



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년03월20일
 (11) 등록번호 10-1118780
 (24) 등록일자 2012년02월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C01G 9/02 (2006.01) C01G 23/047 (2006.01)
 A61K 8/27 (2006.01) A61Q 17/04 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2005-7023630
 (22) 출원일자(국제) 2004년06월10일
 심사청구일자 2009년05월25일
 (85) 번역문제출일자 2005년12월09일
 (65) 공개번호 10-2006-0025166
 (43) 공개일자 2006년03월20일
 (86) 국제출원번호 PCT/GB2004/002480
 (87) 국제공개번호 WO 2004/108599
 국제공개일자 2004년12월16일

(73) 특허권자
크로다 인터내셔널 피엘씨
 영국 디엔14 9에이에이 이스트 요크셔 굴 스테이
 쓰 코웍 홀
 (72) 발명자
리쓰, 필립, 로렌스
 영국 티에스17 5디엔 클리브랜드 스토크톤 온 티
 스 잉글비 바웬니스 코오트 6
 (74) 대리인
김영, 주성민

(30) 우선권주장
 0313432.7 2003년06월11일 영국(GB)
 (56) 선행기술조사문헌
 US20030223940 A1
 US0536660 A

전체 청구항 수 : 총 25 항

심사관 : 이성렬

(54) 발명의 명칭 **산화아연**

(57) 요약

본 발명은 (i) 70 내지 130 nm 범위의 중앙 부피 입자 직경, (ii) 중앙 부피 입자 직경보다 35 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 갖는 16 부피% 미만의 입자, 및 (iii) 중앙 부피 입자 직경보다 57 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 갖는 84 부피% 초과 입자의 분산액 입자 크기를 갖는 산화아연 입자를 함유하는 분산액에 관한 것이다. 산화아연 분산액은 효과적인 UV 차단 및 향상된 투명성을 모두 나타내는 썬스크린 제품에서 사용될 수 있다. 산화아연은 투명 이산화티탄과 조합하여 사용되기에 특히 적당하다.

특허청구의 범위

청구항 1

분산 매질 내에 산화아연의 입자를 포함하는 분산액으로서, 분산액 내의 산화아연 입자가 (i) 70 내지 130 nm 범위의 중앙 부피 입자 직경을 가지고, (ii) 16 부피% 미만의 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 35 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지고, (iii) 84 부피% 초과 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 57 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 가지며, 산화아연 입자가 13 내지 20 l/g/cm 범위의 360 nm에서의 흡광 계수(E_{360})를 가지는 것인, 분산액.

청구항 2

제1항에 있어서, 산화아연 입자가 80 내지 120 nm 범위의 중앙 부피 입자 직경을 가지는 것인 분산액.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 16 부피% 미만의 산화아연 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 30 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지는 것인 분산액.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 84 부피% 초과 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 54 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 가지는 것인 분산액.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 30 부피% 미만의 산화아연 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 19 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지는 것인 분산액.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 70 부피% 초과 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 24 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 가지는 것인 분산액.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 35 내지 65 nm 범위의 평균 입자 크기를 갖는 일차 입자를 포함하는 것인 분산액.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 15 내지 35 m²/g 범위의 BET 비표면적을 가지는 것인 분산액.

청구항 9

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 10 ppm 미만의 납 함량을 가지는 것인 분산액.

청구항 10

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 1.2 l/g/cm 미만의 524 nm에서의 흡광 계수(E_{524})를 가지는 것인 분산액.

청구항 11

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 2.5 l/g/cm 미만의 450 nm에서의 흡광 계수(E_{450})를 가지는 것인 분산액.

청구항 12

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 13.5 내지 17 1/g/cm 범위의 360 nm에서의 흡광 계수(E_{360})를 가지는 것인 분산액.

청구항 13

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 12 내지 20 1/g/cm 범위의 308 nm에서의 흡광 계수(E_{308})를 가지는 것인 분산액.

청구항 14

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 13 내지 25 1/g/cm 범위의 최대 흡광 계수 $E(\max)$ 를 가지는 것인 분산액.

청구항 15

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화아연 입자가 360 내지 380 nm 범위의 $\lambda(\max)$ 를 가지는 것인 분산액.

청구항 16

제1항 또는 제2항에 있어서, 30 중량% 이상의 산화아연 입자를 포함하는 분산액.

청구항 17

(i) 중앙 부피 입자 직경이 70 내지 130 nm 범위이고, (ii) 16 부피% 미만의 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 35 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지고, (iii) 84 부피% 초과 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 57 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 갖는 분산액 입자 크기를 가지며, 13 내지 20 1/g/cm 범위의 360 nm에서의 흡광 계수(E_{360})를 가지는 미립상 산화아연.

청구항 18

제17항에 있어서, 0.1 내지 1.0 1/g/cm 범위의 524 nm에서의 흡광 계수(E_{524}), 0.3 내지 2 1/g/cm 범위의 450 nm에서의 흡광 계수(E_{450}), 13 내지 20 1/g/cm 범위의 360 nm에서의 흡광 계수(E_{360}), 12 내지 20 1/g/cm 범위의 308 nm에서의 흡광 계수(E_{308}), 13 내지 25 1/g/cm 범위의 최대 흡광 계수 $E(\max)$, 및 363 내지 377 nm 범위의 $\lambda(\max)$ 를 가지는 미립상 산화아연.

청구항 19

제17항 또는 제18항에 따른 산화아연 또는 제1항 또는 제2항에 따른 분산액을 포함하는 썬스크린 제품.

청구항 20

제19항에 있어서, 피부에 적용 시에 투명하고, 0.3 내지 3 범위의 백색도 변화 ΔL 를 가지는 썬스크린 제품.

청구항 21

제19항에 있어서, 5 내지 80% 범위의 백색도 지수를 가지는 썬스크린 제품.

청구항 22

삭제

청구항 23

(a) (i) 중앙 부피 입자 직경이 70 내지 130 nm 범위이고, (ii) 16 부피% 미만의 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 35 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지고, (iii) 84 부피% 초과 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 57 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 갖는 분산액 입자 크기를 가지며, 13 내지 20 1/g/cm 범위의 360 nm에서의 흡광 계수(E_{360})를 가지는 산화아연, 및 (b) (i) 중앙 부피 입자 직경이 24 내지 42 nm 범위이고, (ii) 16 부피% 미만의 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 15 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지고, 및 (iii) 84 부피% 초과 입자

가 중앙 부피 입자 직경보다 20 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 가지는 분산액 입자 크기를 가지는 이산화티탄을 포함하는 썬스크린 제품.

청구항 24

제23항에 있어서, 분산액 중 이산화티탄 입자가 (i) 중앙 부피 입자 직경보다 8 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 갖는 30 부피% 미만의 입자 및(또는) (ii) 중앙 부피 입자 직경보다 8 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 가지는 70 부피% 초과 입자를 갖는 것인 썬스크린 제품.

청구항 25

제23항 또는 제24항에 있어서, 이산화티탄 입자가 (i) 2.0 l/g/cm 미만의 524 nm에서의 흡광 계수(E_{524})를 가지고(가지거나), (ii) 3.0 l/g/cm 미만의 450 nm에서의 흡광 계수(E_{450})를 가지고(가지거나), (iii) 3 l/g/cm 초과 360 nm에서의 흡광 계수(E_{360})를 가지고(가지거나), (iv) 30 l/g/cm 초과 308 nm에서의 흡광 계수(E_{308})를 가지고(가지거나), (v) 40 내지 80 l/g/cm 범위의 최대 흡광 계수 $E(\max)$ 를 가지고(가지거나), (vi) 260 내지 290 nm 범위의 $\lambda(\max)$ 를 가지는 것인 썬스크린 제품.

청구항 26

제23항 또는 제24항에 있어서, 3 내지 8 중량% 범위의 미립상 이산화티탄, 및 1 내지 6 중량% 범위의 미립상 산화아연을 포함하는 썬스크린 제품.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 산화아연, 특히 분산액 형태의 산화아연, 및 그의 썬스크린 제품에서의 용도에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 산화아연은 화장품 및 썬스크린 용도에서 자외선광 감쇠제로 이용되어 왔다. 자외선광과 피부암 사이의 연관성에 대한 인식이 증가함에 따라, 매일 사용하는 스킨케어 및 화장품 제품에서의 자외선광 차단에 대한 필요가 증가해왔다. 안타깝게도, 현존하는 시중 입수가 가능한 산화아연 제품은 충분히 투명하지 않고, 피부에 사용 시에 허용불가능한 미백 효과를 가질 수 있다. 특히 이산화티탄과 조합되어 사용될 때, 향상된 투명성, 감소된 백색도를 나타내고, 넓은 스펙트럼의 자외선광 차단을 제공하는 형태의 산화아연에 대한 필요가 있다.

[0003] **종래 기술의 검토**

[0004] 종래 기술인 EP-0535971-B의 검토 내용은 산화아연 입자의 오일 분산액에 관한 것이다.

발명의 상세한 설명

[0005] **본 발명의 개요**

[0006] 본 발명자들은 본 발명에 이르러 놀랍게도, 상기 문제들 중 적어도 하나를 해소하거나 상당히 감소시키는 향상된 산화아연을 발견하였다.

[0007] 따라서, 본 발명은 분산 매질 내에 산화아연의 입자를 포함하는 분산액으로서, 분산액 내의 산화아연 입자가 (i) 70 내지 130 nm 범위의 중앙 부피 입자 직경, (ii) 중앙 부피 입자 직경보다 35 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 갖는 16 부피% 미만의 입자, 및 (iii) 중앙 부피 입자 직경보다 57 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 갖는 84 부피% 초과 입자를 가지는 분산액을 제공한다.

[0008] 본 발명은 또한 (i) 중앙 부피 입자 직경이 70 내지 130 nm 범위이고, (ii) 16 부피% 미만의 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 35 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지고, (iii) 84 부피% 초과 입자가 중앙 부피 입자 직경보다 57 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 갖는, 분산액 입자 크기를 가지는 미립상 산화아연을 제공한다

[0009] 본 발명은 또한 0.1 내지 1.0 l/g/cm 범위의 524 nm에서의 흡광 계수(E_{524}), 0.3 내지 2 l/g/cm 범위의 450 nm에서의 흡광 계수(E_{450}), 11 내지 20 l/g/cm 범위의 360 nm에서의 흡광 계수(E_{360}), 11 내지 20 l/g/cm 범위의

308 nm에서의 흡광 계수(E_{308}), 12 내지 20 l/g/cm 범위의 최대 흡광 계수 $E(\max)$, 및 363 내지 377 nm 범위의 $\lambda(\max)$ 를 가지는 미립상 산화아연을 제공한다.

- [0010] 본 발명은 또한 본원에 정의된 바와 같은 산화아연 또는 분산액을 포함하는 썬스크린 제품을 제공한다.
- [0011] 본 발명은 또한 감소된 백색도를 갖는 썬스크린의 제조에서의 본원에 정의된 바와 같은 산화아연 또는 분산액의 용도를 제공한다.
- [0012] 본 발명은 또한 (a) (i) 70 내지 130 nm 범위의 중앙 부피 입자 직경, (ii) 중앙 부피 입자 직경보다 35 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 갖는 16 부피% 미만의 입자, 및 (iii) 중앙 부피 입자 직경보다 57 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 갖는 84 부피% 초과 입자의 분산액 입자 크기를 가지는 산화아연, 및 (b) (i) 24 내지 42 nm 범위의 중앙 부피 입자 직경, (ii) 중앙 부피 입자 직경보다 15 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지는 16 부피% 미만의 입자, 및 (iii) 중앙 부피 입자 직경보다 20 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 가지는 84 부피% 초과 입자의 분산액 입자 크기를 가지는 이산화티탄을 포함하는 썬스크린 제품을 제공한다.
- [0013] 본 발명에 사용된 미립상 산화아연은 적당하게, 35 내지 65 nm, 바람직하게는 40 내지 60 nm, 더욱 바람직하게는 45 내지 55 nm, 특히 48 내지 52 nm, 더 특히 49 내지 51 nm 범위의 평균 입자 크기(본원에 기재된 바대로 측정)를 가지는 일차 입자를 포함한다. 일차 산화아연 입자의 크기 분포는 예를 들어, 산화아연을 포함하는 썬스크린 제품의 최종 성질에 대해 상당한 영향을 미칠 수 있다. 본 발명의 한 바람직한 구현예에서, 수 기준으로, 입자 중 적당하게 50% 이상, 바람직하게는 60% 이상, 더욱 바람직하게는 70% 이상, 특히 80% 이상, 특히 90% 이상이 평균 입자 크기에 대한 상기 바람직한 범위 내의 입자 크기를 가진다.
- [0014] 일차 산화아연 입자는 바람직하게 대략 구형이고, 바람직하게는 (본원에 기재된 바대로 측정된) 평균 종횡비 $d_1 : d_2$ (여기에서, d_1 및 d_2 는 각기 입자의 길이 및 폭임)가 0.6 내지 1.4:1, 더욱 바람직하게는 0.7 내지 1.3:1, 특히 0.8 내지 1.2:1, 더 특히 0.9 내지 1.1:1 범위의 구형이다. 본 발명의 한 바람직한 구현예에서, 수 기준으로 하여 입자들 중 적당하게 40% 이상, 바람직하게는 55% 이상, 더욱 바람직하게는 70% 이상, 특히 80% 이상, 더 특히 90% 이상이 평균 종횡비에 대한 상기 바람직한 범위 내의 종횡비를 가진다.
- [0015] 본 발명에 따른 분산액으로 형성 시에, 미립상 산화아연은 적당하게, 본원에 기재된 바대로 측정 시, 70 내지 130 nm, 적당하게는 80 내지 120 nm, 바람직하게는 87 내지 113 nm, 더욱 바람직하게는 93 내지 107 nm, 특히 97 내지 103 nm, 및 더 특히 99 내지 101 nm 범위의 중앙 부피 입자 직경(입자의 직경에 대한 부피%에 대한 누적 분포 곡선 상에 읽혀지는, 모든 입자들의 부피의 50%에 해당하는 동등 구형 직경 - 종종 "D(v, 0.5)" 값으로 칭해짐)(이하, 분산액 입자 크기로 칭해짐)을 가진다.
- [0016] 분산액 내의 산화아연 입자의 크기 분포는 또한 예를 들어, 요구되는 성질들을 갖는 썬스크린 제품을 수득함에 있어 중요한 파라미터일 수 있다. 산화아연 입자는 적당하게 중앙 부피 입자 직경보다 35 nm 미만, 바람직하게는 33 nm 미만, 더욱 바람직하게는 30 nm 미만, 특히 25 nm 미만, 더 특히 20 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 갖는 16 부피% 미만의 입자를 가진다. 또한, 산화아연 입자는 적당하게 중앙 부피 입자 직경보다 19 nm 미만, 바람직하게는 18 nm 미만, 더욱 바람직하게는 16 nm 미만, 특히 12 nm 미만, 더 특히 8 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 갖는 30 부피% 미만의 입자를 가진다.
- [0017] 또한, 분산액 내의 산화아연 입자는 적당하게 중앙 부피 입자 직경보다 57 nm 미만, 바람직하게는 54 nm 미만, 더욱 바람직하게는 50 nm 미만, 특히 45 nm 미만, 더 특히 40 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 갖는 84 부피% 초과 입자를 가진다. 또한, 산화아연 입자는 적당하게 중앙 부피 입자 직경보다 24 nm 미만, 바람직하게는 23 nm 미만, 더욱 바람직하게는 21 nm 미만, 특히 16 nm 미만, 더 특히 10 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 갖는 70 부피% 초과 입자를 가진다.
- [0018] 분산액 내의 산화아연 입자들 모두가 200 nm 초과 입자의 실제 입자 크기를 가지지 않는 것이 바람직하다. 그러한 크기를 초과하는 입자는 당 기술분야에 공지된 분쇄(milling) 공정에 의해 제거될 수 있다. 그러나, 분쇄 작업이 선택된 크기보다 큰 모든 입자들을 제거하는데 항상 성공적이지 않다. 그러므로, 실제적으로 95 부피%, 바람직하게는 99 부피%의 입자의 크기는 200 nm, 바람직하게는 150 nm를 초과해서는 안된다.
- [0019] 분산액 내의 산화아연 입자의 입자 크기는 전자현미경, 코울터 카운터, 침전 분석 및 정적 또는 동적 광 산란에 의해 측정될 수 있다. 침전 분석에 기초한 기술이 바람직하다. 중앙 입자 크기는 선택된 입자 크기 미만인 입자 부피의 백분율을 나타내는 누적 분포 곡선을 플로팅하고, 제50 퍼센타일을 측정함으로써 구해질 수 있다. 분산액 내의 산화아연 입자의 중앙 입자 부피 직경은 적당하게 본원에 기재된 바와 같은 브루크하벤

(Brookhaven) 입도분석기를 이용하여 측정된다. 입자 크기 분포는 또한 동일한 누적 분포 곡선으로부터 수득될 수 있다.

- [0020] 본 발명의 한 특히 바람직한 구현예에서, 산화아연 입자는 적당하게 10 내지 40 m²/g, 바람직하게는 15 내지 35 m²/g, 더욱 바람직하게는 20 내지 30 m²/g, 특히 23 내지 27 m²/g, 더 특히 24 내지 26 m²/g 범위 내의 BET 비표면적(본원에 기재된 바대로 측정)을 가진다.
- [0021] 본 발명에 사용된 미립상 산화아연은 임의의 적당한 공정에 의해 형성될 수 있고, 통상적 공정은 금속 아연을 용융시키고, 기체상에서 산화되기 전에 증발시키는 프랑크식 방법, 아연 광석을 코크스와 함께 소결 및 환원시키고, 이에 수득된 아연을 산화아연으로 산화시키는 미국식 방법, 및 수용성 아연 염, 예컨대 염화아연 또는 황산아연을 결정화한 후, 소결에 의해 산화아연으로 전환시키는 습식 방법이다. 본원에 정의된 바와 같은 필요한 입자 크기 및 크기 분포를 갖는 산화아연을 수득하기 위해, 당 기술분야에 공지된 바와 같은 분획화 기술, 예컨대 마이크로분화, 침전 또는 원심분리가 이용될 수 있다.
- [0022] 산화아연의 입자는 실질적으로 순수한 산화아연을 포함할 수 있으나, 본 발명의 한 구현예에서 입자는 무기 및(또는) 유기 코팅을 가진다. 무기 코팅은 바람직하게 하나 이상의 산화물 또는 가수 산화물, 예를 들어 알루미늄, 규소, 티탄, 지르코늄, 마그네슘 또는 아연이다. 유기 코팅은 지방산, 유기 규소 화합물, 폴리올, 아민 및(또는) 알칸올아민일 수 있다. 코팅은 주로 산화아연 입자와 함께 사용될 특별한 매질과의 상용성이 확실하도록 선택된다. 이에 따라, 무기 친수성 코팅은 정상적으로 수성 매질 내의 산화아연 입자 혼입, 및 유기 매체, 특히 오일 매체에 대한 유기 소수성 코팅을 위해 바람직하다.
- [0023] 산화아연 입자의 순도 수준은 예를 들어, 화장품 및 썬스크린 용도들에서의 사용을 통해 중요한 요건이다. 한 바람직한 구현예에서, (비코팅 및(또는) 코팅)산화아연 입자의 납 함량은 바람직하게 15 ppm 미만, 더욱 바람직하게는 13 ppm 미만, 특히 10 ppm 미만, 더 특히 6 ppm 미만이다.
- [0024] 본 발명에 사용되는 산화아연 입자는 적당하게 1.5 미만, 바람직하게는 1.2 l/g/cm 미만, 더욱 바람직하게는 0.1 내지 1.0 l/g/cm, 특히 0.3 내지 0.9 l/g/cm, 특히 0.5 내지 0.8 l/g/cm 범위의 524 nm에서의 흡광 계수(E₅₂₄)(본원에 기재된 바대로 측정)를 갖는 향상된 투명성을 나타낸다. 또한, 산화아연 입자는 적당하게 3 l/g/cm 미만, 바람직하게는 2.5 l/g/cm 미만, 더욱 바람직하게는 0.3 내지 2 l/g/cm, 특히 0.6 내지 1.7 l/g/cm, 더 특히 1 내지 1.5 l/g/cm 범위의 450 nm에서의 흡광 계수(E₄₅₀)(본원에 기재된 바대로 측정)를 가진다.
- [0025] 산화아연 입자는 적당하게 10 l/g/cm 초과, 바람직하게는 11 내지 20 l/g/cm, 더욱 바람직하게는 12 내지 17 l/g/cm, 특히 13 내지 15 l/g/cm, 더 특히 13.5 내지 14.5 l/g/cm 범위의 360 nm에서의 흡광 계수(E₃₆₀)(본원에 기재된 바대로 측정)를 가지는 효과적인 UV 흡광을 나타낸다. 산화아연 입자는 또한 적당하게 10 l/g/cm 초과, 바람직하게는 11 내지 20 l/g/cm, 더욱 바람직하게는 11.5 내지 16 l/g/cm, 특히 12 내지 14 l/g/cm, 더 특히 12.5 내지 13.5 l/g/cm 범위의 308 nm에서의 흡광 계수(E₃₀₈)(본원에 기재된 바대로 측정)을 가진다.
- [0026] 산화아연 입자는 적당하게 10 내지 25 l/g/cm, 바람직하게는 12 내지 20 l/g/cm, 더욱 바람직하게는 13 내지 18 l/g/cm, 특히 14 내지 17 l/g/cm, 더 특히 15 내지 16 l/g/cm 범위의 최대 흡광 계수 E(max)(본원에 기재된 바대로 측정)를 가진다. 산화아연 입자는 적당하게 360 내지 380 nm, 바람직하게는 363 내지 377 nm, 더욱 바람직하게는 366 내지 375 nm, 특히 368 내지 373 nm, 더 특히 369 내지 372 nm 범위의 λ(max)(본원에 기재된 바대로 측정)을 가진다.
- [0027] 산화아연 입자는 적당하게 3.5 미만, 바람직하게는 3 미만, 더욱 바람직하게는 2.5 미만, 특히 2.0 미만, 더 특히 1.5 미만의 입자 함유의 썬스크린 제품의 백색도 변화 ΔL(본원에 기재된 바대로 측정)를 가지는 감소된 백색도를 나타낼 수 있다. 또한, 산화아연 입자를 함유하는 썬스크린 제품은 적당하게 90% 미만, 바람직하게는 5 내지 80%, 더욱 바람직하게 10 내지 70%, 특히 15 내지 60%, 더 특히 20 내지 50%의 백색도 지수(본원에 기재된 바대로 측정)를 가진다.
- [0028] 실질적으로 단독의 썬스크린제로서 본원에 정의된 산화아연 입자를 함유하는 조성물, 바람직하게는 썬스크린 제품은 적당하게 4 초과, 바람직하게는 6 초과, 더욱 바람직하게는 9 초과, 특히 12 내지 20, 더 특히 15 내지 18 범위의 일광 차단 지수(SPF)(본원에 기재된 바대로 측정)를 가진다.
- [0029] 미립상 산화아연은 임의의 적당한 수성 또는 유기 액체 매질 중에서 분산액으로 형성될 수 있다. 분산액은 진

정한 분산액, 즉 고체 입자가 응집에 대해 안정한 분산액을 의미한다. 분산액 내의 입자는 비교적 균일하게 분산되어 있고, 방치 시에 침강에 대해 내성을 가지며, 일부 침강이 일어날 경우, 입자는 단순 교반에 의해 용이하게 재분산될 수 있다.

[0030] 확장적으로 허용가능한 물질은 액체 매질로서 바람직하다. 유용한 유기 매질은 식물성 오일, 예컨대 지방산 글리세라이드, 지방산 에스테르 및 지방 알코올과 같은 액체 오일이다. 바람직한 유기 매질은 실록산 유체, 특히 시클릭 올리고머성 디알킬실록산, 예컨대 시클로메티콘으로 공지되어 있는 디메틸실록산의 시클릭 올리고머이다. 대안적 유체는 적당한 유체성을 갖는 디메틸실록산 선형 올리고머 또는 중합체, 및 페닐트리스(트리메틸실록시)실란 (페닐트리메티콘으로도 공지됨)을 포함한다.

[0031] 적당한 유기 매질의 예는 아보카도유, C12-15 알킬 벤조에이트, C12-15 알킬 에틸헥사노에이트, C12-15 알킬 락테이트, C12-15 알킬 살리실레이트, C13-14 이소파라핀, C18-36 산 글리콜 에스테르, C18-36 산 트리글리세라이드, 카프릴산/카프르산 글리세라이드, 카프릴산/카프르산 트리글리세라이드, 카프릴산/카프르산/라우르산 트리글리세라이드, 카프릴산/카프르산/리놀레산 트리글리세라이드, 카프릴산/카프르산/미리스탄/스테아르산 트리글리세라이드, 카프릴산/카프르산/스테아르산 트리글리세라이드, 피마자유, 피마자유-실리콘 에스테르, 세테아릴 에틸헥사노에이트, 세테아릴 이소노나노에이트, 세테아릴 팔미테이트, 세테아릴 스테아레이트, 세틸 디메티콘, 세틸 디메티콘 코폴리올, 세틸 에틸헥사노에이트, 세틸 글리콜 이소스테아레이트, 세틸 이소노나노에이트, 세틸 락테이트, 세틸 미리스테이트, 세틸 올레에이트, 세틸 팔미테이트, 세틸 리시놀레에이트, 세틸 스테아레이트, 코코글리세라이드, 코코넛유, 시클로메티콘, 시클로펜타실록산, 시클로테트라실록산, 테실 이소스테아레이트, 테실 올레에이트, 테실 폴리글루코시드, 디부틸 아디페이트, 디에틸헥실 이량체 디리놀레에이트, 디에틸헥실 말레이트, 디이소프로필 아디페이트, 디이소프로필 이량체 디리놀레에이트, 디이소스테아릴 아디페이트, 디이소스테아릴 이량체 디리놀레에이트, 디이소스테아릴 말레이트, 디이소스테아릴 트리메틸올프로판 실록시 실리케이트, 디라우릴 트리메틸올프로판 실록시 실리케이트, 디메티콘, 디메티콘 코폴리올, 디메티콘 프로필 PG-베타인, 디메티콘올, 디메틸 이소소르비드, 디옥틸 말레에이트, 디옥틸도데실 이량체 디리놀레에이트, 에틸헥실 벤조에이트, 에틸헥실 코코에이트, 에틸헥실 디메틸 PABA, 에틸헥실 에틸헥사노에이트, 에틸헥실 히드록시스테아레이트, 에틸헥실 히드록시스테아레이트 벤조에이트, 에틸헥실 이소노나노에이트, 에틸헥실 이소팔미테이트, 에틸헥실 이소스테아레이트, 에틸헥실 라우레이트, 에틸헥실 메톡시신나메이트, 에틸헥실 미리스테이트, 에틸헥실 네오펜타노에이트, 에틸헥실 올레에이트, 에틸헥실 팔미테이트, 에틸헥실 살리실레이트, 에틸헥실 스테아레이트, 글리세릴 카프레이트, 글리세릴 카프릴레이트, 글리세릴 카프릴레이트/카프레이트, 글리세릴 코코에이트, 글리세릴 디라우레이트, 글리세릴 디올레에이트, 글리세릴 히드록시스테아레이트, 글리세릴 이소스테아레이트, 글리세릴 라우레이트, 글리세릴 올레에이트, 글리콜 올레에이트, 글리콜 리시놀레에이트, 헬리안투스 안누우스(helianthus annuus)(하이브리드 해바라기) 씨 오일, 헬리안투스 안누우스(해바라기) 씨 오일, 호모살레이트, 이소아밀 라우레이트, 이소아밀 p-메톡시신나메이트, 이소세틸 알코올, 이소세틸 베헤네이트, 이소세틸 에틸헥사노에이트, 이소세틸 이소스테아레이트, 이소세틸 라우레이트, 이소세틸 리놀레오일 스테아레이트, 이소세틸 미리스테이트, 이소세틸 팔미테이트, 이소세틸 살리실레이트, 이소세틸 스테아레이트, 이소세틸 스테아로일 스테아레이트, 이소헥사데칸, 이소노닐 이소노나노에이트, 이소프로필 C12-15-파레스-9 카르복실레이트, 이소프로필 이소스테아레이트, 이소프로필 라놀레에이트, 이소프로필 라우레이트, 이소프로필 리놀레에이트, 이소프로필 메톡시신나메이트, 이소프로필 미리스테이트, 이소프로필 올레에이트, 이소프로필 팔미테이트, 이소프로필 PPG-2-이소도세스-7 카르복실레이트, 이소프로필 리시놀레에이트, 이소프로필 스테아레이트, 이소스테아르산, 이소스테아릴 알코올, 이소스테아릴 에틸헥사노에이트, 이소스테아릴 이소노나노에이트, 이소스테아릴 이소스테아레이트, 이소스테아릴 락테이트, 이소스테아릴 미리스테이트, 이소스테아릴 네오펜타노에이트, 이소스테아릴 팔미테이트, 이소스테아릴 스테아로일 스테아레이트, 호호바유, 라놀린(라놀린유), 말레에이트화 대두유, 미리스틸 이소스테아레이트, 미리스틸 락테이트, 미리스틸 미리스테이트, 미리스틸 네오펜타노에이트, 미리스틸 스테아레이트, 옥토크릴렌, 옥틸데칸올, 옥틸도데칸올, 오에노테라 베니스(oenothera biennis)(달맞이꽃 오일), 파라피눔 리퀴둠(paraffinum liquidum)(광유), PCA 디메티콘, 펜타에리트리톨 테트라이소노나노에이트, 펜타에리트리톨 테트라이소스테아레이트, 퍼플루오로폴리메틸이소프로필 에테르, 페르세아 그라티시마(persea gratissima)(아보카도 오일), 페닐 트리메티콘, PPG-15 스테아릴 에테르, 프로필렌 글리콜 세세스-3 아세테이트, 프로필렌 글리콜 디카프릴레이트, 프로필렌 글리콜 디카프릴레이트/디카프레이트, 프로필렌 글리콜 디펠라르그네이트, 프로필렌 글리콜 디스테아레이트, 프로필렌 글리콜 이소세스-3 아세테이트, 프로필렌 글리콜 이소스테아레이트, 프로필렌 글리콜 라우레이트, 프로필렌 글리콜 리시놀레에이트, 프로필렌 글리콜 스테아레이트, 프루누스 돌시스(prunus dulcis)(스윗 아몬드 오일), 스쿠알란, 스쿠알렌, 트리카프릴린, 트리카프릴릴 시트레이트, 트리데실 에틸헥사노에이트, 트리데실 네오펜타노에이트, 트리데실 스테아로일 스테아레이트, 트리

에틸헥사노인, 트리에틸헥실 시트레이트, 트리히드록시스테아린, 트라이소세틸 시트레이트, 트라이소스테아린, 트라이소스테아릴 시트레이트, 트리메틸올프로판 트라이소스테아레이트, 트리메틸실록시실리케이트, 트리티쿰 불가레(triticum vulgare)(밀 배아 오일), 비티스 비니페라(vitis vinifera)(포도) 씨 오일, 및 이들의 혼합물을 포함한다.

- [0032] 산화아연 분산액은 또한 그의 성질을 향상시키기 위해 분산제를 함유할 수도 있다. 분산제는 바람직하게 산화아연 입자의 총 중량에 대해, 바람직하게 1 내지 50 중량%, 더욱 바람직하게는 3 내지 30 중량%, 특히 5 내지 20 중량%, 더 특히 8 내지 15 중량% 범위로 존재한다.
- [0033] 유기 매질 내에 사용하기에 적당한 분산제는 치환된 카르복실산, 비누 염기 및 폴리히드록시산을 포함한다. 통상적으로, 분산제는 화학식 X.CO.AR(식 중에서, A는 이가 연결기이고, R은 1차, 2차 또는 3차 아미노기, 또는 그의 산과의 염 또는 4차 암모늄 염 기이며, X는 -CO-기와 함께 화학식 HO-R'-COOH의 히드록시 카르복실산으로부터 유래되는 폴리에스테르 사슬의 잔기임)을 갖는 것일 수 있다. 통상적 분산제의 예로는, 12-히드록시스테아르산에 부가하여 소량의 스테아르산 및 팔미트산을 함유하는 수소첨가 피마자유 지방산, 리시놀레산, 히드록시스테아르산 기재의 분산제들이 있다. 히드록시카르복실산 및 히드록시기 비함유 카르복실산의 염 또는 하나 이상의 폴리에스테르 기재의 분산제도 또한 사용될 수 있다. 각종 분자량의 화합물들이 사용될 수 있다. 다른 적당한 분산제는 지방산 알칸올아미드 및 카르복실산 및 그의 염의 모노에스테르의 것들이다. 알칸올아미드는 예를 들어 에탄올아민, 프로판올아민 또는 아미노에틸 에탄올아민을 기재로 한다. 대안적 분산제는 아크릴 또는 메타크릴산의 중합체 또는 공중합체, 예컨대 그러한 단량체의 블록 공중합체를 기재로 하는 것들이다. 유사한 일반 형태의 다른 분산제는 에톡실화 포스페이트 에스테르를 기재로 하는 것들과 같이 구성 라디칼 내에 에폭시기를 갖는 것들이다. 분산제는 상업적으로 하이퍼 분산제로 칭해지는 것들 중 하나일 수 있다.
- [0034] 수성 매질 내에 사용하기에 적당한 분산제는 중합체성 아크릴산 또는 이의 염을 포함한다. 부분 또는 완전 중화된 염, 예컨대 알칼리 금속 염 및 암모늄 염이 사용가능하다. 분산제의 예는 폴리아크릴산, 치환된 아크릴산 중합체, 아크릴 공중합체, 폴리아크릴산의 나트륨 및(또는) 암모늄 염, 및 아크릴 공중합체의 나트륨 및(또는) 암모늄 염이다. 그러한 분산제의 대표적 예는 폴리아크릴산 그 자체 및 그의 나트륨 또는 암모늄 염, 및 아크릴산과 기타 적당한 단량체, 예컨대 2-아크릴아미도 2-메틸 프로판 술폰산과 같은 술폰산 유도체의 공중합체이다. 아크릴산 또는 치환된 아크릴산과 중합가능한 공단량체는 또한 카르복실기를 함유하는 것일 수 있다. 주로 분산제는 1,000 내지 10,000의 분자량을 가지고, 실질적으로 선형인 분자이다.
- [0035] 본 발명의 한 특징은 액체 분산액, 특히 유기 매질 내의 액체 분산액이 분산액의 총 중량의 30% 이상, 적당하게는 40% 이상, 바람직하게는 50% 이상, 더욱 바람직하게는 55% 이상, 특히 60% 이상, 더 특히 65% 이상, 일반적으로는 75 중량% 이하의 산화아연 입자를 함유하도록 제조될 수 있다는 것이다.
- [0036] 대안적으로, 미립상 산화아연은 고체 및(또는) 반고체 분산액의 로션 또는 크림 형태일 수 있다. 적당한 고체 또는 반고체 분산액은 본원에 개시된 액체 매질들 중 하나 이상, 또는 고분자량의 중합체성 물질, 예컨대 왁스와 함께, 예를 들어 50 내지 90 중량%, 바람직하게는 60 내지 85 중량%의 본 발명에 따른 미립상 산화아연을 함유할 수 있다.
- [0037] 본 발명의 분산액은 썬스크린 조성물, 특히 유화액 형태의 썬스크린 조성물을 제조하기 위한 구성요소로서 유용하다. 분산액은 의도된 용도들에서 사용하기에 적당한 통상적 첨가제, 예컨대 썬스크린에 사용되는 통상적 화장품 성분을 추가로 함유할 수 있다.
- [0038] 본원에 개시된 미립상 산화아연은 본 발명에 따른 썬스크린 제품 내에 단지 자외선광 감쇠제만을 제공할 수 있으나, 기타 썬스크리닝제, 예컨대 기타 산화금속 및(또는) 기타 유기 물질도 또한 첨가될 수 있다. 예를 들어, 본원에 개시된 산화아연 입자는 현존하는 시중 입수가 가능한 산화아연 및(또는) 이산화티탄 썬스크린과 조합되어 사용될 수 있다. 본 발명에 따른 산화아연과 같이 사용하기에 적당한 유기 썬스크린은 p-메톡시 신남산 에스테르, 살리실산 에스테르, p-아미노 벤조산 에스테르, 비술포화 벤젠페논 유도체, 디벤조일 메탄의 유도체, 및 2-시아노아크릴산의 에스테르를 포함한다. 유용한 유기 썬스크린의 구체적 예는 벤조페논-1, 벤조페논-2, 벤조페논-3, 벤조페논-6, 벤조페논-8, 벤조페논-12, 이소프로필 디벤조일 메탄, 부틸 메톡시 디벤조일 메탄, 에틸 디히드록시프로필 PABA, 글리세릴 PABA, 에틸헥실 디메틸 PABA, 에틸헥실 메톡시신나메이트, 호모살레이트, 에틸헥실 살리실레이트, 에틸헥실 트리아존, 옥토크릴렌, 에토크릴렌, 멘틸 안트라닐레이트, 4-메틸벤질리텐 캄포어, 벤조페논 4 및 페닐 벤즈이미다졸 술폰산을 포함한다.
- [0039] 본 발명의 한 특별한 바람직한 구현예에서, 본원에 기재된 미립상 산화아연은 투명한 미립상 이산화티탄과 조합

되어 사용된다.

- [0040] 본원에 기재된 산화아연 입자와 조합되어 사용되는 개별 또는 일차 투명 이산화티탄 입자는 바람직하게 모양이 침상이고, 긴 축(최대 치수 또는 길이) 및 짧은 축(최소 치수 또는 폭)을 가진다. 입자의 제3 축(즉, 깊이)은 바람직하게 폭과 대략 동일한 치수이다. 일차 이산화티탄 입자의 수 기준 평균 길이는 적당하게 50 내지 90 nm, 바람직하게는 55 내지 85 nm, 더욱 바람직하게는 60 내지 80 nm, 특히 65 내지 77 nm, 더 특히 69 내지 73 nm의 범위 내이다. 입자의 수 기준 평균 폭은 적당하게 5 내지 20 nm, 바람직하게는 8 내지 19 nm, 더욱 바람직하게는 10 내지 18 nm, 특히 12 내지 17 nm, 더 특히 14 내지 16 nm의 범위 내이다. 일차 이산화티탄 입자는 바람직하게 2.0 내지 8.0 : 1, 더욱 바람직하게는 3.0 내지 6.5 : 1, 특히 4.0 내지 6.0 : 1, 더 특히 4.5 내지 5.5 : 1의 범위 내의 평균 종횡비 $d_1 : d_2$ (여기에서, d_1 및 d_2 는 각기 입자의 길이 및 폭임)를 가진다.
- [0041] 투명 이산화티탄은 적당하게 (i) 24 내지 42 nm, 바람직하게는 27 내지 39 nm, 더욱 바람직하게는 29 내지 37 nm, 특히 31 내지 35 nm, 더 특히 32 내지 34 nm 범위의 중앙 부피 입자 직경, 및(또는) (ii) 중앙 부피 입자 직경보다 15 nm 미만, 바람직하게는 12 nm 미만, 더욱 바람직하게는 9 nm 미만, 특히 6 nm 미만, 더 특히 4 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 갖는 16 부피% 미만의 입자, 및(또는) (iii) 중앙 부피 입자 직경보다 8 nm 미만, 바람직하게는 6 nm 미만, 더욱 바람직하게는 4 nm 미만, 특히 3 nm 미만, 더 특히 2 nm 미만으로 더 작은 부피 직경을 가지는 30 부피% 미만의 입자, 및(또는) (iv) 중앙 부피 입자 직경보다 20 nm 미만, 바람직하게는 15 nm 미만, 더욱 바람직하게는 10 nm 미만, 특히 7 nm 미만, 더 특히 5 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 가지는 84 부피% 초과와 입자, 및(또는) (v) 중앙 부피 입자 직경보다 8 nm 미만, 바람직하게는 6 nm 미만, 더욱 바람직하게는 4 nm 미만, 특히 3 nm 미만, 더 특히 2 nm 미만으로 더 큰 부피 직경을 가지는 70 부피% 초과와 입자 (중앙 부피 입자 직경 및 입자 크기 분포는 산화아연에 대해서와 동일한 기술을 이용하여 측정됨)의 분산액 입자 크기를 가진다.
- [0042] 또한, 투명 이산화티탄 입자는 (i) 바람직하게 2.0 l/g/cm 미만, 더욱 바람직하게는 0.1 내지 1.0 l/g/cm, 특히 0.2 내지 0.7 l/g/cm, 특히 0.3 내지 0.5 l/g/cm 범위의 524 nm에서의 흡광 계수(E_{524})를 가지고(가지거나), (ii) 바람직하게 3.0 l/g/cm 미만, 더욱 바람직하게는 0.1 내지 2.0 l/g/cm, 특히 0.5 내지 1.5 l/g/cm, 더 특히 0.7 내지 1.0 l/g/cm 범위의 450 nm에서의 흡광 계수(E_{450})를 가지고(가지거나), (iii) 적당하게 3 l/g/cm 초과, 바람직하게는 4 내지 10 l/g/cm, 더욱 바람직하게는 5 내지 8 l/g/cm, 특히 5.5 내지 7.5 l/g/cm, 더 특히 6 내지 7 l/g/cm 범위의 360 nm에서의 흡광 계수(E_{360})를 가지고(가지거나), (iv) 바람직하게 30 l/g/cm 초과, 더욱 바람직하게는 35 내지 65 l/g/cm, 특히 40 내지 80 l/g/cm, 더 특히 45 내지 75 l/g/cm 범위의 308 nm에서의 흡광 계수(E_{308})를 가지고(가지거나,) (v) 바람직하게 40 내지 80 l/g/cm 미만, 더욱 바람직하게는 45 내지 75 l/g/cm, 특히 50 내지 70 l/g/cm, 더 특히 55 내지 65 l/g/cm 범위의 최대 흡광 계수 $E(\max)$ 를 가지고(가지거나), (vi) 바람직하게 260 내지 290 l/g/cm, 더욱 바람직하게는 265 내지 285 l/g/cm, 특히 268 내지 280 l/g/cm, 더 특히 270 내지 275 l/g/cm 범위의 $\lambda(\max)$ 를 가진다(흡광 값은 산화아연에 대해서와 동일한 기초 기술을 이용하여 측정됨).
- [0043] 특히 바람직한 투명 이산화티탄은 유니케마(Uniqema)사로부터 솔라베일 클라루스(Solaveil Clarus)(상표명)로 시중 입수가 가능하다.
- [0044] 한 바람직한 구현에는 본원에 정의된 미립상 산화아연 및 상기 정의된 바와 같은 투명 미립상 이산화티탄의 혼합물을 적당히 하기 농도로 포함하는 분산액이다: (i) 1 내지 30 중량%, 바람직하게는 5 내지 25 중량%, 더욱 바람직하게는 10 내지 20 중량%, 특히 12 내지 18 중량%, 더 특히 14 내지 16 중량% 범위의 산화아연; 및 (ii) 10 내지 50 중량%, 바람직하게는 15 내지 45 중량%, 더욱 바람직하게는 20 내지 40 중량%, 특히 25 내지 35%, 더 특히 28 내지 32 중량%의 이산화티탄. 분산액 내의 이산화티탄 : 산화아연의 중량비는 바람직하게는 0.5 내지 5 : 1, 더욱 바람직하게는 1 내지 3 : 1, 특히 1.5 내지 2.5 : 1, 더 특히 1.8 내지 2.2 : 1의 범위 내이다.
- [0045] 한 바람직한 썬스크린 제품은 0.1 내지 15 중량%, 더욱 바람직하게는 0.5 내지 10 중량%, 특히 1 내지 6 중량%, 더 특히 2 내지 4 중량% 범위의 본원에 정의된 미립상 산화아연, 및 (ii) 0.1 내지 15 중량%, 더욱 바람직하게는 1 내지 10 중량%, 특히 3 내지 8 중량%, 더 특히 5 내지 7 중량% 범위의 상기 정의된 투명 미립상 이산화티탄의 혼합물을 포함한다.
- [0046] 산화아연/이산화티탄 혼합물을 포함하는 그러한 썬스트린 제품은 (i) 적당하게 10 초과, 바람직하게는 13 내지 45, 더욱 바람직하게는 17 내지 35, 특히 20 내지 30, 더 특히 23 내지 27 범위의 일광 차단 지수(SPF)를 가지

는 높은 UV 차단; 및(또는) (i) 바람직하게 4 미만, 더욱 바람직하게는 3 미만, 특히 2.5 미만, 더 특히 2.0 미만의 백색도 변화 ΔL 를 가지는 감소된 백색도를 나타낼 수 있다.

- [0047] 본 발명은 하기 비제한적 실시예에 의해 설명된다.
- [0048] 본 명세서에서, 하기 시험 방법은 산화아연 (및 이산화티탄) 입자, 및 산화아연 (및 이산화티탄) 입자를 함유하는 분산액 및 썬스크린 제품의 특정 성질들을 결정하기 위해 사용되었다:
- [0049] 1) 일차 산화아연 입자의 입자 크기 측정
- [0050] 소량, 통상적으로는 2 mg의 산화아연을 강(steel) 스페툴러의 끝을 이용하여 평평한 표면에서 1 또는 2분 동안 대략 2 방울의 오일로 혼입하였다. 생성된 현탁액을 용매로 희석하고, 투과 전자 현미경에 적당한 탄소 코팅의 격자를 현탁액으로 습윤화시키고, 핫플레이트에서 건조시켰다. 적당한 정확 확대율로 대략 18 cm × 21 cm 사진을 생성시켰다. 일반적으로 약 300 내지 500개 입자들이 약 2 직경 간격으로 나타났다. 최소수 300개의 일차 입자들은 구형 입자를 나타내는, 점차 증가되는 직경의 일렬의 원들로 구성된 투명한 크기 격자를 이용하여 수동으로 사이징하였다. 각 원은 중형비는 점차 증가하나 그 밑의 부피는 동일한 타원주를 가졌다. 이어서, 각 입자의 외곽선을 적당한 구 또는 타원에 맞추었고, 그것의 동등 구형 직경에 대해 로그하였다. 입자들의 평균 입자 직경, 및 입자 크기 분포를 상기 측정값들로부터 계산하였다. 또한, 입자의 중형비를 100개 이상의 입자들의 최대 및 최소 치수로부터 구하였다. 대안적으로, 측정들은 컴퓨터처리 이미지 분석에 의해 수행될 수 있었다.
- [0051] 기초 방법은 1.2-1.6 범위에서의 로그 정규 분포 표준 편차를 나타낸다(보다 넓은 결정 크기 분포는 더 많은 결정 수, 예컨대 약 1000개의 결정 수가 계수될 것을 요할 것이다). 상기 분산 방법은 최소의 결정 파열을 도입하면서 일차 산화아연 입자의 거의 전체적으로 분산된 분포를 산출하기에 적당한 것으로 나타났다. 임의의 잔류 응집물(즉, 이차 입자)을 충분히 잘 정의하여, 그것과 임의의 작은 파편을 무시하고 효과적으로 단지 일차 입자만이 계수에 포함되도록 할 수 있다.
- [0052] 2) 분산액 내의 산화아연 입자의 중앙 입자 부피 직경 및 입자 크기 분포
- [0053] 9 g의 폴리히드록시스테아르산(중량 평균 분자량 : 대략 1750)을 71 g의 C12-C15 알킬 벤조에이트와 혼합한 후, 120 g의 산화아연을 그 용액에 첨가함으로써, 산화아연 입자의 분산액을 제조하였다. 혼합물을 15분 동안 대략 1500 r.p.m.에서 작동하고 분쇄 매체로서 지르코니아를 함유하는 수평 비이드 밀에 통과시켰다. 산화아연 입자의 분산액을 이소프로필 미리스테이트와 혼합함으로써 30 내지 40 g/l로 희석하였다. 희석된 샘플을 원심분리 방식으로 브루크하벤 BI-XDC 입도분석기로 분석하여, 중앙 입자 부피 직경 및 입자 크기 분포를 구하였다.
- [0054] 3) 산화아연 입자의 BET 비표면적
- [0055] 마이크로메리틱스(Micromeritics) 플로우소르브(Flowsorb) II 2300을 이용하여 단일점 BET 비표면적을 측정하였다.
- [0056] 4) 백색도의 변화 및 백색도 지수
- [0057] (실시예 2에 나와 있는 바와 같은) 썬스크린 제형물을 광택질 흑색 카드의 표면에 코팅하고, No 2 K 바를 이용하여 연신시켜, 12 μ m 습윤 두께의 필름을 형성하였다. 필름을 10분 동안 실온에서 건조시키고, 미놀타(Minolta) CR300 비색계를 이용하여 흑색 표면 상의 코팅의 백색도(L_F)를 측정하였다. 코팅의 백색도(L_F)에서 기재의 백색도(L_S)를 빼서, 5 중량%의 산화아연 입자를 함유하는 제형물에 대한 값으로 나타냄으로써 백색도 변화 ΔL 를 계산하였다. 백색도 지수는 표준 산화아연(= 100% 값[Z-코트(Z-Cote)(입수처: 바스트(BASF))])에 대한 백색도 변화율(%) ΔL 이다.
- [0058] 5) 일광 차단 지수
- [0059] 문헌 [Diffey 및 Robson, J. Soc. Cosmet. Chem. 제40권, pp 127-133, 1989]의 생체의 방법을 이용하여 썬스크린 제형물의 일광 차단 지수(SPF)를 구하였다.
- [0060] 6) 흡광 계수
- [0061] 시클로헥산을 이용하여 0.02 g의 산화아연 분산액을 100 ml로 만들었다. 이어서, 희석된 샘플을 1 cm 경로 길이로 갖는 분광광도계(퍼어킨-엘머(Perkin-Elmer) 람다(Lambda) 2 UV/VIS 분광광도계)에 두고, UV 및 가시광선의 흡광도를 측정하였다. 흡광 계수를 방정식 $A=E \cdot c \cdot l$ [식 중에서, A = 흡광도, E = 흡광 계수(리터/그램/cm),

c = 농도(그램/리터), 및 l = 경로 길이(cm)]로부터 계산하였다.

실시예

[0062] 실시예 1

[0063] 미립상 산화아연을 프렌치(French) 공정의 변형에 의해 생성시켰다. 9 g의 폴리히드록시스테아르산을 71 g의 C12-C15 알킬 벤조에이트를 혼합한 후, 그 용액에 120 g의 산화아연을 첨가함으로써 산화아연 분산액을 제조하였다. 혼합물을 15분 동안 대략 1500 r.p.m.에서 작동하고 분쇄 매체로서 지르코니아를 함유하는 수평 비이드 밀에 통과시켰다. 200 g의 C12-C15 알킬 벤조에이트를 첨가함으로써 분산액을 희석하였고, 입자 분획화 기술을 적용하여 분산액으로부터 보다 큰 입자를 제거하였다.

[0064] 산화아연 분산액은 하기 흡광 계수를 가졌다:

[0065] E_{524} E_{308} E_{360} $E(\text{max})$ $\lambda(\text{max})$

[0066] 1.1 15.4 16.1 16.8 367

[0067] 실시예 2

[0068] 하기와 같이 산화아연을 함유하는 통상적 썬스크린 제형물을 제조할 수 있다:

[0069] 중량%

[0070] A 상:

[0071]	아르라셀(ARLACEL) 165(상표명, 입수처: 유니케마)	6.0
[0072]	스테아릴 알코올	0.75
[0073]	스팬(SPAN) 60(상표명, 입수처: 유니케마)	0.75
[0074]	트윈(TWEEN) 60(상표명, 입수처: 유니케마)	1.35
[0075]	백색 페트롤리움 젤리	4.0
[0076]	실리콘 200/350cs(입수처: 다우코닝(Dow Corning))	1.0
[0077]	경질 광유	8.0
[0078]	프로필렌 글리콜	5.0
[0079]	실시예 1에서 제조된 산화아연 분산액	15.0

[0080] B 상:

[0081]	물; 순수	48.9
[0082]	켈트롤(Keltrol) RD(입수처: 켈코(Kelco))	0.2
[0083]	글리세린 BP	5.0
[0084]	알로에 베라 겔(Aloe Vera Gel) 10:1	0.7
[0085]	(입수처: A & E 콘녹(Connock))	

[0086] C 상:

[0087]	물; 순수	2.5
[0088]	페노닙(Phenonip)(입수처: 클라리언트(Clariant))	0.6
[0089]	게르말(Germal) 115	0.3
[0090]	(입수처: ISP 서튼 라보라토리즈(Sutton Laboratories))	

[0091] 절차:

- [0092] 1. A 상 (산화아연 제외) 및 B 상을 75℃로 가열한다.
- [0093] 2. 산화아연을 A 상에 첨가하고; 균질화한다.
- [0094] 3. 75℃에서 고전단 혼합 하에 A를 B에 첨가한다. 혼합을 2분 동안 계속한다.
- [0095] 4. 적당히 교반하면서 냉각을 시작한다. 45℃에서 C를 첨가한다. 교반 하에 30℃로 냉각시킨다.
- [0096] 실시예 3
- [0097] 하기와 같이 산화아연 및 투명 이산화티탄을 함유하는 통상적 썬스크린 제형물을 제조할 수 있다:
- [0098] 중량%
- [0099] A 상:
- | | |
|---|------|
| [0100] 아르라셀 P135(상표명, 입수처: 유니케마) | 2.0 |
| [0101] 아르라몰(ARLAMOL) HD(상표명, 입수처: 유니케마) | 5.8 |
| [0102] 솔라베일 CT-100(상표명, 입수처: 유니케마) | 11.1 |
| [0103] (이산화티탄 분산액) | |
| [0104] 실시예 1에서 제조된 산화아연 분산액 | 8.4 |
| [0105] 칸델릴라 왁스(입수처: 예가(Eggar)) | 1.0 |
- [0106] B 상:
- | | |
|---|------|
| [0107] 물; 순수 | 66.5 |
| [0108] MgSO ₄ ·7H ₂ O | 0.7 |
- [0109] 프린세린(PRICERINE) 9091(상표명, 입수처: 유니케마) 4.0
- [0110] C 상:
- | | |
|---|-----|
| [0111] 게르마벤(Germaben) II(입수처: ISP 서튼(Sutton)) | 0.5 |
|---|-----|
- [0112] 절차:
- [0113] 1. A 상 및 B 상을 따로 75 내지 80℃로 가열한다.
- [0114] 2. 집중 교반 하에 B를 A에 천천히 첨가한다.
- [0115] 3. 대략 2분 동안 균질화한다.
- [0116] 4. 집중 교반 하에 45℃로 냉각시킨다. C를 첨가한다. 교반 하에 실온으로 냉각시킨다.