FI000097685B

(B) (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 97685

C (45) Patentti myönnetty
Patent meddelat 10 02 1997

(51) Kv.lk.6 - Int.cl.6

A 61K 7/42, C 09C 1/36, 3/08

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patenttihakemus - Patentansökning 912564

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag 28.05.91

(24) Alkupäivä - Löpdag 27.11.89

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig 28.05.91

(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 31.10.96

(86) Kv. hakemus - Int. ansökan PCT/EP89/01438

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet

30.11.88 GB 8827968 P

(71) Hakija - Sökande

1. **The Boots Company PLC**, 1 Thane Road West, Nottingham NG2 3AA, United Kingdom, (GB)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. **Elsom, Nicola Anne**, 120 Burton Road, Melton Mowbray, Leicestershire LE13 1DL, United Kingdom, (GB)
2. **Galley, Edward**, 11 Peebles Road, Newark, Nottinghamshire NG24 4RW, United Kingdom, (GB)

(74) Asiamies - Ombud: **Oy Kolster Ab**

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Titaanidioksidihiukkaset ja niitä sisältäviä auringonsuoja-aineita
Titandioxidpartiklar och solskyddsämnen innehållande dessa

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

EP A 200839 (C 09C 3/08), GB A 2184356 (A 61K 7/42), US A 4305853 (C 08K 9/04)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee titaanidioksidihiukkasia, joiden keskimääräinen primaarihiukkaskoko on alle 100 nm, jokaisen mainituista hiukkasista ollessa pinnoitettu oleellisesti fosfolipidillä. Fosfolipidi on edullisesti valittu fosfatidyylikoliineista, fosfosfatidyylietanoliamiineista, fosfatidyyliseriineistä, fosfatidyyli-inositoleista ja näiden seoksista, erityisesti lesitiinistä, Fosfolipidillä pinnoitettuja titaanidioksidihiukkasia voidaan liittää öljyn emulsioihin vedessä ja veden emulsioihin öljyssä uusien auringonsuojakoostumusten aikaansaamiseksi, joilla on erinomaiset ultraviolettivalolta suojaavat teho-, pitkäaikaiset stabiilisuus-ja vedenkesto-ominaisuudet.

Uppfinningen avser titandioxidpartiklar med en genomsnittlig primärpartikelstorlek mindre än 100 nm, varvid varje partikel är väsentligen belagd med fosfolipid. Fosfolipiden väljs företrädesvis bland fosfatidylkoliner, fosfatidyletanolaminer, fosfatidylseriner, fosfatidylinositoler och blandningar av dessa, speciellt lecitin. Fosfolipidbelagda titandioxidpartiklar kan införlivas med olja-i-vatten- och vatten-i-oljaemulsioner för åstadkommande av nya solskyddskompositioner med utomordentlig ultraviolett-skyddseffektivitet, långvarig stabilitet och vattenresistenta egenskaper.

Titaanidioksidihiukkaset ja niitä sisältäviä auringonsuoja-aineita

Tämä keksintö koskee auringonsuojakoostumuksissa käytettäviä pinnoitettuja titaanidioksidihiukkasia. Termiä "auringonsuoja" käytetään tässä käsittämään rusketusvoiteet, auringonsuoja-aineet ja auringonestoaineet, jotka on tarkoitettu ulkoiseen käyttöön aikaansaamaan suoja auringonsäteitä tai muita ultraviolettisäteilyn (UV) lähteitä vastaan.

Tavanomaisia auringonsuojakoostumuksia on valmistettu joko öljyn emulsioina vedessä tai veden emulsioina öljyssä, jotka sisältävät orgaanisia auringonsuoja-aineita, joita voitaisiin seostaa yhtä hyvin kumpaankin edellä mainituista emulsiosysteemeistä. Aivan viime aikoina on ehdotettu auringonsuojakoostumuksia, jotka sisältävät auringonsuoja-aineena titaanidioksidia.

Titaanidioksidihiukkasilla on taipumus agglomeroitua ja tämä vaikutus huonontaa niiden tehokkuutta UV-suoja-aineina ja lisää niiden valkoisuutta iholla (läpikuultamattomuus). Agglomeroituminen johtaa myös tällaisia hiukkasia sisältävien emulsioiden hajoamiseen ja vaikuttaa haitallisesti niiden stabiilisuuteen pitkäaikaisessa varastoinnissa. On tunnettua pinnoittaa titaanidioksidihiukkaset sellaisilla yhdisteillä kuin alumiinistearaatilla ja alumiinioksidilla valon aiheuttaman pelkistymisen minimoimiseksi ja hiukkasten hydrofobisuuden lisäämiseksi, mikä auttaa niiden dispergoinnissa. Kuitenkaan edes stearaatilla pinnoitetut titaanidioksidihiukkaset eivät dispergoidu täysin tehokkaasti lipofiilisiin faaseihin, kuten silikoniin, vaan pyrkivät muodostamaan kokkareita oletettavasti seurauksena vierekkäisten hiukkasten stearaattiketjujen välisestä vuorovaikutuksesta. Tämä keksintö saa alkunsa hakemuksen tekijän havainnosta, että titaanidioksidihiukkasten pinnoittaminen fosfolipidillä pienentää

niiden taipumusta kokkaroitua ja tekee mahdolliseksi dispergoida hiukkaset tehokkaammin.

Tämä keksintö kohdistuu titaanidioksidihiukkasiin, joiden keskimääräinen primaarihiukkaskoko on alle 100 nm jokaisen mainituista hiukkasista ollessa pinnoitettu oleellisesti fosfolipidillä. On ymmärrettävä, että sanonnat "oleellisesti fosfolipidillä pinnoitetut titaanidioksidihiukkaset" ja "fosfolipidillä pinnoitettu titaanidioksidi" kuvaavat tässä käytettynä titaanidioksidin hiukkasia, joihin on sidottu huomattava määrä fosfolipidimolekyylejä. Fosfolipidimolekyylien sitominen titaanidioksidihiukkasiin voi tapahtua alkupinnoitusmenettelyn aikana tai voi tapahtua itsestään in situ auringonsuojakoostumuksen öljyfaasissa, jossa on läsnä sekä titaanidioksidia että fosfolipidiä.

Tässä keksinnössä hyödylliset fosfolipidit voivat olla luonnossa esiintyviä tai synteettisiä fosfolipidejä tai niiden seoksia. Luonnossa esiintyviä fosfolipidejä ovat esimerkiksi fosfatidyylikoliinit, fosfatidyylietanoliamiinit, fosfatidyyliseriinit, fosfatidyyli-inositolit, difosfatidyyliglyserolit, ja sfingomyeliinit. Näitä luonnon fosfolipidejä voidaan valmistaa esimerkiksi nisäkkäiden aivo- tai maksakudoksesta, munankeltuaisesta, soijapavusta tai bakteerisolumembraaneista. Lukuisia synteettisiä fosfolipidejä on myös kaupallisesti saatavissa ja voidaan johtaa esimerkiksi luonnossa esiintyvistä öljyistä, kuten rapsiöljystä, joka on osittain tai täysin hydrattu, esteröity selektiivisesti glyserolirungoksi ja fosforyloitu määrättyjen fosfatidaattien tai niiden seosten muodostamiseksi. Muita synteettisiä fosfolipidejä voidaan johtaa luonnossa esiintyvistä fosfolipideistä, joita on modifioitu esimerkiksi hydrolysoimalla tai etoksyloimalla.

Fosfolipideissä on yksi tai kaksi, tavallisemmin kaksi C_{8-32}-alkyyliryhmää, jotka on sidottu polaariseen, fosforyloituun alkoholipääteryhmään. Alkyyliryhmät voivat

olla suora- tai haaraketjuisia, tyydyttyneitä tai tyydyttymättömiä ja ne voi olla valinnaisesti substituoitu esimerkiksi yhdellä tai useammilla hydroksyyliryhmillä. Edullisesti tässä keksinnössä hyödyllisissä fosfolipideissä on kaksi C_{8-32}-alkyyliryhmää ja tarkemmin C_{12-24}-alkyyliryhmää. Edullisimmin fosfolipidit ovat fosfatidyylikoliineja, fosfatidyylietanoliamiineja, fosfatidyyliseriinejä ja fosfatidyyli-inositoleja ja niiden seoksia. Erityisen sopiva fosfolipidin tyyppi titaanidioksidihiukkasten pinnoittamiseen tämän keksinnön mukaisesti on fosfatidyylikoliini. Fosfatidyylikoliinien seoksia on helposti saatavissa lesitiineinä, jotka on johdettu kasvi- tai eläinkudoksista. Eräs erityisen edullinen lesitiini, joka on johdettu soijapavusta, sisältää ß-fosfatidyylikoliinien seosta, joka koostuu steariini-, palmitiini- ja öljyhappojen diglyserideistä ja on saatavissa kaupallisesti yhtiöltä Central Soya Co. kauppanimellä Lecithin P Centrolex.

Fosfolipidin suhde titaanidioksidiin on painosta laskettuna yleensä välillä 0,1 : 100 - 15 : 100, erityisesti 0,2 : 100 - 12 : 100. Tarkemmin sanoen fosfolipidi edustaa 0,25 - 10 % ja edullisesti 0,5 - 5 % tämän keksinnön mukaisten titaanidioksidihiukkasten kokonaispainosta. Edullisimmin fosfolipidi edustaa 0,5 - 4 %, erityisesti 1 - 2 %, esimerkiksi n. 1,5 % titaanidioksidihiukkasten kokonaispainosta.

Titaanidioksidin keskimääräinen primaarihiukkaskoko on edullisesti välillä 1 - 100 nm, edullisemmin välillä 5 - 50 nm ja kaikkein edullisimmin välillä 10 - 35 nm. Mainitun keskimääräisen primaarihiukkaskoon titaanidioksidista käytetään tavallisesti nimitystä "mikrohieno". Titaanidioksidilla voi olla anataasi-, rutiili- tai amorfinen rakenne. Hiukkaset voivat olla pinnoittamattomia tai ne voi olla varustettu esimerkiksi alumiiniyhdistettä, kuten alumiinioksidia, alumiinistearaattia tai alumiinilauraattia olevalla pinnoitteella. Mikrohienoa titaanidi-

oksidia on saatavissa Degussa-yhtiöltä kauppanimellä P25 ja Teikoku Kako Co Ltd-yhtiöltä kauppanimellä MT150W, MT600B tai MT500B. Alumiinistearaatilla pinnoitettua titaanidioksidia on saatavissa Teikoku Kako CO Ltd -yhtiöltä kauppanimellä MT100T ja alumiinioksidilla pinnoitettua titaanidioksidia on saatavissa Miyoshi-yhtiöltä kauppanimellä UFTR.

Tämän keksinnön hiukkaset voidaan valmistaa sekoittamalla titaanidioksidihiukkasiin fosfolipidiä, joka on nestemäinen sekoituksen aikana saavutetuissa lämpötiloissa. Edullisesti fosfolipidi on esisekoitettu kosmeettisesti hyväksyttävään kantoaineeseen, kuten rasvaesteriin, esimerkiksi isopropyylipalmitaattiin, tyydyttämättömään rasva-alkoholiin, parafiiniin tai pienen moolimassan triglyseridiin. Fosfolipidin suhde kantoaineeseen voi vaihdella. Esimerkiksi, kun kantoaine on fosfolipidiliuotin, fosfolipidin suhde liuottimeen voi vaihdella riippuen fosfolipidin liukoisuudesta käytettyyn liuottimeen, mutta tyypillisesti se on välillä 1 : 10 - 1 : 1. Esimerkiksi lesitiini voidaan liuottaa kaksinkertaiseen painomääräänsä isopropyyliopalmitaattia lämmittämällä n. 85 °C:seen. Tämä liuos voidaan sitten lisätä hitaasti titaanidioksidihiukkasiin käyttäen suurnopeuksista pulverisekoitinta tai rakeistussekoitinta, esimerkiksi Papenmeyer- tai Diosna-sekoitinta, esimerkiksi suhteessa 4,5 osaa lesitiiniliuosta 95,5 osaa kohti titaanidioksidia. Lesitiiniliuos ruiskutetaan edullisesti titaanidioksidin pinnalle sekoituksen aikana. Lopuksi seosta voidaan pulverijauhaa käyttäen esimerkiksi vasaramyllyä, kuten Mikropul Ducon-myllyä, tappimyllyä, kuten Condox-myllyä tai pallo- tai helmimyllyä. Jauhamista jatketaan riittävä aika, tyypillisesti 1 - 24 tuntia hyvän dispergoitumisen aikaansaamsieksi, edullisesti tämän keksinnön mukaisten fosfolidipinnoitteisten titaanidioksidihiukkasten hienojakoisen, vapaasti valuvan pulverin muodossa. Vaihtoehtoisesti hienojakoinen, vapaas-

ti valuva pulveri voidaan saada hyvin nopeasti käyttämällä suihkumyllyä, kuten Alpine-myllyä.

Vaihtoehtoisesti tämän keksinnön hiukkaset voidaan valmistaa in situ halutun koostumuksen omaavassa öljyfaasissa. Edullisesti fosfolipidi esisekoitetaan osaan halutun koostumuksen omaavia öljyfaasiaineosia, valinnaisesti lämmittäen esimerkiksi 20 - 80 °C:seen. Titaanidioksidi voidaan sitten lisätä suoraan fosfolipidiseokseen, jolloin titaanidioksidin pitoisuus saadaan edullisesti välille 20 - 50 %. Seosta työstetään sitten esimerkiksi suuren leikkausnopeuden sekoittimella, kuten Torrance-sekoittimella tai maljatyyppisellä sekoittimella, kuten Diosna-sekoittimella, kunnes saadaan hyvä dispergointi, esim. 1/2 - 6 tuntia.

Tämän keksinnön mukaisia fosfolipidipinnoitteisia titaanidioksidihiukkasia voidaan liittää kosmeettisiin tuotteisiin tavanomaisella tavalla yhdessä tavanomaisten, kosmeettisesti hyväksyttävien kantoaineiden kanssa. Tämän keksinnön mukaisten hiukkasten parantunut dispergoituvuus tekee mahdolliseksi lisätä suurempia pitoisuuksia titaanidioksidia kuin tähän saakka on ollut mahdollista stabiileihin neste-emulsioihin ja dispersioihin. Näin ollen tämä keksintö kohdistuu auringonsuojakoostumukseen, joka sisältää 0,5 - 50 paino-% tässä kuvattuja fosfolipidillä pinnoitettuja titaanidioksidihiukkasia yhdessä kosmeettisesti hyväksyttävän kantoaineen kanssa. Kuitenkin koostumuksille, jotka sisältävät fosfolipidillä pinnoitettujen titaanidioksidihiukkasten suuria pitoisuuksia, saattaa löytyä erityistä käyttöä väkevöityinä auringonsuojakoostumuksina tai niin kutsuttuina "tiivisteseoksina", jotka soveltuvat massavarastointiin stabiileina neste-emulsioina tai -dispersioina. Tällaiset koostumukset sisältävät edullisesti 20 - 50 paino-% titaanidioksidia öljyfaasidispersiona.

Tämän keksinnön mukaisten hiukkasten parantuneen dispergoituvuuden on osoitettu myös parantavan UV-suojauk-

sen hyötysuhdetta ja niitä sisältävien emulsioiden pitkäaikaista stabiilisuutta. Edelleen näillä emulsioilla on erinomaiset säänkesto-ominaisuudet.

Näin ollen tämän keksinnön lisäkohta kohdistuu auringonsuojakoostumukseen, joka koostuu veden emulsiosta öljyssä, jossa on:

a) 0,5 - 30 paino-% titaanidioksidihiukkasia, joiden keskimääräinen primaarihiukkaskoko on alle 100 nm jokaisen mainituista hiukkasista ollessa oleellisesti pinnoitettu fosfolipidillä;

b) 5 - 50 paino-% emulgaattoria; ja

c) 1 - 15 paino-% emulgaattoria; ja

d) vähintään 40 paino-% vesifaasia.

Vielä muu tämän keksinnön kohta kohdistuu auringonsuojakoostumukseen, joka koostuu öljyn emulsiosta vedessä, jossa on:

a) 0,5 - 30 paino-% titaanidioksidihiukkasia, joiden keskihiukkaskoko on alle 100 nm jokaisen mainituista hiukkasista ollessa oleellisesti pinnoitettu fosfolipidillä;

b) 5 - 40 paino-% öljyfaasia;

c) 1 - 20 paino-% emulgaattoria; ja

d) vähintään 50 paino-% vesifaasia.

Missä tahansa määrätyssä tämän keksinnön mukaisessa auringonsuojakoostumuksessa läsnä olevan titaanidioksidin määrä riippuu käytöstä, johon koostumus on tarkoitettu. Vain 1 %:n määrät saattavat olla riittäviä niin kutsutuissa "rusketus"-tuotteissa, joiden ei ole tarkoitettu estävän auringonsäteitä saavuttamasta ihoa, kun taas niin kutsutut "auringonestoaineet", joiden on tarkoitettu estävän oleellisesti kaikkia auringonsäteitä saavuttamasta ihoa, saattavat vaatia 15 - 20 %:n määriä. Auringonsuojakoostumukset sisältävät tavallisemmin 2,5 - 15 paino-% titaanidioksidia.

Muita auringonsuoja-aineita voidaan lisätä tämän keksinnön koostumuksiin. Esimerkkejä sopivista muista auringonsuoja-aineista ovat:

a) p-aminobentsoehapot ja niiden esterit ja johdannaiset, esimerkiksi 2-etyyliheksyyli-p-dimetyyliaminobentsoaatti;

b) metoksisinnamaattiesterit, kuten 2-etyyliheksyyli-p-metoksisinnamaatti, 2-etoksietyyli-p-metoksisinnamaatti tai α,ß-di-(p-metoksisinnamoyyli)-α'-(2-etyyliheksanoyyli)glyseriini;

c) bentsofenonit, kuten oksibentsoni;

d) dibentsoyylimetaanit; ja

e) salisylaattiesterit.

Mitä tahansa muuta auringonsuoja-ainetta voi olla läsnä 0,1 - 10 paino-%:n määrä koostumuksesta.

Tämän keksinnön öljyfaasidispersioiden ja veden dispersioiden öljyssä ja öljyn dispersioiden vedessä öljyfaasi voi koostua esimerkiksi:

a) hiilivetyöljyistä, kuten parafiini- tai mineraaliöljyistä;

b) vahoista, kuten mehiläisvahasta tai parafiinivahasta;

c) luonnon öljyistä, kuten auringonkukkaöljystä, aprikoosiöljystä, voipuunvoi- tai jojobaöljystä;

d) silikoniöljyistä, kuten dimetikonista, syklometikonista tai setyylidimetikonista;

e) rasvahappoestereistä, kuten isopropyylipalmitaatista tai isopropyylimyristaatista;

f) rasva-alkoholeista, kuten setyylialkoholista tai stearyylialkoholista; tai

g) näiden seoksista.

Tämän keksinnön edullisissa veden emulsioissa öljyssä öljyfaasi muodostaa 5 - 40 % ja edullisemmin 10 - 30 paino-% koostumuksesta. Tämän keksinnön edullisissa öljyn emul-

sioissa vedessä öljyfaasi muodostaa 5 - 30 % ja edullisemmin 10 - 20 paino-% koostumuksesta.

Käytetyt emulgaattorit voivat olla mitä tahansa emulgaattoreita, joita tiedetään tekniikassa käytettävän veden emulsioissa öljyssä tai öljyn emulsioissa vedessä. On havaittu, että erityisen tehokkaita veden emulsioita öljyssä ja öljyn emulsioita vedessä olevia auringonsuojakoostumuksia voidaan valmistaa käyttäen emulgaattoria tai emulgaattoreiden seosta, jotka on valittu tunnetuista, kosmeettisesti hyväksyttävistä emulgaattoreista, joita ovat:

a) seskvioleaatit, kuten sorbitaaniseskvioleaatti, jota on kaupallisesti saatavana esimerkiksi kauppanimellä Arlacel 83 (ICI);

b) luonnonöljyjen johdannaisten etoksiloidut esterit, kuten hydratun risiiniöljyn polyetoksiloitu esteri, jota on kaupallisesti saatavana esimerkiksi kauppanimellä Arlacel 989 (ICI);

c) silikoniemulgaattorit, kuten silikonipolyolit, joita on kaupallisesti saatavissa esimerkiksi kauppanimellä ABIL WS08 (Th. Goldschmidt AG) ja kauppanimellä Silicone Fluid 3225C (Dow Corning);

d) rasvahapposaippuat, kuten kaliumstearaatti;

e) etoksiloidut rasva-alkoholit esimerkiksi emulgaattorit, joita on kaupallisesti saatavana kauppanimellä Brij (ICI) ja kauppanimellä Cithrol GMS A/S (Croda);

f) sorbitaaniesterit, esimerkiksi emulgaattorit, joita on kaupallisesti saatavana kauppanimellä Crill (Croda);

g) etoksiloidut sorbitaaniesterit, esimerkiksi emulgaattorit, joita on saatavana kaupallisesti kauppanimellä Tween (ICI);

h) etoksiloidut rasvahappoesterit, kuten etoksiloidut stearaatit, esimerkiksi emulgaattorit, joita on saatavana kaupallisesti kauppanimellä Myrj (ICI);

i) etoksiloidut mono-, di- ja tri-glyseridit, esimerkiksi emulgaattori, jota on kaupallisesti saatavana kauppanimellä Labrafil (Alfa Chem.);

j) etoksiloidut rasvahapot, esimerkiksi emulgaattorit, joita on saatavana kaupallisesti kauppanimellä Tefose (Alfa Chem.); ja

k) näiden seokset.

Tämän keksinnön veden emulsioissa öljyssä läsnä olevan emulgaattorin määrä on edullisesti välillä 2 - 10 %. Tämän keksinnön öljyn emulsioissa vedessä läsnä olevan emulgaattorin määrä on edullisesti välillä 1 - 15 %, vielä edullisemmin välillä 2 - 15 %. Edullisia emulgaattoreita veden emulsioissa öljyssä ovat silikonipolyolit, sorbitaaniseskvioleaatit ja sorbitaaniesterit. Edullisia emulgaattoreita öljyn emulsioissa vedessä ovat etoksiloidut rasvahapot ja alkoholit, etoksiloidut stearaatit ja etoksiloidut triglyseridit ja niiden seokset.

Tämän keksinnön koostumukset voivat lisäksi sisältää muita komponentteja, jotka ovat tekniikkaan perehtyneiden hyvin tuntemia, esimerkiksi emolientteja, kuten isopropyylimyristaattia tai rasvahappojen triglyseridejä (esim. lauriinitriglyseridiä tai kapriini/kapryylitriglyseridiä, kuten triglyseridiä, jota on kaupallisesti saatavana kauppanimellä Migliol 810 (Hüls UK), kostutusaineita kuten D-pantenolia, vakiointiaineita, kuten glyseriiniä tai 1,3-butyleeniglykolia, antioksidantteja, kuten DL-A-tokoferyyliasetaattia tai butyloitua hydroksitolueenia, emulsiota stabiloivia suoloja, kuten natriumkloridia, natriumsitraattia tai magnesiumsulfaattia, kalvonmuodostajia, jotka auttavat levittämistä ihon pinnalle, kuten alkyloitua polyvinyylipyrrolidonia, säilytysaineita, kuten bronopolia, natriumdehydroasetaattia, polyheksametyleenibiguanidihydrokloridia, isotiatsolonia tai diatsolidinyyliureaa, hajusteita ja värjäysaineita.

Koostumusten tehokkuutta voidaan mitata käyttäjäkokeissa, ts. in vivo tai helpommin mallisysteemissä, jota tri M. Stockdale on selostanut yhdistysten Society of Cosmetic Scientists ja Societe Francaise de Cosmetologie yhteisessä symposiumissa, joka pidettiin Stratfordissa Englannissa huhtikuussa 1986 ja joka on sen jälkeen julkaistu lehdessä International Journal of Society of Cosmetic Scientists, 9, sivut 85 - 98 (1987). Oleellisesti systeemissä otetaan valos ihmisen ihosta niin, että ihon pinnanmuodot jäljentyvät tarkalleen. Ensimmäinen (negatiivinen) valos tehdään silikonikumista ja sen jälkeen toinen (positiivinen) valos tehdään ultraviolettivaloa (UV) läpäisevästä materiaalista, kuten Luviset CAP-X-valmisteesta (BASF) etanolissa. Luviset CAP-X on hiuslakka. UV-valoa 900 W:n Xenon Arc Clinical Photo-Irradiator-laitteesta (Applied Photophysics Ltd) syötetään mitoiltaan 1 m x 5 mm olevan taipuisan valojohtimen (Applied Photophysics Ltd) läpi, jolloin saadaan halkaisijaltaan 2 cm:n säde lämpösähköparistoon tai UV-310-tunnistimeen, joka on yhdistetty UVX Radiometer -laitteeseen (Ultra Violet Products Inc., USA). Testattavan tuotteen annetaan vakioitua vähintään 48 tuntia seostuksen jälkeen ja kaadetaan sitten toiselle valokselle ja levitetään valoksen pinnalle tasaisen kerroksen saamiseksi, jonka paksuus on joko 1,5 tai 2,0 mg/cm^2. Valoksen auringonsuojakerroin voidaan saada jakamalla (ilmaisimen lukema ilman tuotetta) (ilmaisimen lukemalla tuotteen kanssa). Tässä mainitut virheet laskettiin käyttäen keskiarvoa, joka saatiin vähintään 12 mittauksesta eri valoksilla.

Titaanidioksidihiukkasten agglomeroituminen voidaan määrittää tarkastelemalla mikroskooppisesti hiukkasia polaroidussa valossa esimerkiksi 400-kertaisella suurennuksella tai analysoimalla pyyhkäisyelektronimikroskooppivalokuvia. Koulutetut havainnoitsijat voivat arvioida emulsioiden läpikuultamattomuutta iholle levitetyn emulsion

suhteellisen läpinäkyvyyden subjektiivisella visuaalisella analyysillä. Titaanidioksidikoostumuksen läpikuultamattomuus on siinä olevien hiukkasten agglomeroitumisen funktio ja saa siten aikaan arvion dispergointitehosta.

Tätä keksintöä kuvataan seuraavilla esimerkeillä 1 -35. Esimerkit 14 - 33 seostettiin veden emulsioihin öljyyn ja esimerkit 34 ja 35 olivat öljyn emulsioita vedessä. Esimerkit 1 - 35 esitetään ainoastaan kuvaamistarkoituksessa. Vertailuesimerkit A - E eivät muodosta osaa tästä keksinnöstä.

Esimerkki 1

1) Isopropyylipalmitaatti3 g
2) Lesitiini (myydään kauppanimellä P Centrolex) 1,5 g
3) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu alumiinistearaatilla (myydään kauppanimellä MT100T) 95,5 g

Komponentit 1 ja 2 sekoitettiin yhteen ja lämmitettiin 85 °C:seen. Tämä liuos lisättiin hitaasti komponenttiin 3 sekoittaen suurinopeuksisella pulverisekoittimella (Papenmeyer). Saatua seosta sekoitettiin vielä 15 minuuttia Papenmeyer-sekoitinta käyttäen. Pulveri jauhettiin sitten kahdesti käyttäen vasaramyllyä (Mikropul Ducon), jolloin saatiin hienojakoinen, vapaasti valuva pulveri.

Esimerkki 2

1) Isopropyylipalmitaatti 6 g
2) Lesitiini (myydään kauppanimellä P Centrolex) 3 g
3) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu alumiinistearaatilla (myydään kauppanimellä MT100T) 91 g

Edellä esitetyt komponentit seostettiin esimerkissä 1 kuvatulla tavalla, jolloin saatiin pulveri.

Esimerkki 3

1) Isopropyylipalmitaatti	20 g
2) Lesitiini (myydään kauppanimellä P Centrolex)	10 g
3) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu alumiinistearaatilla (myydään kauppanimellä MT100T)	90 g

Edellä esitetyt komponentit seostettiin esimerkissä 1 kuvatulla tavalla.

Esimerkit 4 - 13

Eri titaanidioksidityyppejä ja eri fosfolipidityyppejä seostettiin esimerkissä 1 kuvatulla tavalla, jolloin saatiin taulukossa 1 esitetyt esimerkkien 4 - 13 pulverit (esimerkki 1 otettu mukaan vertailuna)

Taulukko 1

Esim.	TiO_2:n kauppanimi (pinnnoite)	TiO_2:n keskihiukkaskoko/nm	Fosfolipidi (valmistaja)
1	MT100T (Alumiinistearaatti)	15	Lesitiini (Central Soya Co.)
4	MT150W (Ei lainkaan)	15	Lesitiini (Central Soya Co.)
5	MT500B (Ei lainkaan)	35	Lesitiini (Central Soya Co.)
6	MT600B (Ei lainkaan)	50	Lesitiini (Central Soya Co.)
7	UFTR (Alumiinioksidi)	35	Lesitiini (Central Soya Co.)
8	MT100T (Alumiinistearaatti)	15	Fosfatidyyli-inositoli (Sigma)
9	MT100T (Alumiinistearaatti)	15	Fosfatidyylietanoliamiini (Sigma)
10	MT100T (Alumiinistearaatti)	15	Fosfatidyyliseriini (Sigma)
11	MT100T (Alumiinistearaatti)	15	Hydroksyloitu, öljytön lesitiini, joka on johdettu soijapavusta (Croda)
12	MT100T (Alumiinistearaatti)	15	Synteettinen fosfatidaatti, joka on johdettu selektiivisesti hydratusta (jodiluku=75) rapsiöljystä (Croda)
13	MT100t (Alumiinistearaatti)	15	Synteettinen fosfatidaatti, joka on johdettu täysin hydratusta soijapapuöljystä (Croda)

Esimerkki 14	%
1) Silikonikopolyolin ja syklometikonin seos (myydään kauppanimellä Silicone Fluid 3225C)	12,0
2) Syklometikoni (myydään kauppanimellä Silicone Fluid 345DC)	15,0
3) Setyylidimetikoni (myydään kauppanimellä Abil B 9801)	5,0
4) Sorbitaaniseskvioleaatti (myydään kauppanimellä Arlacel 83)	3,0
5) Butyloitu hydroksitolueeni	0,05
6) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu esimerkin 1 mukaisesti	10,0
7) Natriumsitraatti	4,0
8) Natriumdehydroasetaatti	0,15
9) Bronopol	0,02
10) Puhdistettu vesi	100 %:iin asti

Komponentit 1 - 5 sekoitettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa ja titaanidioksidi (komponentti 6) dispergoitiin seokseen käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson). Komponentit 7 - 10 sekoitettiin yhteen ja lisättiin sitten hitaasti titaanidioksidiseokseen hämmentäen. Saatu seos homogenisoitiin käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria voiteen saamiseksi.

Esimerkit 15 - 20

Titanidioksidit, jotka oli pinnoitettu esimerkkien 2 - 7 mukaisesti, seostettiin kaikki esimerkissä 14 kuvatulla tavalla, jolloin saatiin esimerkkien 15 - 20 koostumukset samassa järjestyksessä.

Esimerkki 21	%
1) Kevyt nestemäinen parafiini (myydään kauppanimellä WOM14)	5,0
2) Setyylidimetikoni (myydään kauppanimellä Abil B9801)	2,0
3) Syklometikoni (myydään kauppanimellä Silicone Fluid 345 DC)	7,0
4) Nestemäisen parafiinin ja polyeteenin seos (myydään kauppanimellä Pioneer PLW)	3,0
5) Glyserolisorbitaanin rasvahappoesteri (myydään kauppanimellä Arlacel 481)	3,0
6) Isopropyylipalmitaatti	4,0
7) Silikonikopolyolin ja syklometikonin seos (myydään kauppanimellä Silicone Fluid 3225C)	11,0
8) 1,3-butyleeniglykoli	2,0
9) Natriumkloridi	1,0
10) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu esimerkin 1 mukaisesti	5,0
11) Puhdistettu vesi	100 %:iin asti

Komponentit 1 - 7 sekoitettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa ja titaanidioksidi (komponentti 10) dispergoitiin seokseen käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson). Komponentit 8, 9 ja 11 sekoitettiin yhteen ja lisättiin sitten hitaasti titaanidioksidiseokseen hämmentäen. Saatu seos homogenisoitiin käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria, jolloin saatiin voide.

Vertailuesimerkki A

Esimerkissä 21 kuvatun kokoonpanon titaanidioksidi (komponentti 10) korvattiin vain vertailutarkoituksessa titaanidioksidilla, joka oli pinnoitettu alumiinistearaatilla (myydään kauppanimellä MT100T). Valoksen auringonsuojakertoimet, jotka mitattiin esimerkille 21 ja vertailuesimerkille A (1,5 mg/cm^2:n kerroksella), olivat taulukossa 2 esitetyt.

Taulukko 2

Kokoonpano	Titaanidioksidi	Valoksen aurin-gonsuojakerroin
Esimerkki 21	MT100T - lesitiinillä pinnoitettu, esimerkki 1	9,3 ± 1,9
Vertailuesi-merkki A	MT 100T	5,4 ± 0,8

Esimerkki 22 %

1) Mikrokiteinen vaha (myydään kauppanimellä Okerin 239) 2,0
2) Silikonikopolyoli (myydään kauppanimellä Abil WS08) 5,0
3) Valkoinen pehmeä parafiini (myydään kauppa-nimellä M080 AB & L) 3,0
4) Kevyt nestemäinen parafiini (myydään kauppa-nimellä WOM14) 3,0
5) Aprikoosinsiemenöljy 0,5
6) Syklometikoni (myydään kauppanimellä Silicone Fluid 345DC) 8,0
7) Setyylidimetokoni (myydään kauppanimellä Abil B 9801) 1,0
8) Glyseriini 5,0
9) Natriumkloridi 2,0
10) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu esimerkin 1 mukaisesti 5,0
11) Puhdistettu vesi 100 %:iin asti

Komponentit 1 - 7 sekoitettiin yhteen ja titaanidioksidi (komponentti 10) dispergoitiin seokseen käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson). Komponentit 8, 9 ja 11 sekoitettiin yhteen ja lisättiin sitten hitaasti titaanidioksidiseokseen hämmentäen. Saatu

seos homogeenisoitiin käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria, jolloin saatiin voide.

Esimerkki 23 ja vertailuesimerkit B ja C

Esimerkissä 22 kuvatun kokoonpanon titaanidioksidi (komponentti 10) korvattiin eri pitoisuudella titaanidioksidia, joka oli pinnoitettu esimerkin 1 mukaisesti tai pelkästään vertailutarkoituksessa titaanidioksidia, joka oli pinnoitettu alumiinisteraatilla (myydään kauppanimellä MT100T). Pitoisuudet ja saadut valoksen auringonsuojakertoimet (mitattu 1,5 mg/cm^2:n kerroksella) olivat taulukossa 3 esitetyt (esimerkki 22 otettu mukaan vertailun vuoksi).

Taulukko 3

Titaanidioksidi			Valoksen auringonsuojakerroin
Kokoonpano	Tyyppi	p-%	
Esimerkki 22	MT100T-lesitiinipinnoitettu, esimerkki 1	5	11,2 ± 2,5
Vertailuesimerkki B	MT100T		55,0 ± 0,9
Esimerkki 23	MT100T-lesitiinipinnoitettu, esimerkki 1	10	13,4 ± 2,6
Vertailuesimerkki C	MT100T	10	8,7 ± 2,7

Esimerkki 24	%
1) Silikonikopolyolin ja syklometikonin seos (myydään kauppanimellä Silicone Fluid 3225C)	12,0
2) Syklometikoni (myydään kauppanimellä Silicone Fluid 345DC)	15,0
3) Setyylidimetikoni (myydään kauppanimellä Abil B 9801)	5,0
4) Sorbitaniseskvioleaatti (myydään kauppanimellä Arlacel 83)	3,0
5) Glyserolisorbitaanin rasvahappoesteri (myydään kauppanimellä Arlacel 481)	0,7
6) Butyloitu hydroksitolueeni	0,05
7) Titaanidioksidi - ks. jäljempänä	14,0
8) Natriumsitraatti	4,0
9) Bronopol	0,02
10) Natriumdehydroasetaatti	0,15
11) Puhdistettu vesi	100 %:iin asti

Käytettiin lukuisia eri seostusprosesseja, kuten seuraavassa esitetään:

a) Komponentit 1 - 6 sekoitettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa ja titaanidioksidi (komponentti 7), joka oli pinnoitettu esimerkin 1 mukaisesti, dispergoitiin seokseen käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson). Komponentit 8 - 11 sekoitettiin yhteen ja lisättiin sitten hitaasti titaanidioksidiseokseen hämmentäen. Saatu seos homogenisoitiin käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria, jolloin saatiin voide.

b) Komponentit 1 - 6 sulatettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa lesitiinin kanssa (myydään kauppanimellä P Centrolex) (0,21%). Titaanidioksidi, joka oli pinnoitettu alumiinistearaatilla (myydään kauppanimellä MT100T), dispergoitiin seokseen käyttäen Torrance-sekoitinta. Saatu seos homogenisoitiin käyttäen Torrance-sekoitinta. Kompo-

nentit 8 - 11 sekoitettiin yhteen ja lisättiin sitten hitaasti titaanidioksididispersioon. Saatu seos homogenisoitiin käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson), jolloin saatiin voide.

c) Komponentit 1 - 6 sulatettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa. Titaanidioksidi, joka oli pinnoitettu alumiinistearaatilla (myydään kauppanimellä MT100T) ja lesitiinillä (myydään kauppanimellä P Centrolex) (0,21 %), lisättiin osaan esisekoitetusta öljyfaasista seoksen saamiseksi, joka sisälsi 40 paino-% titaanidioksidia. Täm seos dispergoitiin tasaiseksi käyttäen Torrance-sekoitinta. Loput öljyfaasista sekoitettiin sitten titaanidioksidiseokseen (käyttäen Torrance-sekoitinta), minkä jälkeen lisättiin hitaasti komponentit 8 - 11. Lopuksi seos homogensioitiin käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson), jolloin saatiin voide.

d) Komponentit 1 - 6 sulatettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa. Titaanidioksidi, joka oli pinnoitettu alumiinisteraatilla (myydään kauppanimellä MT100T) ja lesitiinillä (myydään kauppanimellä P Centrolex) (0,21 %), lisättiin osaan esisekoitetusta öljyfaasista, jolloin saatiin seos, joka sisälsi 40 paino-% titaanidioksidia. Tämä seos dispergoitiin tasaiseksi käyttäen Diosna-sekoitinta. Loput öljyfaasista sekoitettiin sitten titaanidioksidiseokseen (käyttäen Diosna-sekoitinta), minkä jälkeen lisättiin hitaasti komponentit 8 - 11. Lopuksi seos homogenisoitiin käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson), jolloin saatiin voide.

Menetelmillä (a), (b), (c) ja (d) valmistettujen kokoonpanojen visuaalinen tarkastelu (läpikuultamattomuuden suhteen) ja mikroskooppinen tarkastelu (agglomeroitumisen suhteen) vähintään 48 tunnin vakioinnin jälkeen ei osoittanut merkittäviä eroja titaanidioksidin dispergoitumisessa.

Esimerkissä 24 (a) kuvatulla tavalla valmistetun kokoonpanon stabiilisuus määritettiin visuaalisella tarkastelulla (läpikuultamattomuuden suhteen) ja mikroskooppisella tarkastelulla (agglomeroitumisen suhteen) vähintään 48 tunnin vakioinnin jälkeen ja 6 kuuukauden ja 12 kuukauden varastoinnin jälkeen huoneenlämpötilassa. Tuotteen valoksen auringonsuojakerroin (1,5 mg/cm^2:n kerroksella) näiden ajanjaksojen varastoinnin jälkeen määritettiin myös. Saadut tulokset ilmoitetaan seuraavassa taulukossa 4.

Taulukko 4

Varastointi-aika	Dispergoituminen - arvioitu visuaalisen ja mikroskooppisen tarkastelun perusteella	Valoksen auringon-suojakerroin
48 h - 1 vk	Erinomainen	25,5 ± 9,5
6 kk	Erinomainen	24,2 ± 9,9
12 kk	Erinomainen	27,5 ± 6,7

Esimerkit 25 ja 26 ja vertailuesimerkit D ja E

Esimerkissä 24 kuvatun kokoonpanon titaanidioksidi (komponentti 7) korvattiin eri pitoisuuksilla titaanidioksidia, joka oli pinnoitettu esimerkin 1 mukaisesti, tai pelkästään vertailutarkoituksessa titaanidioksidia, joka oli pinnoitettu alumiinistearaatilla (myydään kauppanimellä MT100T) ja seostettu käyttäen prosessia (a). Pitoisuudet ja saadut valoksen auringonsuojakertoimet olivat taulukossa 5 esitetyt.

Taulukko 5

Kokoonpano	Titaanidioksidi Tyyppi	p-%	Valoksen auringonsuojakerroin
Esimerkki 25	MT100T-lesitiinipinnoitettu, esimerkki 1	10	24,7 ± 5,8 x)
Vertailuesimerkki D	MT100T	10	12,3 ± 2,3x)
Esimerkki 26	MT100T-lesitiinipinnoitettu, esimerkki 1	15	28,4 ± 7,8 xx)
Vertailuesimerkki E	MT100T	15	18,9 + 4,3xx)

x) 2mg/cm^2

xx) 1,5 mg/cm^2

Esimerkit 27 - 32

Esimerkkien 8 - 13 mukaisesti pinnoitetut titaanidioksidihiukkaset seostettiin esimerkissä 25 kuvatulla tavalla, jolloin saatiin esimerkkien 27 - 32 koostumukset samassa järjestyksessä. Valoksen auringonsuojakertoimet (mitattu 2 mg/cm^2:n kerroksella) olivat taulukossa 6 esitetyt (esimerkki 25 ja vertailuesimerkki D otettu mukaan vertailun vuoksi).

Taulukko 6

Esimerkki	Fosfolipidi	Valoksen aurin-gonsuojakerroin
D	Ei lainkaan	12,3 ± 2,3
25	Lesitiini	24,7 ± 5,8
27	Fosfatidyyli-inositoli	37,0 ± 12,9
28	Fosfatidyylistanoliamiini	37,7 ± 8,2
29	Fosfatidyyliseriini	25,6 ± 4,9
30	Hydroksyloitu lesitiini	35,5 ± 8,7
31	Synteettinen - johdettu rapsiöljystä	29,8 ± 6,7
32	Synteettinen-johdettu soijapapuöljystä	32,3 ± 8,6

Esimerkki 33	%
1) Sorbitaanimonoisostearaatti (myydään kauppanimellä Crill 6)	3,0
2) Isopropyylimyristaatin, stearalkoniumhektoriitin ja propyleeniglykolin seos (myydään kauppanimellä Bentone Gel IPM)	5,0
3) Setyylidimetikoni (myydään kauppanimellä Abil B9801)	2,0
4) Glyserolisorbitaanin rasvahappoesteri (myydään kauppanimellä Arlacel 481)	2,0
5) Kevyt nestemäinen parafiini (myydään kauppanimellä WOM14)	3,0
6) Isopropyylipalmitaatti	10,0
7) Butyloitu hydroksitolueeni	0,02
8) Syklometikoni (myydään kauppanimellä Silicone Fluid 345DC)	5,0
9) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu esimerkin 1 mukaisesti	2,5
10) 1,3-butyleeniglykoli	3,0
11) Magnesiumsulfaatti	1,0
12) D-pantenoli	2,0
13) Bronopol	0,02
14) Polyheksametyleenibiguanidihydrokloridin 20-%:inen liuos (myydään kauppanimellä Aclagard E)	0,5
15) Puhdistettu vesi	100 %:iin asti

Komponentit 1 - 8 sekoitettiin yhteen 65 -70 °C:ssa ja titaanidioksidi (komponentti 9) dispergoitiin seokseen käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson). Komponentit 10 - 15 sekoitettiin yhteen ja lisättiin sitten hitaasti titaanidioksidiseokseen hämmentäen. Saatu seos homogenisoitiin käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria, jolloin saatiin voide.

Esimerkki 34	%
1) Polyoksietyleenin stearyylieetteri (myydään kauppanimellä Brij 76)	3,0
2) Polyoksietyleenin stearyylieetteri (myydään kauppanimellä Brij 72)	1,5
3) Dimetokoni (myydään kauppanimellä Silicone Fluid F111/300)	3,0
4) Isopropyylimyristaatti	3,0
5) Kevyt nestemäinen parafiini (myydään kauppanimellä WOM14)	6,15
6) Glyseryylimonostearaatti (myydään kauppanimellä Cithrol GMS A/S E 50743)	2,0
7) Stearyylialkoholi	0,5
8) Kapriini/kapryylihapon triglyseridi (myydään kauppanimellä Migliol 810)	4,15
9) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu alumiinistearaatilla (myydään kauppanimellä MT100T)	7,02
10) Lesitiini (myydään kauppanimellä P Centrolex)	0,28
11) Polyheksametyylibiguanidihydrokloridin 20-%:inen liuos (myydään kauppanimellä Arlagard E)	0,5
12) Natriumdehydroasetaatti	0,15
13) Puhdistettu vesi	100 %:iin asti

Käytettiin kahta eri seostusprosessia, jotka esitetään seuraavassa:

a) Komponentit 1 - 8 ja 10 sulatettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa. Titaanidioksidi (komponentti 9) dispergoitiin osana esisekoitetusta öljyfaasista, jolloin saatiin seos, joka sisälsi 40 paino-% titaanidioksidia. Tämä seos dispergoitiin tasaiseksi käyttäen Torrance-sekoitinta ja sen jälkeen loput öljyfaasista sekoitettiin siihen. Komponentit 11 - 13 sekoitettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa ja titaanidioksididispersio lisättiin hitaasti käyttäen suuren leik-

kausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson), jolloin saatiin voide.

b) Komponentit 1 - 8 sulatettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa. Titaanidioksidi (komponentti 9) ja lesitiini (komponentti 10) lisättiin osaan esisekoitettua öljyfaasia, jolloin saatiin seos, joka sisälsi 40 paino-% titaanidioksidia. Tämä seos dispergoitiin tasaiseksi käyttäen Diosna-sekoitinta ja sen jälkeen lisättiin loput öljyfaasista. Komponentit 11 - 13 sekoitettiin yhteen 65 - 70 °C:ssa ja titaanidioksidisesos lisättiin hitaasti käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson), jolloin saatiin voide.

Menetelmillä (a) ja (b) valmistettujen kokoonpanojen visuaalinen tarkastelu (läpikuultamattomuuden suhteen) ja mikroskooppinen tarkastelu (agglomeroitumisen suhteen) vähintään 48 tunnin vakioinnin jälkeen ei osoittanut merkittäviä eroja titaanidioksidin dispergoitumisessa.

Esimerkki 35	%
1) Etoksiloitu rasvahappo (myydään kauppanimellä Tefose 1500)	10
2) Kevyt nestemäinen parafiini (myydään kauppanimellä WOM14)	2
3) Etoksiloitu triglyseridi (myydään kauppanimellä Labrafil M2130CS)	3
4) Stearііnihappo	2
5) Isopropyylipalmitaatti	7,5
6) Titaanidioksidi, joka on pinnoitettu esimerkin 1 mukaisesti	5
7) Glyseriini	3
8) Puhdistettu vesi	100 %:iin asti

Komponentit 1 - 5 sulatettiin yhteen 70 °C:ssa ja titaanidioksidi (komponentti 6) dispergoitiin seokseen käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria (Silverson). Komponentit 7 ja 8 lämmitettiin 70 °C:seen.

Titaanidioksididispersio lisättiin sitten hitaasti komponentteihin 7 ja 8 käyttäen suuren leikkausnopeuden sekoitinta/homogenisaattoria, jolloin saatiin voide.

Patenttivaatimukset

1. Titaanidioksidihiukkaset, joiden keskimääräinen primaarihiukkaskoko on alle 100 nm, t u n n e t u t siitä, että jokainen mainituista hiukkasista on oleellisesti pinnoitettu fosfolipidillä.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukaiset hiukkaset, t u n n e t u t siitä, että fosfolipidi on valittu fosfatidyylikoliineista, fosfatidyylietanoliamiineista, fosfatidyyliseriineistä, fosfatidyyli-inositoleista, difosfatidyyliglyseroleista, sfingomyeliineistä ja näiden seoksista.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukaiset hiukkaset, t u n n e t u t siitä, että fosfolipidi on synteettinen fosfolipidi tai modifioitu luonnon fosfolipidi.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukaiset hiukkaset, t u n n e t u t siitä, että fosfolipidissä on kaksi C_{8-32}-alkyyliryhmää sitoutuneena fosforyloituun alkoholiin.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukaiset hiukkaset, t u n n e t u t sitä, että fosfolipidi on valittu fosfatidyylikoliineista, fosfatidyylietanoliamiineista, fosfatidyyliseriineistä, fosfatidyyli-inositoleista ja näiden seoksista.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukaiset hiukkaset, t u n n e t u t siitä, että fosfolipidi on lesitiini.

7. Patenttivaatimuksen 1 mukaiset titaanidioksidihiukkaset, t u n n e t u t siitä, että jokainen mainituista hiukkasista on oleellisesti pinnoitettu fosfolipidillä ja että fosfolidipin ja titaanidioksidin välinen painosuhde on välillä 0,1:100 - 15:100.

8. Auringonsuojakoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää 0,5 - 50 paino-% jonkin patenttivaatimuksen 1 - 7 mukaisia titaanidioksidihiukkasia yhdessä kosmeettisesti hyväksyttävän kantoaineen kanssa.

9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen auringonsuojakoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää vesi-öljyssä-emulsiota, joka sisältää:

a) 0,5 - 30 paino-% jonkin patenttivaatimuksen 1 - 7 mukaisia titaanidioksidihiukkasia;

b) 5 - 50 paino-% öljyfaasia;

c) 1 - 15 paino-% emulgaattoria; ja

d) vähintään 40 paino-% vesifaasia.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen auringonsuojakoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää vesi-öljyssä-emulsiota, joka sisältää:

(a) 2,5 - 15 paino-% jonkin patenttivaatimuksen 1 - 7 mukaisia titaanidioksidihiukkasia;

(b) 10 - 30 paino-% öljyfaasia;

(c) 2 - 10 paino-% emulgaattoria;

(d) vähintään 40 paino-% vesifaasia.

11. Patenttivaatimuksen 8 mukainen auringonsuojakoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää öljy-vedessä-emulsiota, joka sisältää:

a) 0,5 - 30 paino-% jonkin patenttivaatimuksen 1 - 7 mukaisia titaanidioksidihiukkasia;

b) 5 - 40 paino-% öljyfaasia;

c) 1 - 20 paino-% emulgaattoria; ja

d) vähintään 50 paino-% vesifaasia.

12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen auringonsuojakoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää öljy-vedessä-emulsiota, joka sisältää:

(a) 2,5 - 15 paino-% jonkin patenttivaatimuksen 1 - 7 mukaisia titaanidioksidihiukkasia;

(b) 10 - 20 paino-% öljyfaasia;

(c) 2 - 15 paino-% emulgaattoria;

(d) vähintään 50 paino-% vesifaasia.

13. Patenttivaatimuksen 8 mukainen auringonsuojakoostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää 20 - 50 paino-% jonkin patenttivaatimuksen 1 - 7 mukaisia titaanidioksidihiukkasia öljyfaasidispersiossa.

Patentkrav

1. Titandioxidpartiklar med en primärmedelpartikelstorlek som understiger 100 nm, k ä n n e t e c k n a d e av, att var och en av nämnda partiklar väsentligen överdragits med fosfolipid.

2. Partiklar enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d e av, att fosfolipiden valts bland fosfatidylkoliner, fosfatidyletanolaminer, fosfatidylseriner, fosfatidylinositoler, difosfatidylglyceroler, sfingomyeliner och blandningar av dessa.

3. Partiklar enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d e av, att fosfolipiden är en syntetisk fosfolipid eller en modifierad, naturlig fosfolipid.

4. Partiklar enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a d e av, att fosfolipiden bär två C_{8-32}-alkylgrupper, vilka bundits vid en fosforylerad alkohol.

5. Partiklar enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d e av, att fosfolipiden valts bland fosfatidylkoliner, fosfatidyletanolaminer, fosfatidylseriner, fosfatidylinositoler och blandningar av dessa.

6. Partiklar enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d e av, att fosfolipiden är lecitin.

7. Titandioxidpartiklar enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d e av, att var och en av nämnda partiklar väsentligen överdragits med fosfolipid och att förhållandet fosfolipid till titandioxid på viktbasis ligger i området 0,1:100 - 15:100.

8. Solskyddskomposition, k ä n n e t e c k n a d av, att den omfattar 0,5 - 50 vikt-% titandioxidpartiklar enligt något av patentkraven 1 - 7, tillsammans med en kosmetiskt godtagbar bärare.

9. Solskyddskomposition enligt patentkrav 8, k ä n n e t e c k n a d av, att den omfattar en vatten/olje-emulsion, som innehåller:

a) 0,5 - 30 vikt-% titandioxidpartiklar enligt något av patentkraven 1 - 7;

b) 5 - 50 vikt-% oljefas;

c) 1 - 15 vikt-% emulgermedel; och

d) åtminstone 40 vikt-% vattenfas.

10. Solskyddskomposition enligt patentkrav 9, k ä n n e t e c k n a d av, att den omfattar en vatten/olje-emulsion, vilken innehåller:

a) 2,5 - 15 vikt-% titandioxidpartiklar enligt något av patentkraven 1 - 7;

b) 10 - 30 vikt-% oljefas;

c) 2 - 10 vikt-% emulgermedel; och

d) åtminstone 40 vikt-% vattenfas.

11. Solskyddskomposition enligt patentkrav 8, k ä n n e t e c k n a d av, att den omfattar en olje/vatten-emulsion, vilken innehåller:

a) 0,5 - 30 vikt-% titandioxidpartiklar enligt något av patentkraven 1 - 7;

b) 5 - 40 vikt-% oljefas;

c) 1 - 20 vikt-% emulgermedel; och

d) åtminstone 50 vikt-% vattenfas.

12. Solskyddskomposition enligt patentkrav 11, k ä n n e t e c k n a d av, att den omfattar en olje/vatten-emulsion, vilken innehåller:

a) 2,5 - 15 vikt-% titandioxidpartiklar enligt något av patentkraven 1 - 7;

b) 10 - 20 vikt-% oljefas;

c) 2 - 15 vikt-% emulgermedel; och

d) åtminstone 50 vikt-% vattenfas.

13. Solskyddskomposition enligt patentkrav 8, k ä n n e t e c k n a d av, att den omfattar 20 - 50 vikt-% titandioxidpartiklar enligt något av patentkraven 1 - 7 i en oljefasdispersion.