



(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 201210947 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 03 月 16 日

(21)申請案號：100128852

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 08 月 12 日

(51)Int. Cl.：

C01G99/00 (2010.01)

B22F9/24 (2006.01)

C09D183/04 (2006.01)

A61K8/03 (2006.01)

A61K8/19 (2006.01)

A61K8/89 (2006.01)

(30)優先權：2010/08/12 日本

2010-181035

(71)申請人：大東化成工業股份有限公司 (日本) DAITO KASEI KOGYO CO., LTD. (JP)

日本

芳珂股份有限公司 (日本) FANCL CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：佐藤次雄 SATO, TSUGIO (JP)；殷澍 YIN, SHU (JP)；田中巧 TANAKA, TAKUMI

(JP)；西本健治 NISHIMOTO, KENJI (JP)；糸井貴行 KUMEI, TAKAYUKI (JP)；

渡部敬二郎 WATABE, KEIJIROU (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：6 項 圖式數：5 共 35 頁

(54)名稱

板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體、以及其製造方法、經被覆處理的板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體、以及化妝料

(57)摘要

本發明之目的在於提供一種平均粒徑為未達 20 μ m 之板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體與其製造方法，且藉由將其板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體摻混於化妝料，可提供一種紫外線遮蔽效果高、且使用感優異之化妝料；藉由將含有硝酸鈣或氯化鈣、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之溶液，調製成碳酸離子對鈣離子之莫耳比為 1.5 ~ 5 的範圍內，使該水溶液的溫度維持在 0 ~ 40 $^{\circ}$ C 之範圍內，從該水溶液析出碳酸鈣粒子，進一步地藉由燒成，可得到平均粒徑為未達 20 μ m 且平均長寬比為 2 ~ 80 之板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體。



(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 201210947 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 03 月 16 日

(21)申請案號：100128852

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 08 月 12 日

(51)Int. Cl.：

C01G99/00 (2010.01)

B22F9/24 (2006.01)

C09D183/04 (2006.01)

A61K8/03 (2006.01)

A61K8/19 (2006.01)

A61K8/89 (2006.01)

(30)優先權：2010/08/12 日本

2010-181035

(71)申請人：大東化成工業股份有限公司 (日本) DAITO KASEI KOGYO CO., LTD. (JP)

日本

芳珂股份有限公司 (日本) FANCL CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：佐藤次雄 SATO, TSUGIO (JP)；殷澍 YIN, SHU (JP)；田中巧 TANAKA, TAKUMI

(JP)；西本健治 NISHIMOTO, KENJI (JP)；糸井貴行 KUMEI, TAKAYUKI (JP)；

渡部敬二郎 WATABE, KEIJIROU (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：6 項 圖式數：5 共 35 頁

(54)名稱

板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體、以及其製造方法、經被覆處理的板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體、以及化妝料

(57)摘要

本發明之目的在於提供一種平均粒徑為未達 20 μ m 之板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體與其製造方法，且藉由將其板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體摻混於化妝料，可提供一種紫外線遮蔽效果高、且使用感優異之化妝料；藉由將含有硝酸鈣或氯化鈣、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之溶液，調製成碳酸離子對鈣離子之莫耳比為 1.5 ~ 5 的範圍內，使該水溶液的溫度維持在 0 ~ 40 $^{\circ}$ C 之範圍內，從該水溶液析出碳酸鈣粒子，進一步地藉由燒成，可得到平均粒徑為未達 20 μ m 且平均長寬比為 2 ~ 80 之板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體、及其製造方法、經被覆處理之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體、以及、摻混有板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體或經被覆處理之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體之化妝料。

【先前技術】

以往，可使用於防曬化妝料等的紫外線遮蔽劑，係可使用所謂水楊酸系化合物、二苯甲酮化合物之有機系紫外線遮蔽劑、或氧化鈦、氧化鋅等之金屬氧化物微粒子等的無機系紫外線遮蔽劑。其中，有機系紫外線遮蔽劑係摻混於化妝料時，有顯示無色且透明性之特徵，故被廣泛使用，但為低分子，故擔心被皮膚吸收。

另外，常使用來作為無機系紫外線遮蔽劑之氧化鈦係化學上安定，但遮蔽力大(折射率高)，故必須有透明性之製品係使用受限之問題仍存在。又，氧化鋅係具有所謂UVA區域之紫外線遮蔽能或可見光區域之透明性高的特徵，但原本有微量溶解於水等之性質，被汗等所溶出之鋅離子恐浸透於皮膚，此事，今後更尋求對皮膚組織之安定性時，為應擔心之點。

因如此之理由，研究在無機系紫外線遮蔽劑之中，使用具有比較高之透明性的鈾化合物的無機系紫外線遮蔽劑

。例如在特開 2001-139926 號公報中係已提出一種使平均一次粒徑為 $1\text{nm} \sim 500\text{nm}$ 之氧化鈾粒子、或含有鈾之複合氧化物粒子或此等之複合物的表面以不定形或結晶性之無機化合物被覆之紫外線遮蔽劑。但，在特開 2001-139926 號公報記載之複合氧化鈾粒子中雖具有紫外線遮蔽能，但因為微粒子，故引起凝集，有使用感不佳之問題點。

另外，就具有良好的使用感之無機系紫外線遮蔽劑，研究板狀粒子與氧化鈾粉體的複合化，例如在特開平 10-8028 號公報中已提出一種由表面以氧化鈾等之金屬氧化物被覆之板狀硫酸鋇所構成之紫外線吸收組成物。但，在如特開平 10-8028 號公報記載之氧化鈾被覆板狀硫酸鋇粒子中，係板狀硫酸鋇粒子之紫外線遮蔽能不充分，無法得到可滿足複合板狀粒子之紫外線遮蔽能的問題點仍存在。

本發明係有鑑於如前述之問題點而成者，目的在於提供一種平均粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ 之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體、及製造該粉體之製造方法。又，目的在於提供一種藉由將此板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體摻混於化妝料，紫外線遮蔽效果高、且使用感優異之化妝料者。

【發明內容】

發明之概要

為達成前述課題，本發明人等累積專心研究努力之結果，藉由在硝酸鈾或氯化鈾、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之

溶液中，調製成銻離子與碳酸離子之莫耳比為 $1 : 1.5 \sim 1 : 5$ 的範圍內，從水溶液析出所得到之板狀碳酸銻或其集合體之花瓣狀碳酸銻八水合物進行燒結，可得到具有平均一次粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ 之板狀氧化銻或其集合體之花瓣狀形態之氧化銻粉體者。又，發現藉由使所得到之板狀氧化銻或其集合體之花瓣狀氧化銻粉體的表面，以聚矽氧烷、烷基矽烷化合物、鈦酸烷酯化合物、氟化合物等的化合物被覆處理，可得到具有疏水性之粉體，藉由將此等摻混於化妝料，可提供紫外線遮蔽效果高、且使用感優異之化妝料，終完成本發明。

亦即，第 1 發明之板狀氧化銻及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體，其特徵係平均粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ ，且平均長寬比(平均一次粒徑/平均厚度)為 $2 \sim 80$ 。

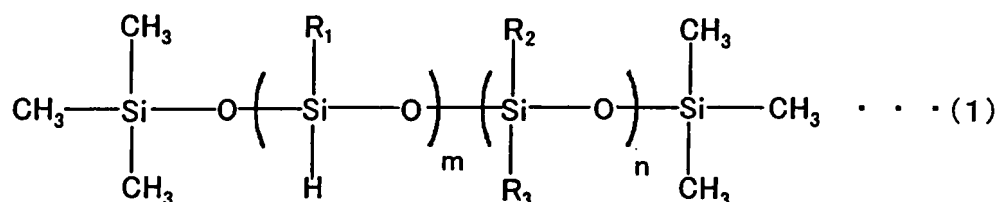
第 2 發明之板狀氧化銻及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體之製造方法，其係如第 1 發明之板狀氧化銻及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體之製造方法，其特徵係將含有硝酸銻或氯化銻、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之溶液，調製成碳酸離子對銻離子之莫耳比為 $1.5 \sim 5$ 的範圍內，使前述水溶液的溫度維持在 $10 \sim 40^\circ\text{C}$ 之範圍內，從前述水溶液析出碳酸銻粒子，進一步進行燒成。

第 3 發明之板狀氧化銻及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體之製造方法，其係如第 1 發明之板狀氧化銻及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體之製造方法，其特徵係將含有硝酸銻或氯化銻、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之溶液，調製成碳酸

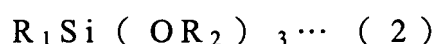
離子對鈰離子之莫耳比為 1.5~5 的範圍內，使前述水溶液的溫度維持在 0~10℃ 之範圍內，從前述水溶液析出碳酸鈰粒子，進一步進行燒成。

前述第 2 發明或第 3 發明中，宜於前述水溶液中含有醇系化合物(第 4 發明)。

第 5 發明之板狀氧化鈰及其集合體之花瓣狀氧化鈰粉體，其特徵係使前述第 1 發明之板狀氧化鈰及其集合體之花瓣狀氧化鈰粉體的表面，經以下述通式(1)所示之聚矽氧烷、以下述通式(2)所示之烷基烷氧基矽烷化合物、以下述通式(3)所示之鈦酸烷酯化合物、以下述通式(4)及下通式(5)及下通式(6)所示之氟化合物所選出的 1 種或 2 種以上的化合物被覆處理；



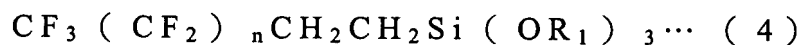
(式中，m 係 1 以上之整數，n 為 0 以上之整數，又，R₁~R₃ 為氫、烷基、烷氧基或苯基，可為相同)



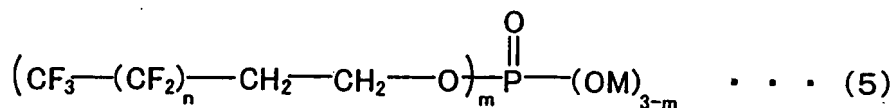
(式中，R₁ 及 R₂ 係碳數為 1 以上之飽和烴基)



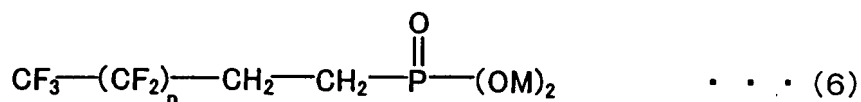
(式中， R_1 及 R_2 係碳數為 1 以上之飽和烴基；又， a 及 b 分別為 1~3 之整數，具有 $a+b=4$ 之關係；又，此處所示之烷基可為直鏈狀或分枝狀，可為單一鏈長者，亦可為複合鏈長者)



(式中， R_1 係碳數為 1 以上之飽和烴基， n 為 1 以上之整數)



(式中， n 為 4 以上之整數， m 為 1 或 2， M 為鹼金屬、銨基、二乙醇銨基)



(式中， n 為 4 以上之整數， M 為鹼金屬、銨基、二乙醇銨基)。

第 6 發明之化妝料，其特徵係摻混有第 1 發明之板狀

氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體或第 5 發明之經被覆處理的板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體。

若依本發明，可提供一種平均粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ 之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體，將此板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體，在硝酸鈾或氯化鈾溶液、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之混合液中，使碳酸鈾八水合物粒子析出及成長，燒成其粒子來製造。

又，摻混有第 1 發明之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體或第 5 發明之經被覆處理的板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體之化妝料係具有紫外線遮蔽效果，同時並成為使用感佳之化妝料。

發明之詳細說明

其次，一邊參照圖面，一邊說明有關本發明之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體、及其製造方法、經被覆處理之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體、以及、化妝料之具體實施形態。

本發明之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體係平均一次粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ 之氧化鈾粉體。在本發明中，前述氧化鈾粉體的平均厚度宜為 $0.2\sim 4\mu\text{m}$ 。平均厚度未達 $0.2\mu\text{m}$ 時，係所得之氧化鈾粉體的厚度不充分，故易崩壞。另外，若超過 $4\mu\text{m}$ ，可見光透明性降低。

又，本發明之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾

粉體之平均一次粒徑係以掃描型電子顯微鏡（SEM），觀察板狀及其集合體之花瓣狀粒子，計測任意之 20 個板狀粒子、或構成其集合體之花瓣狀粒子之板狀粒子的直徑（長徑及短徑），算出其平均值來測定。

本發明之板狀氧化銻及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體之平均厚度係以掃描型電子顯微鏡（SEM），觀察板狀及其集合體之花瓣狀粒子，計測任意之 20 個板狀粒子、或構成其集合體之花瓣狀粒子之板狀粒子的厚度，算出其平均值來測定。

又，在本發明中，前述板狀氧化銻及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體之長寬比（平均一次粒徑/平均厚度）為 2～80。此長寬比未達下限值之 2 時，所得到之氧化銻粉體不成為板狀。另外，若超過上限值之 80，所得到之氧化銻粉體的厚度不成為僅保持粒子形狀之厚度。

本發明之板狀氧化銻及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體之製造方法係混合成碳酸氫鈉或碳酸鈉之碳酸離子對硝酸銻或氯化銻溶液中之銻離子的莫耳比為 1：1.5～1：5 的範圍內，使混合液之溫度在 0～40 之範圍內靜置或攪拌 30 分鐘以上，俾使碳酸銻粒子析出及成長而得到碳酸銻八水合物，再進行燒成，製造板狀、及、其集合體之花瓣狀氧化銻粉體。（0～10℃時係板狀氧化銻之集合體的花瓣狀氧化銻，為 10～40℃時係可得到板狀氧化銻）。

前述碳酸離子對銻離子之莫耳比係從板狀及花瓣狀之形態的維持及生產效率之觀點，宜大於 1.5 且小於 5。碳

酸離子對銻離子之莫耳比小於 1.5 時係收率變少而生產性降低，同時板狀粒子之形狀成為不規則。又，若碳酸離子對銻離子之莫耳比超過 5，離子強度太高而粒子凝集。

使前述硝酸銻或氯化銻、碳酸氫鈉或碳酸鈉溶解之溶劑係使用水，但亦可為含有水之混合溶劑。與水混合之溶劑係只要為水溶性之化合物即可，可為任一者，但宜為醇系化合物。醇系化合物可舉例如甲醇、乙醇、丙醇、丁醇等之一價醇或聚乙二醇、乙二醇、聚乙烯、甘油等之多價醇。

又，在使用如此之醇系的混合溶劑時，宜為在前述溶劑中之前述醇系溶劑對前述水之質量比率未達 50% 的範圍內，更宜為 30% 以下之範圍內。若前述質量比率為 50% 以上，碳酸氫鈉或碳酸鈉變成不能溶，所得到之板狀及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體的均一性降低。

對於前述混合液之溫度，此溫度未達 0℃ 時，在前述混合液中前述碳酸銻粒子之成長反應的進行變慢，無法以充分的收率得到板狀及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體。另外，若前述混合液之溫度超過 40℃，前述碳酸銻八水合物粒子的成長反應之進行變快，粒子變細長，具有針狀之形狀，故，無法得到板狀及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體。又，使碳酸銻粒子成長之時間未達 30 分鐘時，係因粒子之成長途中，在所得到之碳酸銻八水合物粒子中結晶性變差，形成不定形的粒子，故無法得到板狀及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體。

又，使板狀及其集合體之花瓣狀碳酸銻八水合物粒子燒成的條件，宜為使燒成溫度為 $350^{\circ}\text{C} \sim 1000^{\circ}\text{C}$ 的範圍內，更宜為 $400^{\circ}\text{C} \sim 700^{\circ}\text{C}$ 之範圍內。燒成溫度未達下限值 350°C 時，完全不氧化，而有碳酸銻八水合物殘存之傾向，若燒成溫度超過上限值 1000°C ，有進行粒子間燒結的傾向。又，燒成時間宜為 $0.5 \sim 5$ 小時的範圍內。

其次，說明有關本發明之疏水性的板狀氧化銻粉體及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體。本發明之疏水性的板狀氧化銻粉體及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體係於上述之本發明的板狀及其集合體之花瓣狀氧化銻粉體的表面，藉以前述聚矽氧烷、烷基矽烷化合物、鈦酸烷酯化合物、氟化合物等的化合物進行表面被覆處理來得。

又，上述的化合物以外，可實施以往公知之各種的表面處理。又，此等之處理係亦可複數組合而使用。

又，使疏水性化合物進行被覆處理之處理方法，一般係使被覆處理之顏料在適當的混合機中攪拌，以液滴下或噴霧加入表面被覆之化合物後，高速強攪拌一定時間。其後，一邊持續攪拌一邊於 $80 \sim 200^{\circ}\text{C}$ 加熱熟成，俾進行反應表面被覆處理之方法。或，可舉例如使表面被覆之化合物溶解於乙醇、異丙醇、異丁醇等之醇類、甲苯、正己烷、環己烷等之烴系有機溶劑、丙酮、醋酸乙酯、醋酸丁酯等之極性有機溶劑等，於此溶液中攪拌中添加攪拌化妝料用顏料後，使有機溶劑完全蒸發除去，其後，藉於 $80 \sim 200^{\circ}\text{C}$ 加熱熟成，俾進行反應表面被覆處理之方法等。

又，混合分散方法係依照溶液之濃度或黏度等而選擇適當的方法。適當的例係可選擇分散機、漢歇爾混合機、LODIGE 混合機、捏合機、V 型混合機、輥研磨機、粒研磨機、雙軸混練機等以混合機的方法；或使水溶液與顏料噴霧於加熱空氣中而一次除去水分之噴灑乾燥的方法等。又，進行粉碎時，可使用錘式破碎機、球磨機、砂磨機、噴磨機等之一般的粉碎機。即使藉由此等任一者的粉碎機，亦可得到同等之品質者，故無特別限定。

此時，可使用於顏料的表面被覆處理之化合物的成分之質量比係相對於被覆處理之顏料宜為 0.5～3 質量%。前述質量比未達 0.5 質量%時，持續效果與對肌膚之均一附著性不充分，若超過 30 質量%，觸感非常油膩，變成濕感，作為化妝料不佳。

其次，說明有關本發明之化妝料。本發明之化妝料係藉由摻混上述之本發明的板狀及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體，具有優異之紫外線遮蔽效果。又，本發明的板狀及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體係平均一次粒徑未達 $20\mu\text{m}$ 之氧化鈾，故摻混此粉體之化妝料係相較於摻混有氧化鈾之習知的化妝料，塗佈於肌膚時之觸感佳，使用感佳。化妝料之劑型係可使用於乳液、化粧水等之護膚化妝料、粉底、口紅等之化粧品化粧料、頭髮化妝料等，尤宜為防曬化妝料。摻混量並無特別限定，但，宜為 0.1～70 質量%。

在本發明之化妝料係組合有機系之紫外線遮蔽劑及微

粒子之無機系紫外線遮蔽劑，效果變顯著。有機系之紫外線遮蔽劑係宜為由羥苯甲酮 (Oxybenzone)、甲氧基桂皮酸辛酯、4-第三丁基-4'-甲氧基苯甲醯基甲烷、二乙基胺基羥基苯甲醯基安息香酸己酯選出之 1 種或 2 種以上。有機系之紫外線遮蔽劑的摻混量並無特別限定，但宜為 0.1~40 質量%。微粒子之無機系紫外線遮蔽劑係宜為氧化鈦及/或氧化鋅，更宜平均一次粒徑為 $0.05\mu\text{m}$ 以下之微粒子氧化鈦及/或氧化鋅。微粒子之無機系的紫外線遮蔽劑之摻混量並無特別限定，宜為 0.1~50 質量%。

進一步，本發明之化妝料係在無損本發明之效果的範圍可使用一般使用於化妝料的成分例如粉體、界面活性劑、油劑、凝膠化劑、高分子、美容成分、保濕劑、色素、防腐劑、香料等。

本發明之化妝料的形態係即使使用粉末狀、乳液狀、乳霜狀、條棒狀、固型狀、噴霧狀、多層分離型等任一者的劑型。

其次，依據實施例及比較例而更具體地說明本發明，但本發明係不限定於以下之實施例。

【實施方式】

(實施例 1)

使碳酸氫鈉 54.6 質量份溶解於水 1200 質量份，以 Three-one-motor 200 次轉進行攪拌。於其溶液中添加氯化銻水溶液（銻濃度 18.7 質量%）197.7 質量份。銻離子與

碳酸離子之莫耳比為 1 : 4.3。使混合液以溫度 18℃ 攪拌 1 小時，得到含有板狀碳酸銻八水合物粒子之水合物溶液。從所得到之水合物溶液藉過濾回收板狀碳酸銻八水合物粒子，洗淨後乾燥，其後，使板狀碳酸銻八水合物粒子在大氣中以溫度 400℃ 燒成 1 小時而得到板狀氧化銻粉體。

以掃描型電子顯微鏡 (SEM) 觀察在實施例 1 所得到之氧化銻粉體。所得到之氧化銻粉體的 SEM 照片表示於圖 1 中。如圖示般，所得到之氧化銻粉體係確認出板狀之粒子。又，觀察圖 1 之任意的 20 個板狀氧化銻粉體，測定板狀氧化銻粉體的平均一次粒徑及平均厚度。其結果，板狀氧化銻粉體的平均一次粒徑為 $7.1\mu\text{m}$ ，確認出平均一次粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ 之範圍內。又，板狀氧化銻粉體的平均厚度為 $0.51\mu\text{m}$ ，確認出 $0.2\sim 4\mu\text{m}$ 之範圍內。進一步，確認出板狀氧化銻粉體的長寬比 (平均一次粒徑 / 平均厚度) 為 13.9。

(實施例 2)

使混合液之溫度為 7℃ 以外，其餘係與實施例 1 同樣做法而得到板狀粒子之集合體的花瓣狀氧化銻粉體。

以 SEM 觀察在實施例 2 所得到之氧化銻粉體。所得到之氧化銻粉體的 SEM 照片表示於圖 2 中。如圖示般，確認出所得到之氧化銻粉體係有許多板狀粒子的集合體之花瓣狀氧化銻粉體。又，觀察構成圖 2 之任意的 20 個花瓣狀氧化銻粉體之板狀氧化銻，測定板狀氧化銻的平均一

次粒徑及平均厚度。其結果，確認出板狀氧化鈰粉體的平均一次粒徑為 $2.1\mu\text{m}$ ，平均厚度為 $0.41\mu\text{m}$ ，長寬比為 5.1。另外，板狀氧化鈰之凝集體的花瓣狀氧化鈰粉體之平均粒徑為 $5.4\mu\text{m}$ 。

(實施例 3)

形成水 1200 質量份與聚乙二醇（平均分子量：200）60 質量份的混合溶液取代水 1200 質量份而以外，其餘係與實施例 1 同樣做法而得到氧化鈰粉體。

以 SEM 觀察在實施例 3 所得到之氧化鈰粉體後，確認出氧化鈰粉體係板狀氧化鈰粉體，其平均一次粒徑為 $18.7\mu\text{m}$ ，平均厚度為 $1.2\mu\text{m}$ ，長寬比為 15.6。

(實施例 4)

取代 Three-one-motor 200 次轉而添加氯化鈰溶液後係不攪拌而靜置以外，其餘係與實施例 1 同樣做法而得到氧化鈰粉體。

以 SEM 觀察在實施例 4 所得到之氧化鈰粉體後，確認出氧化鈰粉體係板狀氧化鈰粉體，其平均一次粒徑為 $4.7\mu\text{m}$ ，平均厚度為 $0.34\mu\text{m}$ ，長寬比為 13.8。

(比較例 1)

除使混合液之溫度為 43°C 以外，其餘係與實施例 1 同樣做法而得到氧化鈰粉體。

以 SEM 觀察在比較例 1 所得到之氧化銻粉體。所得到之氧化銻粉體表示於圖 3 中。如圖示般，確認出於比較例 1 所得到之氧化銻粉體係細長之針狀的粉體。

(比較例 2)

除使碳酸氫鈉 16.8 質量份取代碳酸氫鈉 54.6 質量份以外，其餘係與實施例 1 同樣做法而得到氧化銻粉體。所調製之水溶液的銻離子與碳酸離子的莫耳比為 1 : 1.33。

以 SEM 觀察在比較例 2 所得到之氧化銻粉體。所得到之氧化銻粉體表示於圖 4 中。如圖示般，確認出於比較例 2 所得到之氧化銻粉體係平均粒徑為 20 μ m 以上之大的粒子。

(比較例 3)

除使碳酸氫鈉 67.2 質量份取代碳酸氫鈉 54.6 質量份以外，其餘係與實施例 1 同樣做法而得到氧化銻粉體。所調製之水溶液的銻離子與碳酸離子的莫耳比為 1 : 5.33。

以 SEM 觀察在比較例 3 所得到之氧化銻粉體。所得到之氧化銻粉體表示於圖 5 中。如圖示般，確認出於比較例 3 所得到之氧化銻粉體係不定形的粒子，可看到凝集。

(製造實施例 1：矽化合物被覆板狀氧化銻之製造實施例)

於漢歇爾混合機置入實施例 1 所得到之板狀氧化銻 1000 質量份，繼而，使甲基氫聚矽氧烷 20.4 質量份溶解

於異丙醇 125 質量份之溶液滴下混合，充分混合板狀氧化鈾。其後，於漢歇爾混合機內加熱及減壓，除去異丙醇。從漢歇爾混合機取出顏料粉體，進行粉碎而加熱處理，得到矽化合物 2 質量%被處理之氧化鈦。以同樣之步驟，使氧化鈦、矽藻土、滑石、雲母、氧化鐵、黃氧化鈦、黑氧化鈦分別實施同樣之表面被覆處理，得到各別之試樣。

（製造實施例 2：烷基矽烷化合物被覆板狀氧化鈾之製造實施例）

使用正辛基三乙氧基矽烷取代製造實施例之甲基氫聚矽氧烷以外，其餘係全部與製造實施例 1 同樣做法而得到試樣。

（製造實施例 3：鈦酸烷酯化合物被覆板狀氧化鈾之製造實施例）

使用異丙基三異硬脂鹽基鈦酸酯取代製造實施例之甲基氫聚矽氧烷以外，其餘係全部與製造實施例 1 同樣做法而得到試樣。

（製造實施例 4：氟化合物被覆板狀氧化鈾之製造實施例）

使用十三氟辛基三乙氧基矽烷取代製造實施例之甲基氫聚矽氧烷以外，其餘係全部與製造實施例 1 同樣做法而得到試樣。

此處，為確認本實施例之化妝料用顏料粉體的撥水撥

油性，使用 Elmer 公司製測角儀 (Goniometer) 式接觸角測定裝置而測定以製造實施例 1～4 處理之板狀氧化鈽之與水的接觸角及、與流動石蠟之接觸角。於表 1 中表示製造實施例 1～4 之接觸角的測定結果。

(表 1)

	接觸角(°)	
	水	流動石蠟
製造實施例 1	145	-
製造實施例 2	137	-
製造實施例 3	130	-
製造實施例 4	132	128

從表 1 所示之結果，藉由表面被覆撥水性之化合物，可得到具有良好的撥水、撥油性之板狀氧化鈽。

(實施例 5：粉餅之製造)

依據表 2 所示之處方與下述製造方法，得到粉餅。又，表中之摻混量的單位係質量 %。

(表 2)

成分	摻混量
成分 A	
製造實施例 1 之矽處理氧化鈦	10.0
製造實施例 1 之矽處理滑石	殘部
製造實施例 1 之矽處理矽藻土	20.0
製造實施例 1 之矽處理雲母	20.0
製造實施例 1 之矽處理氧化鐵（黃色、氧化鐵、黑色）	3.6
聚矽氧彈性體球狀粉體（注 1）	1.0
球狀纖維素（注 2）	2.0
製造實施例 1 之矽處理板狀氧化鉬	9.0
成分 B	
對甲氧基桂皮酸辛酯	2.0
矽靈(DIMETHICONE)	4.0
白色凡士林	1.0
烷基改性聚矽氧蠟	1.0
角鯊烯	1.0
流動石蠟	1.0
聚矽氧凝膠（注 3）	3.0
防腐劑	適量

注 1：KSP-100（信越化學工業公司製）

注 2：CELLULOBEADS D-10（大東化成工業公司製）

注 3：KSG-16（信越化學工業公司製）

製造方法：使用混合機充分混合成分 A，同時並徐緩地加入均一地加熱溶解之成分 B 而進一步混合後，粉碎，通過篩網後，使用模具而打模成金屬皿而得到製品。

(比較例 4)

使用矽處理微粒子氧化鈦取代製造實施例 1 所製造之矽處理板狀氧化鈾以外，其餘係與實施例 5 同樣做法而得到製品。

(比較例 5)

使用矽處理微粒子氧化鋅取代製造實施例 1 所製造之矽處理板狀氧化鈾以外，其餘係與實施例 5 同樣做法而得到製品。

(比較例 6)

使用矽處理微粒子氧化鈾取代製造實施例 1 所製造之矽處理板狀氧化鈾以外，其餘係與實施例 5 同樣做法而得到製品。又，在比較例 6 使用之微粒子氧化鈾係大東化成工業公司製 CERIGARD SC-6832。

有關在實施例 5 及比較例 4~6 所製作之各化妝料，依女性評審委員 10 名，實施有關使用感之官能評估試驗。試驗係以意見調查形式實施，於各項目賦予 0~5 點之間的點數，0 點係評估為差，5 點係評估為優異而數值化，使結果形成全評審委員的平均點而表示。因此，表示點數高之程度，評估為優異。又，化妝料係使用乳液狀之化粧基底後，以塗佈之形式實施。其結果表示於表 3 中。

(表 3)

評估項目	實施例 5	比較例 4	比較例 5	比較例 6
塗佈時之使用感	4.7	2.5	2.8	3.1
透明感	4.8	1.7	4.0	3.6
防曬效果	4.5	4.3	4.1	3.9

從表 3 之結果，實施例 5 係在塗佈時之使用感、透明感、防曬效果（紫外線遮蔽效果）全部中優異。在比較例 4 中係摻混矽處理微粒子氧化鈦，故防曬效果（紫外線遮蔽效果）優異，但在塗佈時之使用感、透明感中差。又，在比較例 5 中係摻混矽處理微粒子氧化鋅，故透明感、防曬效果（紫外線遮蔽效果）優異，但在塗佈時之使用感中成為差之結果。又，在比較例 6 中係摻混矽處理微粒子氧化鈾，故透明感、防曬效果（紫外線遮蔽效果）優異，但在塗佈時之使用感中成為差之結果，本發明之板狀氧化鈾係較習知之氧化鈾更具有優異之特徵。

(實施例 6)

依據表 4 所示之處方與下述製造方法，製造 W/O 型粉底液。又，表中之摻混量的單位係質量 %。

(表 4)

成分	摻混量
成分 A	
矽靈共多元醇/十甲基環戊烷矽氧烷溶液 (注 1)	15.0
合成蠟	1.0
山萘酸芳烷酯	0.5
三羥基硬脂酸	0.4
月桂醇聚醚(laureth)-7	0.5
苯基三甲矽油(Phenyl trimethicone)	5.0
異壬酸異十三烷酯	5.5
丙基對羥基苯甲酸酯	適量
聚矽氧凝膠 (注 2)	3.2
成分 B	
製造實施例 1 之矽處理滑石	4.5
製造實施例 1 之矽處理氧化鈦	8.5
製造實施例 1 之矽處理氧化鐵 (氧化鐵、黃氧化鐵、黑氧化鐵)	1.5
製造實施例 1 之矽處理板狀鈾	4.0
球狀聚胺基甲酸酯粉體 (注 3)	0.3
球狀氧化矽	0.6
成分 C	
精製水	殘部
丙二醇	8.0
氯化鈉	2.0
去氫醋酸鈉	0.3
苯氧基乙醇	0.1
EDTA 二鈉	0.1

注 1 : BY 22-008M (Toray Dow Corning 公司)

注 2 : KSG-16 (信越化學工業公司製)

注 3 : 塑膠粉末 -D-800 (東色 Pigment 公司製)

製造方法：使用混合機充分混合成分 B。另外，使成分 A 加溫至 80℃，均一地充分良好混合。於此使成分 B 在攪拌下徐緩地添加，徐冷至 50℃。繼而，使成分 C 加溫至 80℃，均一地溶解後，徐冷至 50℃。於成分 A 中在攪拌下加入成分 C，進一步，充分攪拌，冷卻至室溫。將所得到之溶液填充於容器內，得到製品。

所得到之粉底液係塗佈粉底液時之使用感、透明感、紫外線遮蔽效果之全部均優異。

(實施例 7)

依據表 5 所示之處方與下述製造方法，試作 W/O 型防曬化妝料。又，表中之摻混量的單位係質量 %。

(表 5)

成分	摻混量
成分 A	
十甲基環戊烷矽氧烷	25.0
PEG-10 矽靈	5.0
苯基三甲矽油	5.0
異壬酸異十三烷酯	5.0
丙基對羥基苯甲酸酯	適量
球狀纖維素 (注 1)	4.0
聚矽氧凝膠 (注 2)	2.0
成分 B	
製造實施例 1 之矽處理滑石	5.0
製造實施例 1 之矽處理板狀氧化鈹	21.0
成分 C	
精製水	殘部
丙二醇	8.0
氯化鈉	2.0
去氫醋酸鈉	0.3
苯氧基乙醇	0.1
EDTA 二鈉	0.1

注 1：CELLULOBEADS D-10 (大東化成工業公司製)

注 2：KSG-16 (信越化學工業公司製)

製造方法：使成分 A 加溫至 80℃，均一地充分良好混合。於此使成分 B 在攪拌下徐緩地添加，徐冷至 50℃。繼而，使成分 C 加溫至 80℃，均一地溶解後，徐冷至 50℃。於成分 A 中在攪拌下加入成分 C，進一步，充分攪拌，冷卻至室溫。將所得到之溶液填充於容器內，得到製

品。

所得之 W/O 型防曬化妝料係塗佈時之使用感、透明感、紫外線遮蔽效果全部均優異。

(實施例 8)

依據表 6 所示之處方與下述製造方法，試作 O/W 型粉底液。又，表中之摻混量的單位係質量 %。

(表 6)

成分	摻混量
成分 A	
硬脂酸	2.5
硬脂酸甘油酯	1.8
鯨臘醇	0.5
流動石蠟	9.9
成分 B	
製造實施例 1 之矽處理氧化鈦	8.5
製造實施例 1 之矽處理板狀氧化鋅	5.0
製造實施例 1 之矽處理氧化鐵 (氧化鐵、黃氧化鐵、黑氧化鐵)	1.5
球狀氧化矽	5.0
成分 C	
精製水	殘部
三乙醇胺	1.2
丙二醇	9.0
防腐劑	適量

製造方法：使成分 A、C 以 80℃ 良好地混合。使成分 B 在攪拌下添加於成分 C 而充分攪拌後，從上面徐緩地添

加成分 A，徐緩後，填充於容器而得到製品。

所得到之 O/W 型粉底液係塗佈時之使用感、透明感、紫外線遮蔽效果之全部均優異。

產業上之利用可能性

本發明之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體、及於其粉體表面被覆疏水性化合物的被覆處理粉體，係藉由摻混於粉餅、粉底液等之化妝料，可得到塗佈於肌膚時之使用感、透明感、紫外線遮蔽效果優異之化妝料，故產業上之利用可能性高。

【圖式簡單說明】

圖 1 係實施例 1 所製造之板狀氧化鈾粉體的掃描型電子顯微鏡照片。

圖 2 係實施例 2 所製造之板狀的集合體之花瓣狀氧化鈾粉體的掃描型電子顯微鏡照片。

圖 3 係於比較例 1 所製造之氧化鈾粉體的掃描型電子顯微鏡照片。

圖 4 係於比較例 2 所製造之氧化鈾粉體的掃描型電子顯微鏡照片。

圖 5 係於比較例 3 所製造之氧化鈾粉體的掃描型電子顯微鏡照片。

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100128852

※申請日：100 年 08 月 12 日

※IPC 分類：

C01G 99/00 (2006.01)
B22F 9/24 (2006.01)
C01D 183/04 (2006.01)
A61K 8/03 (2006.01)
8/11 (2006.01)
8/11 (2006.01)

一、發明名稱：(中文／英文)

板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體、以及其製造方法、經被覆處理的
板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體、以及化妝料

二、中文發明摘要：

本發明之目的在於提供一種平均粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ 之板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體與其製造方法，且藉由將其板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體摻混於化妝料，可提供一種紫外線遮蔽效果高、且使用感優異之化妝料；藉由將含有硝酸鈣或氯化鈣、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之溶液，調製成碳酸離子對鈣離子之莫耳比為 $1.5 \sim 5$ 的範圍內，使該水溶液的溫度維持在 $0 \sim 40^\circ\text{C}$ 之範圍內，從該水溶液析出碳酸鈣粒子，進一步地藉由燒成，可得到平均粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ 且平均長寬比為 $2 \sim 80$ 之板狀氧化鈣及其集合體之花瓣狀氧化鈣粉體。

三、英文發明摘要：

七、申請專利範圍：

1.一種板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體，係平均粒徑為未達 $20\mu\text{m}$ ，且平均長寬比為 $2\sim 80$ 。

2.一種板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體之製造方法，其係如申請專利範圍第 1 項之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體之製造方法，

其係將含有硝酸鈾或氯化鈾、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之溶液，調製成碳酸離子對鈾離子之莫耳比為 $1.5\sim 5$ 的範圍內，使該水溶液的溫度維持在 $10\sim 40^{\circ}\text{C}$ 之範圍內，從該水溶液析出碳酸鈾粒子，進一步進行燒成。

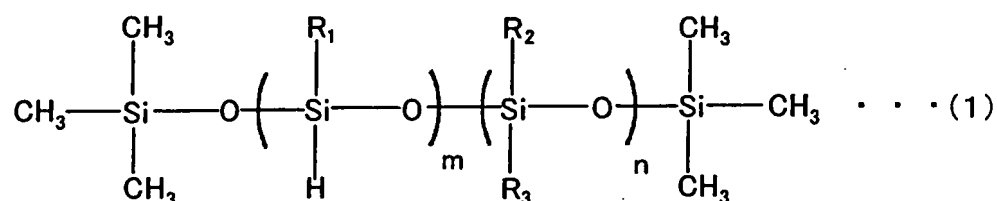
3.一種板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體之製造方法，其係如申請專利範圍第 1 項之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體之製造方法，

其係將含有硝酸鈾或氯化鈾、碳酸氫鈉或碳酸鈉、與水之溶液，調製成碳酸離子對鈾離子之莫耳比為 $1.5\sim 5$ 的範圍內，使該水溶液的溫度維持在 $0\sim 10^{\circ}\text{C}$ 之範圍內，從該水溶液析出碳酸鈾粒子，進一步進行燒成。

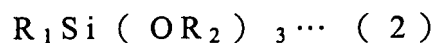
4.如申請專利範圍第 2 或 3 項之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體之製造方法，其中於該水溶液中含有醇系化合物。

5.一種板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體，其係使如申請專利範圍第 1 項之板狀氧化鈾及其集合體之花瓣狀氧化鈾粉體的表面，經以下述通式（1）所示之聚矽氧烷、以下述通式（2）所示之烷基烷氧基矽烷化合物

、以下述通式（3）所示之鈦酸烷酯化合物、以下述通式（4）及下述通式（5）及下述通式（6）所示之氟化合物所選出的1種或2種以上的化合物被覆處理；



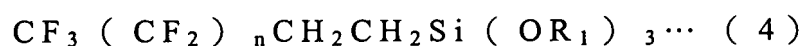
（式中， m 係 1 以上之整數， n 為 0 以上之整數，又， $R_1 \sim R_3$ 為氫、烷基、烷氧基或苯基，可為相同）



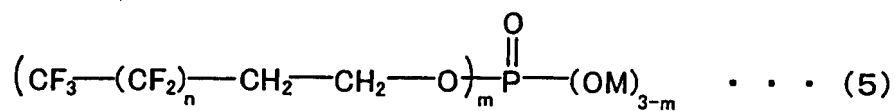
（式中， R_1 及 R_2 係碳數為 1 以上之飽和烴基）



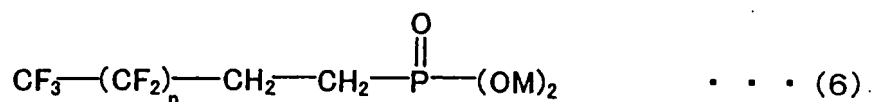
（式中， R_1 及 R_2 係碳數為 1 以上之飽和烴基；又， a 及 b 分別為 1~3 之整數，具有 $a+b=4$ 之關係；又，此處所示之烷基可為直鏈狀或分枝狀，可為單一鏈長者，亦可為複合鏈長者）



(式中， R_1 係碳數為 1 以上之飽和烴基， n 為 1 以上之整數)



(式中， n 為 4 以上之整數， m 為 1 或 2， M 為鹼金屬、銨基、二乙醇銨基)



(式中， n 為 4 以上之整數， M 為鹼金屬、銨基、二乙醇銨基)。

6. 一種化妝料，其特徵係摻混有如申請專利範圍第 1 項之板狀氧化鈰及其集合體之花瓣狀氧化鈰粉體或如申請專利範圍第 5 項之經被覆處理的板狀氧化鈰及其集合體之花瓣狀氧化鈰粉體。

圖 1

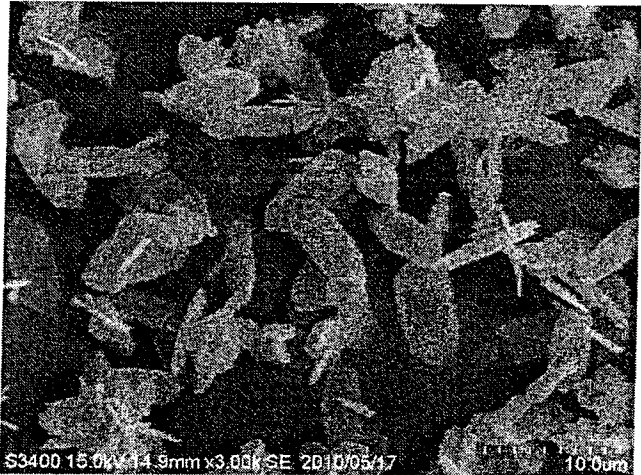


圖 2

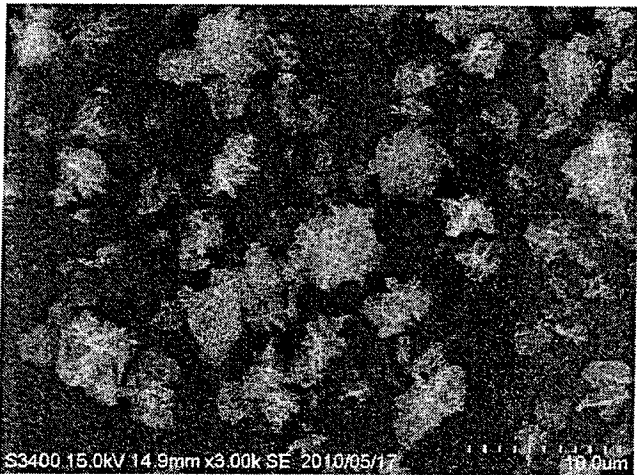


圖 3

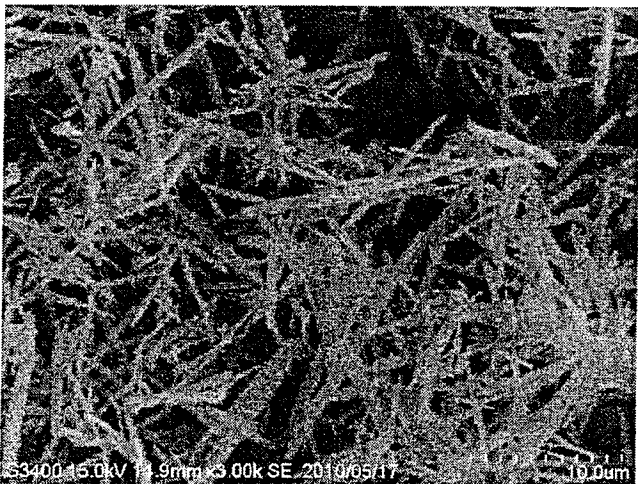


圖4

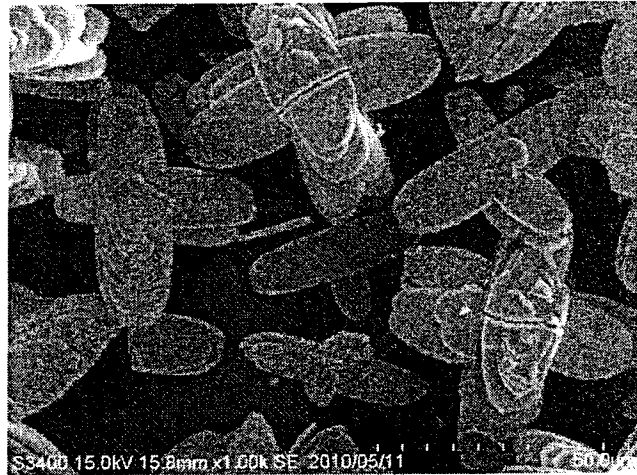
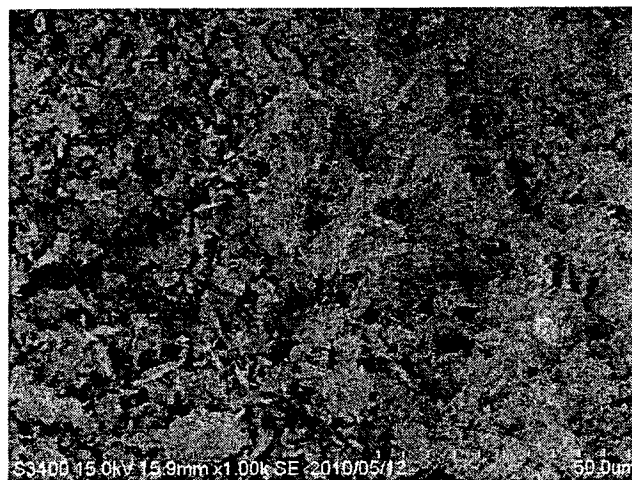


圖5



四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：無

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無