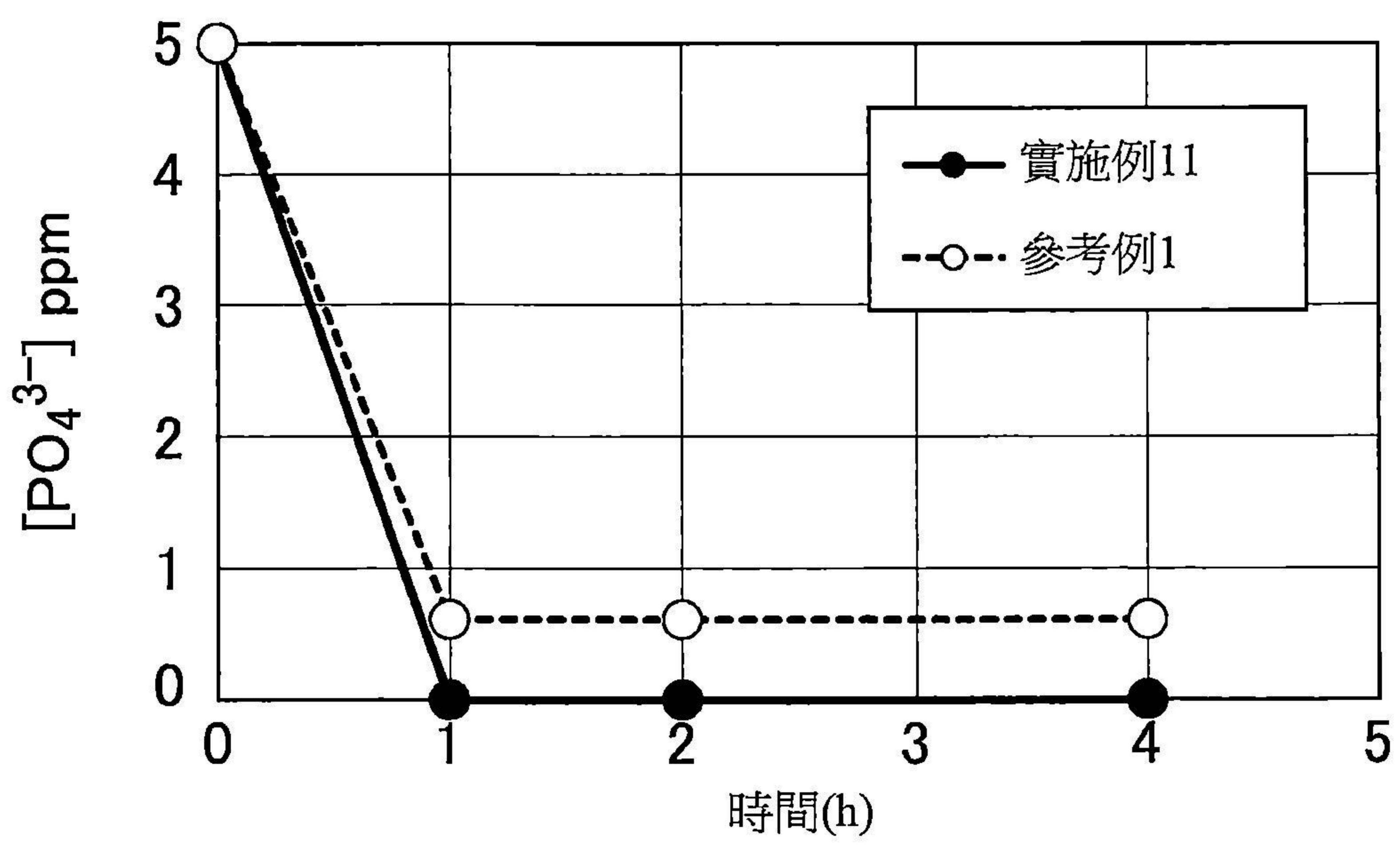


圖3-3

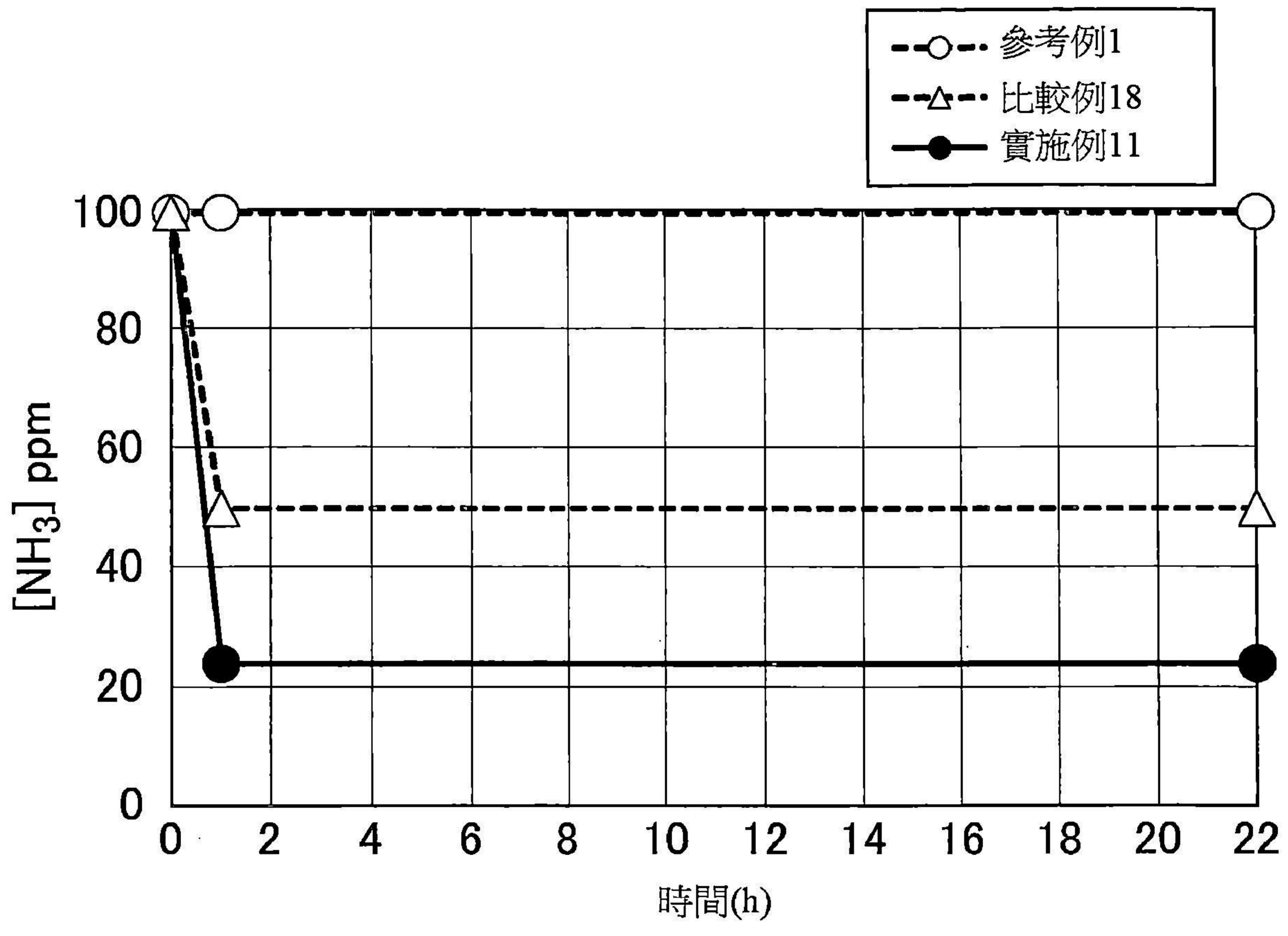


圖4

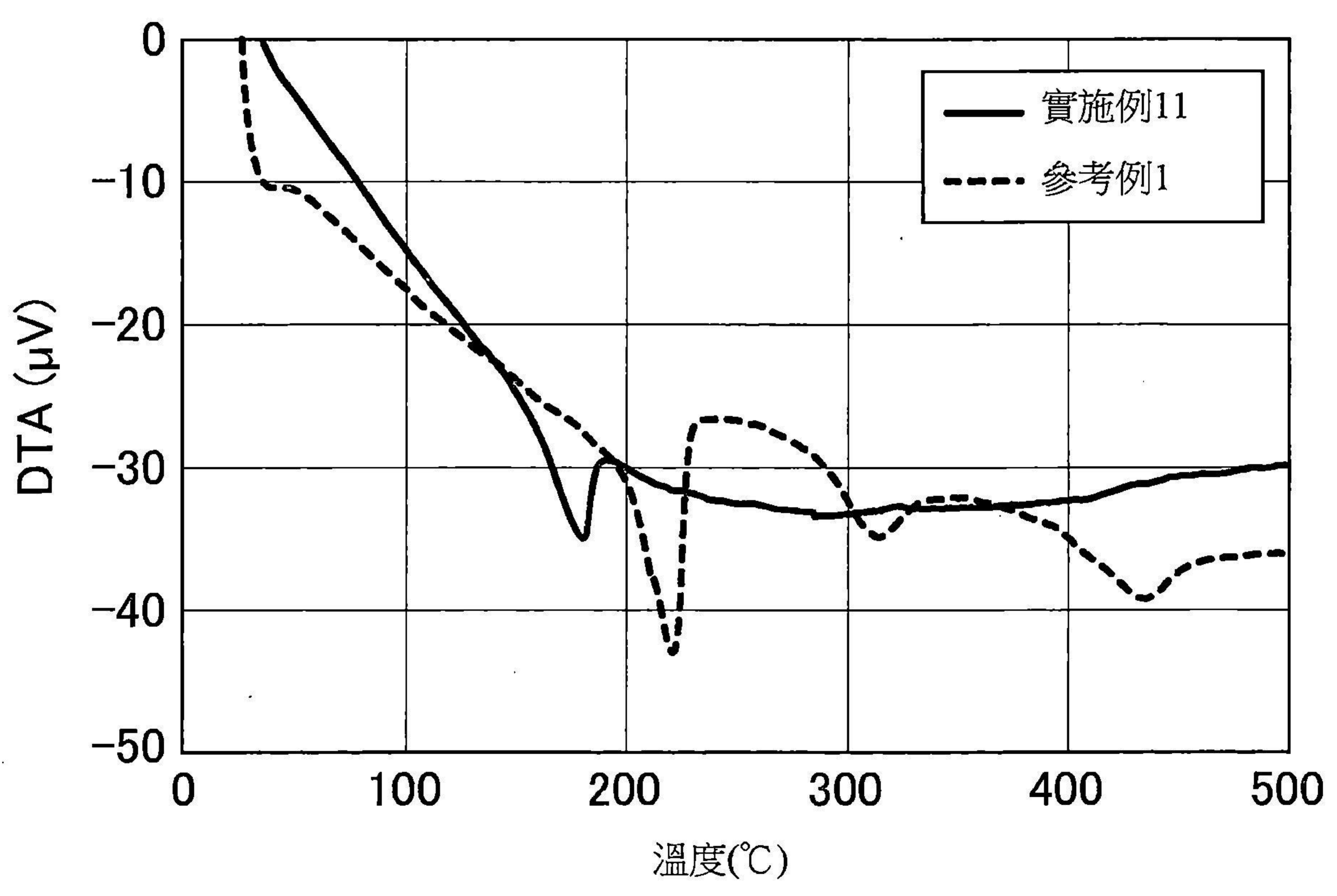


圖5-1



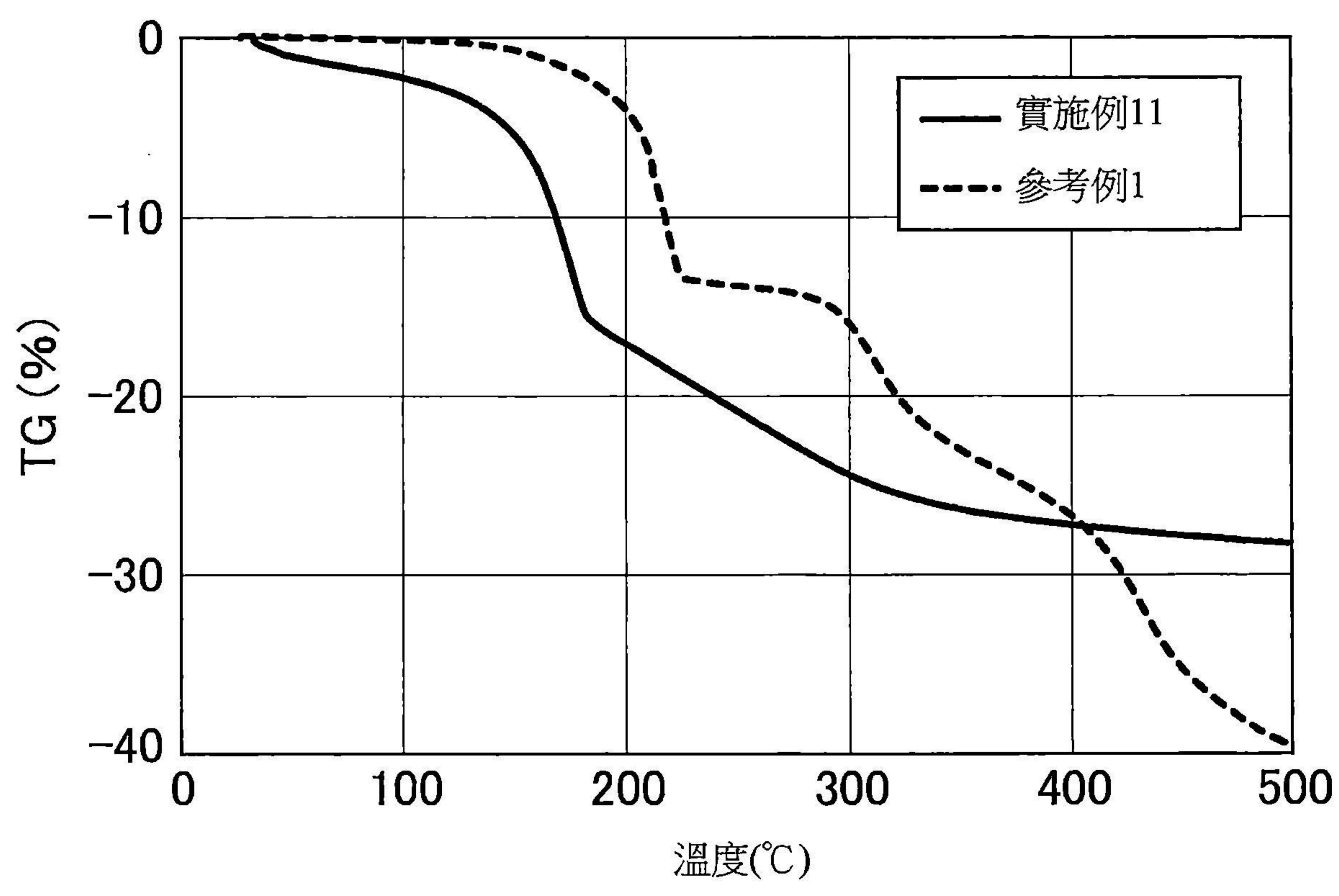


圖5-2