

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6729546号  
(P6729546)

(45) 発行日 令和2年7月22日(2020.7.22)

(24) 登録日 令和2年7月6日(2020.7.6)

(51) Int.Cl.		F I	
<b>C07C</b>	<b>53/126</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 7 C 53/126
<b>C07C</b>	<b>51/41</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 7 C 51/41
<b>A61K</b>	<b>8/36</b>	<b>(2006.01)</b>	A 6 1 K 8/36
<b>A61K</b>	<b>8/19</b>	<b>(2006.01)</b>	A 6 1 K 8/19
<b>A61Q</b>	<b>1/12</b>	<b>(2006.01)</b>	A 6 1 Q 1/12

請求項の数 5 (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2017-500618 (P2017-500618)	(73) 特許権者	000004341 日油株式会社 東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号
(86) (22) 出願日	平成28年2月9日(2016.2.9)	(74) 代理人	100124349 弁理士 米田 圭啓
(86) 国際出願番号	PCT/JP2016/053804	(72) 発明者	吉村 健司 兵庫県尼崎市大浜町1丁目56番地 日油株式会社内
(87) 国際公開番号	W02016/132967	審査官	山本 吾一
(87) 国際公開日	平成28年8月25日(2016.8.25)		
審査請求日	平成30年11月12日(2018.11.12)		
(31) 優先権主張番号	特願2015-28558 (P2015-28558)		
(32) 優先日	平成27年2月17日(2015.2.17)		
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属石鹸及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

脂肪酸の炭素数が6～22の金属石鹸粒子と、前記金属石鹸粒子の内部に取り込まれた平均粒子径が0.01～20μmの無機結晶核剤とを含有し、前記金属石鹸粒子の体積基準における50%積算径が1.0～30.0μmであり、下記(1)式で表される内部取込率Aが30%以上である金属石鹸。

$$\text{内部取込率 } A = 100 - (X / X') \times 100 \cdots (1) \text{ 式}$$

X ; 金属石鹸における無機結晶核剤の含有量

X' ; 325メッシュのフィルターを通過した金属石鹸粉砕物における無機結晶核剤の含有量

(但し、X及びX'は、走査型電子顕微鏡/エネルギー分散型X線分光法(SEM/EDX)により、加速電圧10kV、高さ15mmの条件下、15μm四方の範囲で3箇所を元素分析して得られる平均値である。)

【請求項2】

下記(2)式で表される粒度要約値BがB<sub>2.00</sub>であり、凝集度C(%)がC<sub>2.00</sub>であり、フロー式粒子像分析装置によって測定したとき、10%粒子径～90%粒子径の粒子群の平均円形度Eが0.810～1.000の関係を満たす請求項1記載の金属石鹸。

$$\text{粒度要約値 } B = (D_{90} - D_{10}) / D_{50} \text{ (但し、} 1.0 \leq D_{50} \leq 30.0 \text{)} \cdots (2) \text{ 式}$$

D 1 0 : 金属石鹼粒子の体積基準における 1 0 % 積算径 (  $\mu\text{m}$  )

D 5 0 : 金属石鹼粒子の体積基準における 5 0 % 積算径 (  $\mu\text{m}$  )

D 9 0 : 金属石鹼粒子の体積基準における 9 0 % 積算径 (  $\mu\text{m}$  )

【請求項 3】

金属石鹼が亜鉛塩又はカルシウム塩である請求項 1 又は 2 記載の金属石鹼。

【請求項 4】

無機結晶核剤が、シリカ、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化カルシウム、窒化ホウ素、タルク、マイカ、合成雲母、アルミナ、セリサイトからなる群から選ばれる 1 種又は 2 種以上である請求項 1 ~ 3 のいずれか記載の金属石鹼。

【請求項 5】

炭素数が 6 ~ 22 の脂肪酸から得られた脂肪酸アルカリ金属塩と無機金属塩とを複分解法により反応させて請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の金属石鹼を製造する方法であって、

前記脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液中に、平均粒子径が 0 . 0 1 ~ 2 0  $\mu\text{m}$  の無機結晶核剤を前記脂肪酸と前記無機結晶核剤の合計量に対して 0 . 1 ~ 2 0 質量% 分散させて分散液を調製する工程と、

前記分散液と前記無機金属塩の水溶液とを混合して反応を行う工程と、  
を有する金属石鹼の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、樹脂パウダー、造粒尿素などの有機物粒子；鉄粉、フェライト粉などの金属粒子；炭酸カルシウム、ベンガラなどの金属又は半金属を含有する無機物粒子；などの粉体の流動性又は感触を向上させる目的で使用する金属石鹼及びその製造方法に関し、高い分散性又は被覆性を粉体に付与して粉体の固結防止性、流動性又は感触を向上させることができる金属石鹼及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

金属石鹼は、粉末冶金分野や化粧品分野など様々な分野で使用されている。例えば、粉末冶金分野においては、鉄粉やフェライト粉などを様々な金型に流し込む必要があることから、鉄粉やフェライト粉に高い流動性が求められ、金属石鹼が流動性向上剤として用いられている。また、化粧品分野においては、パウダーファンデーションや白粉などの粉体化粧料について、成形物の感触を向上させることが求められており、主剤粉体に金属石鹼を分散させ、被覆させることによって中皿などに充填成形されている。粉体化粧料では固結防止性と流動性の双方の向上により得られる効果として、一定量の粉体をきしみなく滑らかに取ることができる特性（延展性）の向上が図られている。

【0003】

金属石鹼は直接法や複分解法により工業的に製造されている。直接法は脂肪酸と金属酸化物又は金属水酸化物とを直接反応させる方法であり、複分解法は水溶液状態で脂肪酸に塩基性化合物を反応させて脂肪酸の塩基性化合物とし、さらに金属又は半金属を含有する金属塩を反応させる方法である。

【0004】

直接法において、例えば、加熱式混練型反応器内で脂肪酸を溶解させ、結晶水又は吸水水を有する金属の酸化物又は水酸化物を徐々に添加し、目的の金属石鹼の融点付近の温度で、生成水分を除去しつつ無溶媒下で反応させる金属石鹼の製造方法が提案されている。しかし、得られる金属石鹼の形状は不均一な顆粒状であり、かつ粗大な粒子が残存することから、目的とする粉体への分散性や被覆性が悪いなどの問題がある（特許文献 1）。

【0005】

一方、複分解法は、得られる金属石鹼の遊離脂肪酸が少ないこと、反応によって得られる金属石鹼粒子を微細にできることなどの利点を有している。しかし、金属石鹼の粒子径を著しく微細にさせた場合、金属石鹼粒子間に強い分子間力が働き、凝集性が高くなるこ

10

20

30

40

50

とで、目的とする粉体へ分散・被覆させた際に分散不良となりやすいという問題がある（特許文献2）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開平4-66551号公報

【特許文献2】特開2005-213217号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の目的は、高い分散性又は被覆性を粉体に付与し、粉体の固結防止性、流動性又は感触を向上させることができる金属石鹸及びその製造方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者は、上記課題を解決するために鋭意検討を行った結果、金属石鹸粒子と、前記金属石鹸粒子の内部に取り込まれた無機結晶核剤とを含有する金属石鹸において、無機結晶核剤の内部取込率が所定範囲であることによって、上記目的を達成できることを見出した。

【0009】

すなわち、本発明は、脂肪酸の炭素数が6～22の金属石鹸粒子と、前記金属石鹸粒子の内部に取り込まれた平均粒子径が0.01～20μmの無機結晶核剤とを含有し、前記金属石鹸粒子の体積基準における50%積算径が1.0～30.0μmであり、下記(1)式で表される内部取込率Aが30%以上である金属石鹸である。

内部取込率  $A = 100 - (X / X') \times 100 \dots (1)$  式

X ; 金属石鹸における無機結晶核剤の含有量

X' ; 325メッシュのフィルターを通過した金属石鹸粉砕物における無機結晶核剤の含有量

(但し、X及びX'は、走査型電子顕微鏡/エネルギー分散型X線分光法(SEM/EDX)により、加速電圧10kV、高さ15mmの条件下、15μm四方の範囲で3箇所を元素分析して得られる平均値である。)

【0010】

本発明の金属石鹸は、下記(2)式で表される粒度要約値BがB 2.00であり、凝集度C(%)がC 20であり、フロー式粒子像分析装置によって測定したとき、10%粒子径～90%粒子径の粒子群の平均円形度Eが0.810～1.000の関係を満たすことが好ましい。

粒度要約値  $B = (D90 - D10) / D50$  (但し、 $1.0 \leq D50 \leq 30.0$ )  $\dots (2)$  式

D10 : 金属石鹸粒子の体積基準における10%積算径(μm)

D50 : 金属石鹸粒子の体積基準における50%積算径(μm)

D90 : 金属石鹸粒子の体積基準における90%積算径(μm)

【0011】

また、本発明の金属石鹸は、金属石鹸が亜鉛塩又はカルシウム塩であることが好ましく、無機結晶核剤が、シリカ、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化カルシウム、窒化ホウ素、タルク、マイカ、合成雲母、アルミナ、セリサイトからなる群から選ばれる1種又は2種以上であることが好ましい。

【0012】

さらに、本発明は、炭素数が6～22の脂肪酸から得られた脂肪酸アルカリ金属塩と無機金属塩とを複分解法により反応させて本発明の金属石鹸を製造する方法であって、前記脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液中に、平均粒子径が0.01～20μmの無機結晶核剤を前記脂肪酸と前記無機結晶核剤の合計量に対して0.1～20質量%分散させて分散液を

10

20

30

40

50

調製する工程と、前記分散液と前記無機金属塩の水溶液とを混合して反応を行う工程と、を有する金属石鹸の製造方法である。

【発明の効果】

【0013】

本発明の金属石鹸によれば、高い分散性又は被覆性を粉体に付与し、粉体の固結防止性、流動性又は感触を向上させることができる。また、本発明の金属石鹸の製造方法によれば、本発明の金属石鹸を安定且つ生産性良く製造することができる。

【発明を実施するための形態】

【0014】

以下、本発明の実施形態について説明する。

10

本発明の金属石鹸は、例えば、脂肪酸アルカリ金属塩と無機金属塩とを複分解法により反応させて製造することができる。

【0015】

脂肪酸アルカリ金属塩の原料となる脂肪酸は、飽和脂肪酸及び不飽和脂肪酸のいずれであってもよく、直鎖状及び分岐状のいずれであってもよい。さらに、脂肪酸の構造中に水酸基、アルデヒド基、エポキシ基等の官能基が含まれていてもよい。かかる脂肪酸としては、例えば、カプロン酸、ヘプチル酸、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラキシン酸、ベヘン酸等が挙げられ、好ましくは炭素数7～18の脂肪酸である。

脂肪酸の炭素数が6未満の場合、粉体の固結防止性、流動性又は感触を向上させる効果が得られにくくなることがあり、炭素数が22を超える場合は、工業的に入手が困難であり、また脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を調製する際に、水への溶解度が著しく低くなり、金属石鹸の生産性が低下することがある。これらの脂肪酸は、1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

20

【0016】

脂肪酸アルカリ金属塩の原料となる塩基性化合物としては、アルカリ金属（ナトリウム、カリウムなど）の水酸化物、及びアンモニア、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどのアミン類などが挙げられる。脂肪酸アルカリ金属塩を形成したときに水に対する溶解度が高い点から、好ましくはナトリウム、カリウムなどのアルカリ金属の水酸化物（例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム）である。これら

30

【0017】

本発明に用いる脂肪酸アルカリ金属塩は、脂肪酸と塩基性化合物とを、一般に、脂肪酸の融点以上であり、かつ該脂肪酸が分解しない程度の温度、好ましくは100以下、より好ましくは50～100、さらに好ましくは60～95、特に好ましくは70～95で反応させて得られる。

【0018】

本発明の金属石鹸としては、上記で得られた脂肪酸アルカリ金属塩と、金属又は半金属を含有する無機金属塩とを水溶液中で複分解法によって反応させて得られる金属石鹸を用いることが好ましい。即ち、本発明の金属石鹸は、言い換えれば、金属又は半金属を含有する無機金属と脂肪酸との塩である。

40

金属又は半金属を含有する金属としては、粉体の固結防止性、流動性又は感触の向上の点から、カルシウム、亜鉛が好ましい。

金属又は半金属を含有する無機金属塩としては、金属又は半金属を含有する金属の塩化物、硫酸塩、及び硝酸塩が挙げられ、特にカルシウム、亜鉛などの塩化物、カルシウム、亜鉛などの硫酸塩、及びカルシウム、亜鉛などの硝酸塩が、水に対する溶解度が高く、効率的に脂肪酸アルカリ金属塩と反応する点から好ましい。具体的には、塩化カルシウム、酢酸カルシウム、塩化亜鉛、硫酸亜鉛などが挙げられる。

【0019】

脂肪酸アルカリ金属塩と、金属又は半金属を含有する無機金属塩との反応は、例えば、

50

金属又は半金属を含有する無機金属塩の水溶液、及び脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液を別々に調製した後、これらを混合することにより行なうことができる。例えば、脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液中に、金属又は半金属を含有する無機金属塩の水溶液を添加する、あるいは別の反応槽に両者を添加することによって行なうことができる。

脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液と、金属又は半金属を含有する無機金属塩の水溶液との混合に際しては、例えば、脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液に対して、金属又は半金属を含有する無機金属塩の水溶液を一度に投入すると、得られる金属石鹸粒子の形状が不均一になり、粒度分布が広がるおそれがある。したがって、本発明においては、脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液に対して、金属又は半金属を含有する無機金属塩の水溶液を適度な速度で徐々に滴下することが好ましい。

10

#### 【0020】

上記反応において、調製した脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液中に無機結晶核剤を分散させ、金属又は半金属を含有する無機金属塩の水溶液を添加するか、あるいは別の反応槽に両者を添加することがより好ましい。

無機結晶核剤は、結晶核になって結晶成長を促進し、結晶サイズを微細化又は均一にする作用を有する。脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液中に無機結晶核剤を添加することによって、脂肪酸アルカリ金属塩が均一に分散され、金属又は半金属を含有する無機金属塩の水溶液と反応させた際に、無機結晶核剤は金属石鹸粒子が結晶生成する際の核剤として働き、核剤を起点として粒子形状が均一になり、且つ金属石鹸粒子の粒度分布がシャープとなる。

20

#### 【0021】

本発明の金属石鹸の製造に用いる無機結晶核剤としては、脂肪酸アルカリ金属塩の水溶液と金属又は半金属を含有する無機金属塩の水溶液とを反応させて、金属石鹸粒子を生成させる複分解反応時に無機結晶核剤自体が融解又は組成変化等を起こさない結晶核剤が好適に用いられ、例えば、金属又は半金属を含有する無機結晶核剤が用いられる。具体的には、シリカ、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化カルシウム、窒化ホウ素、タルク、マイカ、合成雲母、アルミナ、セリサイトからなる群から選ばれる1種又は2種以上を用いることができる。

#### 【0022】

無機結晶核剤の平均粒子径は0.01~20 $\mu\text{m}$ であり、好ましくは0.1~20 $\mu\text{m}$ 、より好ましくは0.5~19 $\mu\text{m}$ である。平均粒子径が0.01 $\mu\text{m}$ 未満である場合、粒子径が著しく微細であるため結晶核としての機能を出せないことがあり、20 $\mu\text{m}$ より大きい場合、後述する内部取込率Aが低くなって、得られる金属石鹸粒子の粒度が粗大になったり、粒子形状が不均一になることがある。

30

なお、無機結晶核剤の平均粒子径は、マイクロトラックレーザー回折法により測定することができる。マイクロトラックレーザー回折法は、レーザー光を粒子に照射することによって得られる散乱光を利用して求める方法である。本発明においては、無機結晶核剤が溶解しない有機溶媒、例えばエタノール、イソプロピルアルコールなどの有機溶媒を循環させたところに試料をそのまま投入する湿式により測定を行なうことができる。また、本発明における測定対象は平均粒子径が0.1~200 $\mu\text{m}$ の範囲である。平均粒子径は、

40

#### 【0023】

無機結晶核剤の添加量は、前記脂肪酸と前記無機結晶核剤の合計量に対して、通常、0.1~20質量%であり、好ましくは0.5~20質量%、より好ましくは1~19質量%、さらに好ましくは3~18質量%である。無機結晶核剤の添加量が少なすぎると、後述する内部取込率Aが低くなって、得られる金属石鹸粒子の粒度が粗大になったり、粒子形状が不均一になることがある。また無機結晶核剤の添加量が多すぎても、添加量に見合った効果が得られないことがある。

#### 【0024】

50

金属石鹸製造時の脂肪酸アルカリ金属塩の濃度は、金属石鹸の生産性の点、及び脂肪酸アルカリ金属塩水溶液又は得られる金属石鹸スラリーのハンドリング性の点から、通常、水溶液中、1～20質量%、好ましくは5～15質量%である。脂肪酸アルカリ金属塩の濃度が低すぎる場合は、金属石鹸の生産性が低下することがあり、実用上好ましくない。濃度が高すぎる場合は、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液又は得られる金属石鹸スラリーの粘度が上昇するので、均一な反応を行うことが困難となることがある。

なお、金属又は半金属を含有する無機金属塩水溶液中の無機金属塩の濃度は、金属石鹸の生産性の点、及び脂肪酸アルカリ金属塩水溶液又は得られる金属石鹸スラリーのハンドリング性の点から、通常、10～50質量%、好ましくは10～40質量%である。

【0025】

脂肪酸アルカリ金属塩と、金属又は半金属を含有する無機金属塩との反応は、脂肪酸アルカリ金属塩の溶解度を考慮して、当業者が通常行う温度条件下で行われる。好ましくは50～100、より好ましくは60～95である。反応温度が低すぎると、脂肪酸アルカリ金属塩と金属又は半金属を含有する金属塩との反応率が低下するおそれがある。

【0026】

脂肪酸アルカリ金属塩と金属又は半金属を含有する無機金属塩との反応時に、金属石鹸スラリーを安定化させて、金属石鹸の生産性を向上させる目的で、ポリアルキレングリコール系エーテル、特にオキシプロピレンブロック(PO)がオキシエチレンブロック(EO)で挟まれた構造(EO-PO-EO)を有するトリブロックエーテルを金属石鹸スラリー中に存在させることが好ましい。金属石鹸スラリー中におけるポリアルキレングリコール系エーテルの含有量は、通常、脂肪酸アルカリ金属塩100質量%に対して、0.01～5質量%、好ましくは0.05～2質量%である。

なお、ポリアルキレングリコール系エーテルは、塩基性化合物と脂肪酸とを反応させる前に反応系に存在させても良く、また脂肪酸アルカリ金属塩と金属又は半金属を含有する無機金属塩との反応の前に反応系に存在させても良い。

【0027】

上記方法によって金属石鹸スラリーが得られる。この金属石鹸スラリーはそのまま、あるいは遠心脱水機、フィルタープレス、真空回転濾過機などにより溶媒を分離し、必要に応じて、洗浄を行い、副生する金属又は半金属を含有する塩を除去した後に、回転乾燥機、気流乾燥装置、通気式乾燥機、噴霧式乾燥機、流動層型乾燥装置などにより乾燥させる。乾燥方法は、連続式又は回分式、あるいは常圧又は真空下のいずれでもよい。さらに、乾燥させた金属石鹸を必要に応じて粉碎する。粉碎方法は、特に限定されず、例えばピンミル、ジェットミル、アトマイザー等による粉碎方法を採用することができる。粉碎された金属石鹸粒子は分級される。すなわち、振動を与えて篩い分けを行う多段篩装置等を用いて分級を行ない、粒度分布を調整する。このようにして、本発明の金属石鹸を得ることができる。

【0028】

本発明の金属石鹸は、金属石鹸粒子と無機結晶核剤とを含有し、無機結晶核剤が金属石鹸粒子の内部に取り込まれている。無機結晶核剤が金属石鹸粒子の内部に取り込まれている割合を示す内部取込率Aは下記式(1)により表される。

内部取込率  $A = 100 - (X / X') \times 100 \dots (1)$  式

X ; 金属石鹸における無機結晶核剤の含有量

X' ; 325メッシュのフィルターを通過した金属石鹸粉碎物における無機結晶核剤の含有量

(但し、X及びX'は、走査型電子顕微鏡/エネルギー分散型X線分光法(SEM/EDX)により、加速電圧10kV、高さ15mmの条件下、15μm四方の範囲で3箇所を元素分析して得られる平均値である。)

なお、325メッシュのフィルターを通過した金属石鹸粉碎物とは、金属石鹸を粉碎した後、325メッシュのフィルターを通過させた金属石鹸の粉碎物をいう。

【0029】

10

20

30

40

50

本発明の金属石鹸において、内部取込率Aは30%以上であり、好ましくは40%以上、より好ましくは50%以上、さらに好ましくは60%以上である。内部取込率Aが30%以上であることによって、無機結晶核剤が複分解反応時に生成する金属石鹸の結晶形状や粉体特性に寄与する割合が高くなり、所定の粒度要約値B、凝集度C及び平均円形度Eが得られやすい。反対に、内部取込率Aが30%未満である場合、無機結晶核剤が複分解反応時に生成する金属石鹸の結晶形状や粉体特性に寄与する割合が低くなり、所定の粒度要約値B、凝集度C及び平均円形度Eが得られ難くなることがある。

#### 【0030】

本発明に用いられる金属石鹸粒子は、金属石鹸粒子の体積基準における50%積算径が1.0~30.0 $\mu\text{m}$ であり、好ましくは5.0~25.0 $\mu\text{m}$ 、より好ましくは10~23.0 $\mu\text{m}$ である。

10

また、本発明に用いられる金属石鹸粒子は、粒度分布が狭いことが好ましく、これにより、粉体に使用した場合にさらに均一に被覆させることが可能となり、本発明の作用効果をより安定して発現させ易くなる。

具体的には、下記(2)式で表される粒度要約値BがB 2.00であることが好ましい。

粒度要約値B = (D90 - D10) / D50 (但し、1.0 ≤ D50 ≤ 30.0) ……  
・(2)式

D10 : 金属石鹸粒子の体積基準における10%積算径 ( $\mu\text{m}$ )

D50 : 金属石鹸粒子の体積基準における50%積算径 ( $\mu\text{m}$ )

D90 : 金属石鹸粒子の体積基準における90%積算径 ( $\mu\text{m}$ )

20

#### 【0031】

本発明において粒度要約値Bはマイクロトラックレーザー回折法により測定した粒子径から算出される。粒度要約値Bが2.00を超えると、粉体に添加した際に存在する金属石鹸粒子の粒子径のバラツキにより、粉体の固結防止性、流動性又は感触を向上させ難くなることがある。

#### 【0032】

また粒度要約値Bは1.00 ≤ B ≤ 2.00の関係を満たすことがより好ましい。1.00 ≤ B ≤ 2.00の関係を満たす場合、本発明の作用効果が更により安定して得られる。粒度要約値Bが1.00未満の場合、歩留まりが著しく低くなるなど工業的に製造することが困難となることがある。

30

なお、粒度要約値Bの調整は、脂肪酸アルカリ金属塩の濃度、脂肪酸アルカリ金属塩と金属又は半金属を含有する無機金属塩との反応時の温度、金属又は半金属を含有する金属塩含有水溶液を脂肪酸アルカリ金属塩含有水溶液に滴下する際の滴下速度をそれぞれ適宜調整することによって行うことができる。また、粒度分布が広い、つまり粒度要約値Bの値が大きいものについては、後処理において、100メッシュ、200メッシュ、330メッシュ等の篩を用いて分級することによって行なうことができる。

#### 【0033】

粒度要約値Bを求めるために使用するマイクロトラックレーザー回折法は、レーザー光を粒子に照射することによって得られる散乱光を利用して、粒度分布を求める方法である。本発明においては、金属石鹸粒子が溶解しない有機溶媒、例えばエタノール、イソプロピルアルコールなどの有機溶媒を循環させたところに試料をそのまま投入して湿式により測定する。また、本発明における測定対象は平均粒子径が0.1~200 $\mu\text{m}$ の範囲であり、上記の(2)式で表わされる値を粒度要約値Bとした。なお、本発明においては、例えば日機装株式会社製のマイクロトラックMT-3000を用いて測定することができる。

40

#### 【0034】

また、本発明に用いられる金属石鹸粒子は、80℃の環境下に10分放置したときのパウダーテスターで測定される下記(3)式の凝集度C(%)がC 20であることが好ましい。

50

凝集度  $C = [ ( \text{篩目 } 350 \mu\text{m} \text{ の篩に残存する脂肪酸金属塩粒子の質量} ) / 2 ] \times 100 \times ( 1 / 1 ) + [ ( \text{篩目 } 250 \mu\text{m} \text{ の篩に残存する脂肪酸金属塩粒子の質量} ) / 2 ] \times 100 \times ( 3 / 5 ) + [ ( \text{篩目 } 150 \mu\text{m} \text{ の篩に残存する脂肪酸金属塩粒子の質量} ) / 2 ] \times 100 \times ( 1 / 5 ) ] \cdots ( 3 ) \text{ 式}$

【0035】

凝集度  $C$  ( %) は、 $2 \leq B \leq 18$  がより好ましく、さらに好ましくは  $2 \leq B \leq 15$  であり、特に好ましくは  $2 \leq B \leq 13$  である。 $2 \leq B \leq 13$  を満たせば本発明の作用効果がさらにより安定して得られる。

なお、凝集度  $C$  の調整は、脂肪酸アルカリ金属塩と金属又は半金属を含有する無機金属塩との反応を穏和な条件下で行ない、反応によって得られるスラリー中の金属石鹸粒子同士 10 の凝集を防ぐことによって行うことができる。つまり、例えば、脂肪酸アルカリ金属塩と無機金属塩との反応時の反応率を低下させない程度の穏和な温度で反応を行ったり、熟成時間を短縮したりすることによって行なうことができる。反応時のこれら因子を適宜調整することによって、凝集度  $C$  を本発明規定の範囲に調整することができる。

【0036】

ここで使用するパウダーテスターによる金属石鹸粒子の凝集度  $C$  は、下記の測定方法で得られた値である。すなわち、例えばパウダーテスター（ホソカワミクロン株式会社製、PT-N型）を用いて下記の（a）～（f）の工程を順次行なう。

（a）80 に設定された恒温機内で、測定対象の金属石鹸粒子を10分間放置する。

（b）パウダーテスターの振動台に、上層から篩目  $350 \mu\text{m}$ 、 $250 \mu\text{m}$ 、 $150 \mu\text{m}$  20 の篩いを順次セットする。

（c）上記（a）工程後の金属石鹸粒子  $2.0 \text{ g}$  を即座に篩目  $350 \mu\text{m}$  の篩上に静かにのせる。

（d）篩を振幅  $1 \text{ mm}$  で  $105$  秒間振動させる。

（e）各篩に残存した金属石鹸粒子の質量を計測する。

（f）上記（e）工程で得られた各質量にそれぞれ  $1/1$ 、 $3/5$  及び  $1/5$  の重みを順次に乗じ、これらを加算して上記（3）式により百分率を算出した値を凝集度  $C$  ( %) とする。

以上の（a）～（f）の工程を5回繰り返し、その平均値を測定値とする。

【0037】

さらに、本発明に用いられる金属石鹸粒子は、下記（4）式で示すゆるみ嵩密度（ $D_a$ ）（ $\text{g/cc}$ ）が  $0.120 \leq D_a \leq 0.200$  であることが好ましく、 $0.135 \leq D_a \leq 0.180$  であることがより好ましい。 $0.135 \leq D_a \leq 0.180$  であることにより、粉体に使用した場合に更に高い分散性が得られ、本発明の作用効果をより安定して発現させやすい。

【0038】

ゆるみ嵩密度（ $D_a$ ）は、下記の測定方法で得られた値である。まず、例えばパウダーテスター（ホソカワミクロン株式会社製、PT-N型）を用い、振動台に篩目  $710 \mu\text{m}$  の篩をセットし、その中に試料  $250 \text{ cc}$  を入れ、 $30$  秒間振動させて、篩の下方に設置した測定用カップの中に、落下した試料を集める。付属のブレードを用いて、カップ上の 40 余分な金属石鹸粒子をすりきった後、試料の入ったカップの質量を測定する。なお、本発明においては、この操作・測定を5回繰り返し、その平均値を嵩密度（ $D_a$ ）の測定値とする。PT-N型では、自動で測定値が表示される。

【0039】

ゆるみ嵩密度（ $D_a$ ）（ $\text{g/cc}$ ）= 試料の入ったカップの質量（ $\text{g}$ ）/ カップの容積（ $\text{cc}$ ） $\cdots$ （4）式

【0040】

本発明に用いられる金属石鹸粒子は、フロー式粒子像分析装置によって測定したとき、 $10\%$  粒子径～ $90\%$  粒子径の粒子群の平均円形度  $E$ （以下、単に「平均円形度  $E$ 」とも呼ぶ。）が  $0.810 \sim 1.000$  であることが好ましく、より好ましくは  $0.820 \sim$  50

0.950、さらに好ましくは0.820~0.920である。平均円形度Eが上記範囲であれば、粉体に使用した場合に、分散性・被覆性を更に高めることができ、本発明の作用効果をより安定して発現させやすい。

#### 【0041】

なお、平均円形度Eの調整は、脂肪酸アルカリ金属塩と無機金属塩との反応を穏和な条件下で行ない、反応によって得られるスラリー中の金属石鹸粒子の粒子形状が不均一となるのを防ぐことによって行うことができる。つまり、例えば、脂肪酸アルカリ金属塩と無機金属塩との反応時の反応率を低下させない程度の穏和な温度で反応を行ったり、金属塩含有水溶液を脂肪酸アルカリ金属塩含有水溶液に滴下する際の滴下速度を緩やかにしたり、スラリーを安定化させるために上述のポリアルキレングリコール系エーテルを添加したりすることによって行なうことができる。反応時のこれら因子を適宜調整することによって、平均円形度Eを本発明規定の範囲に調整することができる。さらに、調整した脂肪酸アルカリ金属塩含有水溶液に平均粒子径が0.01~20 $\mu$ mの無機結晶核剤を脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に対して0.1~20質量%分散させた後、金属又は半金属を含有する無機金属塩含有水溶液を添加する、あるいは別の反応槽に両者を添加することがより好ましい。脂肪酸アルカリ金属塩含有水溶液中に結晶核剤を分散させた後、金属又は半金属を含有する無機金属塩含有水溶液と反応させた際に、結晶核剤を核として金属石鹸粒子が生成するので、粒子形状が均一に成長し高い円形度が得られやすくなる。

#### 【0042】

本発明における平均円形度Eは、金属石鹸粒子の形状を定量的に表現する簡便な方法として用いたものであり、次のように定義することができる。まず、例えばシスメックス社製フロー式粒子像分析装置「FPIA-3000」を用いて、円相当径0.5~200 $\mu$ mの範囲内の粒子を測定し、そこで測定された各粒子の円形度(ai)を下記の(5)式によりそれぞれ求める。

#### 【0043】

円形度(ai) = (粒子の投影像と同じ面積を有する円の周囲長) / (粒子投影像の周囲長)・・・(5)式

#### 【0044】

本発明における平均円形度Eとは、金属石鹸の粒子形の凹凸の度合いを示す指標であり、金属石鹸粒子の表面形状が円形に近くなるほど1.000に近づき、粒子の表面形状が複雑になるほど平均円形度は小さな値となる。本発明で用いることができる測定装置である「FPIA-3000」は、各粒子の円形度を算出し、得られた円形度によって、粒子の円形度0.4~1.0を61分割したクラスに分け、分割点の中心と頻度を用いて平均円形度の算出を行う算出法を用いている。

#### 【0045】

本発明において、10%粒子径~90%粒子径の粒子群の平均円形度Eは、上記測定装置で測定した全粒子のうち、粒径分布の小粒子径側から数えて10%粒子径~90%粒子径の範囲にある粒子の円形度の総和を粒子数で除した値である。

#### 【0046】

10%粒子径~90%粒子径の粒子群の平均円形度Eの測定は、例えば以下のとおりである。予め不純固形物などを除去したイオン交換水30mlを容器中に用意し、その中に分散剤として界面活性剤、好ましくはポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル(日油株式会社製、商品名:ノニオンNS-210)を加えた後、さらに測定試料を20mg加え、均一に分散させる。分散手段としては、例えば超音波分散機UH-50型(エスエムテ社製、20kHz・50W)に、振動子として直径5mmのチタン合金チップを装着したものをを用い、5分間分散処理を行い、分散液濃度を3,000個/ml~20,000個/mlとして、測定用の分散液とする。その際、測定用分散液の温度が40以上にならないように適宜冷却しながら行う。その後、フロー式粒子像分析装置「FPIA-3000」を用いて測定を行い、得られたデータを処理することで平均円形度Eが求められる。

10

20

30

40

50

## 【実施例】

## 【0047】

以下、実施例及び比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。

## 【0048】

## (合成例1)

3 Lセパラブルフラスコにヘプチル酸を250 g、水1880 gを仕込み、80 まで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液を160.0 g加え、同温度(80 )にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径2.9 μmのシリカを12 g添加して1時間攪拌した。その後、90 に保持したまま、25質量%塩化亜鉛水溶液392.6 gを40分かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、80 に保持して10分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸亜鉛塩水溶液スラリーに水1500 gを加え、65 以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000 gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥・粉砕して脂肪酸亜鉛塩粒子を得た。

10

## 【0049】

## (合成例2)

3 Lセパラブルフラスコにカプリン酸250 g及び水1927 gを仕込み、80 まで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液120.9 gを加え、同温度(80 )にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径0.9 μmの酸化亜鉛を4.6 g添加して1時間攪拌した。その後、80 に保持したまま、35質量%塩化カルシウム水溶液241.6 gを30分間かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、80 に保持して30分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸カルシウム塩水溶液スラリーに水1500 gを加え、65 以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000 gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥、粉砕及び分級して脂肪酸カルシウム塩粒子を得た。

20

## 【0050】

## (合成例3)

3 Lセパラブルフラスコにカプロン酸を250 g、ポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコール・ブロックエーテル(日油株式会社製、商品名:プロノン 104)を1.25 g及び水1868 gを仕込み、90 まで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液を179.4 g加え、同温度(90 )にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径16.7 μmの水酸化カルシウムを15 g添加して1時間攪拌した。その後、90 に保持したまま、25質量%塩化亜鉛水溶液440.2 gを30分かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、90 に保持して10分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸亜鉛塩水溶液スラリーに水1500 gを加え、65 以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000 gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥・粉砕して脂肪酸亜鉛塩粒子を得た。

30

## 【0051】

## (合成例4)

3 Lセパラブルフラスコにヘプチル酸を250 g、ポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコール・ブロックエーテル(日油株式会社製、商品名:プロノン 104)を1.25 g及び水1888 gを仕込み、90 まで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液を160.0 g加え、同温度(90 )にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径18.4 μmの窒化ホウ素を10 g添加して1時間攪拌した。その後、90 に保持したまま、25質量%塩化亜鉛水溶液392.6 gを40分かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、90 に保持して10分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸亜鉛塩水溶液スラリーに水1500 gを加え、65 以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000 gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥・粉砕して脂肪酸亜鉛塩粒子を得た。

40

50

## 【0052】

(合成例5)

3 Lセパラブルフラスコにラウリン酸を250 g、ポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコール・ブロックエーテル(日油株式会社製、商品名:プロノン 104)を1.25 g及び水1944 gを仕込み、90 °Cまで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液を104.0 g加え、同温度(90 °C)にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径10.2 μmのタルクを20 g添加して1時間攪拌した。その後、90 °Cに保持したまま、35質量%塩化カルシウム水溶液207.8 gを30分かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、90 °Cに保持して10分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸カルシウム塩水溶液スラリーに水1500 gを加え、65 °C以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000 gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥・粉砕して脂肪酸カルシウム塩粒子を得た。

10

## 【0053】

(合成例6)

3 Lセパラブルフラスコにミリスチン酸を250 g、ポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコール・ブロックエーテル(日油株式会社製、商品名:プロノン 104)を1.25 g及び水1957 gを仕込み、90 °Cまで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液を91.2 g加え、同温度(90 °C)にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径16.2 μmのマイカを30 g添加して1時間攪拌した。その後、90 °Cに保持したまま、25質量%塩化亜鉛水溶液223.8 gを40分かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、90 °Cに保持して10分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸亜鉛塩水溶液スラリーに水1500 gを加え、65 °C以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000 gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥・粉砕して脂肪酸亜鉛塩粒子を得た。

20

## 【0054】

(合成例7)

3 Lセパラブルフラスコにステアリン酸を250 g、ポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコール・ブロックエーテル(日油株式会社製、商品名:プロノン 104)を1.25 g及び水1973 gを仕込み、90 °Cまで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液を73.2 g加え、同温度(90 °C)にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径0.7 μmのアルミナを50 g添加して1時間攪拌した。その後、90 °Cに保持したまま、25質量%塩化亜鉛水溶液179.7 gを40分かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、90 °Cに保持して10分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸亜鉛塩水溶液スラリーに水1500 gを加え、65 °C以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000 gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥・粉砕して脂肪酸亜鉛塩粒子を得た。

30

## 【0055】

(合成例8)

3 Lセパラブルフラスコにステアリン酸を250 g、ポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコール・ブロックエーテル(日油株式会社製、商品名:プロノン 104)を1.25 g及び水1973 gを仕込み、90 °Cまで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液を73.2 g加え、同温度(90 °C)にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径9.4 μmのセリサイトを6.4 g添加して1時間攪拌した。その後、90 °Cに保持したまま、25質量%塩化亜鉛水溶液179.7 gを40分かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、90 °Cに保持して10分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸亜鉛塩水溶液スラリーに水1500 gを加え、65 °C以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000 gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥・粉砕して脂肪酸亜鉛塩粒子を得た。

40

## 【0056】

50

(比較化合物1)

ステアリン酸亜鉛(日油株式会社製、商品名「ジンクステアレートGF-200」)

【0057】

(比較化合物2)

ラウリン酸亜鉛(日油株式会社製、商品名「パウダーベースL」)

【0058】

(比較化合物3)

ステアリン酸カルシウム(日油株式会社製、商品名「カルシウムステアレート」)

【0059】

(比較化合物4)

ステアリン酸亜鉛(日油株式会社製、商品名「ニッサンエレクトールMZ-2」)

【0060】

(合成例9)

3Lセパラブルフラスコにヘプチル酸を250g、ポリエチレングリコール・ポリプロピレングリコール・ブロックエーテル(日油株式会社製、商品名:プロノン104)を1.25g及び水1888gを仕込み、90℃まで昇温した。次いで、48質量%水酸化ナトリウム水溶液を160.0g加え、同温度(90℃)にて1時間攪拌し、脂肪酸アルカリ金属塩水溶液を得た。そこに、平均粒子径16.2μmのマイカを97.2g添加して1時間攪拌した。その後、90℃に保持したまま、25質量%塩化亜鉛水溶液392.6gを30分かけて脂肪酸アルカリ金属塩水溶液に滴下した。滴下終了後、90℃に保持して10分間攪拌して熟成した。得られた脂肪酸亜鉛塩水溶液スラリーに水1500gを加え、65℃以下まで冷却した。その後、吸引濾過機でろ過し、1000gの水で2回水洗し、得られたケーキをマイクロドライヤーで乾燥・粉碎して脂肪酸亜鉛塩粒子を得た。

【0061】

(実施例1~8, 比較例1~5; 脂肪酸金属塩粒子の物性測定)

合成例1~9, 比較化合物1~4について、本明細書に記載の方法に従って、D10、D50、D90、粒度要約値B、ゆるみ嵩密度(Da)、平均円形度E、凝集度C(%)をそれぞれ測定した。

なお、D10、D50、D90、粒度要約値Bについては日機装株式会社製のマイクロトラックMT-3000を、ゆるみ嵩密度(Da)および凝集度C(%)についてはパウダーテスター(ホソカワミクロン株式会社製、PT-N型)を、平均円形度Eについてはシスメックス社製フロー式粒子像分析装置「FPIA-3000」をそれぞれ用いて測定した。更に合成例1~9については、本明細書に記載の方法に従って、内部取込率Aを測定した。これらの測定結果を表1にまとめた。

【0062】

(実施例1~8, 比較例1~5; 金属石鹸粒子の評価)

合成例1~9, 比較化合物1~4の脂肪酸金属塩粒子を金属石鹸として用い、粉体と混合して、安息角、かさ比重(充填密度)、落下速度を下記のとおり測定した。

粉体として、JFEスチール社製、鉄粉JIP-300A-120[アドマイズ鉄粉(噴霧鉄粉)、平均粒子径74μm]を用いた。鉄粉に対して実施例及び比較例の金属石鹸(脂肪酸塩)粒子をそれぞれ0.4質量%添加(内添)し、ロッキングミル((株)セイワ技研製)で振動速度60rpm、15分間混合して評価用サンプルとした。結果を表2及び3に示した。

【0063】

[安息角]

安息角の測定は、筒井理化学器械株式会社製「AOD粉体特性測定器」を用いて測定した。測定数N=5で行い、平均値を安息角の値とした。単位は度(°)である。

【0064】

[かさ比重(充填密度)]

かさ比重の測定は、協和理化工業株式会社製のかさ比重測定機A型を用いてJIS K6

10

20

30

40

50

7 2 1 - 1 9 9 5 に準拠して行った。測定数  $N = 5$  で行い、平均値をかさ比重の値とした。単位は  $g / c c$  である。

【 0 0 6 5 】

〔 落下速度 〕

落下速度の測定は、J I S K 5 4 0 2 - 1 9 9 5 に規定されるフォードカップを用い、測定を行った。測定数  $N = 5$  で行い、平均値を落下速度の値とした。単位は秒である。

【 0 0 6 6 】

【表1】

		脂防酸 金属塩 種	金属または半金属を 含有する結晶核剤 粒子径、添加量	測定結果							
				内部取 込率A (%)	D10 ( $\mu$ m)	D50 ( $\mu$ m)	D90 ( $\mu$ m)	粒度 要約値B	ゆるみ高 密度Da (g/cc)	平均 円形度E	凝集度 C(%)
実施例1	合成例1	Zn塩	シリカ 2.9 $\mu$ m、4.6質量%	48.1	7.12	19.7	32.1	1.27	0.145	0.828	10.7
実施例2	合成例2	Ca塩	酸化亜鉛 0.9 $\mu$ m、1.8質量%	62.8	7.94	19.1	38.7	1.61	0.169	0.822	6.2
実施例3	合成例3	Zn塩	水酸化カルシウム 16.7 $\mu$ m、5.7質量%	32.4	7.12	18.6	39.5	1.74	0.171	0.834	15.7
実施例4	合成例4	Zn塩	窒化ホウ素 18.4 $\mu$ m、3.8質量%	35.2	5.53	6.65	17.6	1.82	0.178	0.893	8.2
実施例5	合成例5	Ca塩	タルク 10.2 $\mu$ m、7.4質量%	42.9	7.95	19.5	38.6	1.57	0.136	0.867	17.2
実施例6	合成例6	Zn塩	マイカ 16.2 $\mu$ m、10.7質量%	33.8	6.12	20.9	42.6	1.75	0.141	0.821	13.2
実施例7	合成例7	Zn塩	アルミナ 0.7 $\mu$ m、16.7質量%	42.5	2.17	7.25	12.6	1.44	0.138	0.882	3.8
実施例8	合成例8	Zn塩	セリサイト 9.4 $\mu$ m、2.5質量%	31.5	7.45	17.8	35.6	1.58	0.133	0.834	15.6
比較例1	比較化 合物1	Zn塩	添加なし	-	8.39	20.7	39.5	3.81	0.250	0.755	23.3
比較例2	比較化 合物2	Zn塩	添加なし	-	2.60	6.60	14.2	2.17	0.171	0.806	14.2
比較例3	比較化 合物3	Ca塩	添加なし	-	2.52	9.66	39.6	3.84	0.182	0.781	35.4
比較例4	比較化 合物4	Zn塩	添加なし	-	1.30	3.28	6.27	1.51	0.108	0.909	81.4
比較例5	合成例9	Zn塩	マイカ 16.2 $\mu$ m、28.0質量%	21.7	6.41	23.6	62.8	2.39	0.142	0.823	31.8

【0067】

10

20

30

40

【表 2】

実施例	1	2	3	4	5	6	7	8
	合成例1	合成例2	合成例3	合成例4	合成例5	合成例6	合成例7	合成例8
安息角 (°)	35.1	34.2	34.6	35.4	35.9	34.0	33.8	34.2
かさ比重 (g/cc)	3.45	3.48	3.41	3.38	3.39	3.47	3.51	3.48
粉体流動性 (秒)	11.3	11.1	11.6	11.9	11.5	11.3	10.9	11.6

10

【0068】

【表 3】

比較例	1	2	3	4	5
	比較 化合物1	比較 化合物2	比較 化合物3	比較 化合物4	合成例9
安息角 (°)	39.3	36.9	37.2	36.1	37.8
かさ比重 (g/cc)	3.11	3.24	3.18	3.36	3.27
粉体流動性 (秒)	13.2	12.4	12.8	12.0	12.5

20

【0069】

実施例 1 ~ 8 では、安息角が小さいことから、粉体の流動性が高くなり、アトマイズ鉄粉に極めて高い流動性を付与できていることが分かる。また、かさ比重の値が大きくなり、充填性に優れていることが分かる。

これに対して比較例 1 及び 2 では、金属石鹸の粒子が大きく、その粒子形状が不揃いであるため、分散時にムラが生じ、分散性に劣っている。比較例 3 及び 4 では、凝集度が高く、分散性に劣っている。比較例 5 では、無機結晶核剤の量が多いことから、反応系内で無機結晶核剤が過飽和となり内部取込率 A が低下して粒度が不揃いとなり、分散性に劣っている。

30

【0070】

(実施例 9 ~ 16, 比較例 6 ~ 10; 金属石鹸粒子の評価)

合成例 1 ~ 9, 比較化合物 1 ~ 4 の脂肪酸金属塩粒子を金属石鹸として用い、表 4 に示す組成物によりパウダーファンデーションである固形粉末化粧料を調製して中皿に充填成形し、下記の方法により延展性の評価を行った。

【0071】

## 【表 4】

表 4. パウダーファンデーション組成物

配合	添加量 (質量%)
金属石鹸 (合成例 1～9, 比較化合物 1～4)	15
ナイロンパウダー	30
マイカ	30
赤色酸化鉄 (ベンガラ)	4
黄色酸化鉄	8
黒色酸化鉄	3
スクワラン	5
ジメチルポリシロキサン	1
ミリスチン酸オクチルドデシル	2
セスキオレイン酸ソルビタン	1.7
プロピルパラベン	0.2
香料	0.1

10

20

## 【0072】

〔延展性〕

20名の女性(20～35歳)をパネラーとし、固形粉末化粧料を使用した時ののび(延展性)について、下記のように判定し、20名の平均値を求めて、その結果を表5及び6に示した。平均値が1.5点以上の固形粉末化粧料を感触が良好な化粧料であると評価した。

2点：使用時ののびが良いと感じた場合。

1点：使用時ののびがやや悪いと感じた場合。

0点：使用時ののびが悪いと感じた場合。

30

## 【0073】

## 【表 5】

実施例	9	10	11	12	13	14	15	16
	合成例1	合成例2	合成例3	合成例4	合成例5	合成例6	合成例7	合成例8
延展性	1.9	1.8	1.9	1.9	1.8	1.9	1.8	1.8

## 【0074】

## 【表 6】

比較例	6	7	8	9	10
	比較 化合物1	比較 化合物2	比較 化合物3	比較 化合物4	合成例9
延展性	1.2	1.3	1.1	1.2	1.4

40

## 【0075】

実施例9～16より本発明の脂肪酸金属塩粒子を用いた固形粉末化粧料は、いずれも延展性が良好であり、感触が良好である結果が得られた。

50

一方、比較例 6 ~ 10 では、十分な性能が得られていない。つまり、比較例 6 ~ 9 では、本発明の成分である金属石鹸微粒子が配合されていないことから、いずれも延展性が悪く、感触が良好ではない。また、比較例 10 では、無機結晶核剤の量が多いことから、反応系内で無機結晶核剤が過飽和となり内部取込率 A が低下して粒度が不揃いとなるので、延展性が悪く、感触が良好ではない。

【産業上の利用可能性】

【0076】

本発明の金属石鹸は、樹脂パウダー、造粒尿素などの有機物粒子；鉄粉、フェライト粉などの金属粒子；炭酸カルシウム、ベンガラなどの金属又は半金属を含有する無機物粒子；などの粉体と混合することによって、粉体の固結防止性、流動性又は感触を向上させることができる。

10

【0077】

〔関連出願〕

本願は、2015年2月17日出願の日本国特許出願（特願2015-28558）に基づく優先権の利益を享受するものであり、それら全ての内容が参照によりここに組み込まれる。

---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開昭60-181166(JP,A)  
米国特許第03656982(US,A)  
特開2006-291199(JP,A)  
特開2010-270330(JP,A)  
米国特許出願公開第2010/0098780(US,A1)  
特開昭58-065762(JP,A)  
特開2014-125377(JP,A)  
特開2000-327791(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07C  
A61K 8/00  
C11D  
C09C  
C01B  
C01F  
C01G  
B01J  
CAPLus/REGISTRY(STN)