



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2020-0093545  
(43) 공개일자 2020년08월05일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C01G 9/02 (2006.01) A61K 47/02 (2006.01)  
A61K 47/42 (2017.01) A61K 8/27 (2006.01)  
A61K 8/65 (2006.01) A61Q 17/04 (2006.01)  
C08K 3/22 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
C01G 9/02 (2013.01)  
A61K 47/02 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2020-7014703
- (22) 출원일자(국제) 2018년11월26일  
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2020년05월22일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2018/043349
- (87) 국제공개번호 WO 2019/107304  
국제공개일자 2019년06월06일
- (30) 우선권주장  
JP-P-2017-230999 2017년11월30일 일본(JP)  
JP-P-2017-231000 2017년11월30일 일본(JP)

- (71) 출원인  
사카이 가가쿠 고교 가부시키키가이샤  
일본국 오사카후 사카ishi 사카이쿠 에비스지마초  
5초 2반치
- (72) 발명자  
요시다 료헤이  
일본 후쿠시마 9718183 이와키시 이즈미마치 시모  
가와 아자 다즈쿠 110 사카이 가가쿠 고교 가부시  
키키가이샤 내  
하시모토 미츠오  
일본 후쿠시마 9718183 이와키시 이즈미마치 시모  
가와 아자 다즈쿠 110 사카이 가가쿠 고교 가부시  
키키가이샤 내  
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인  
신성특허법인(유한)

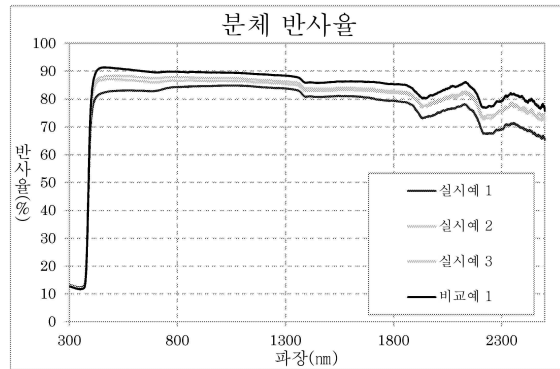
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 케라틴 및 육각판상 산화아연 함유 입상 복합체

(57) 요약

근적외선을 반사하면서도 높은 매끈매끈한 느낌 및 낮은 까슬까슬한 느낌이 달성된 외용 조성물을 조제 가능한 소재가 제공된다. 구체적으로는, 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체가 제공된다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

*A61K 47/42* (2013.01)

*A61K 8/27* (2013.01)

*A61K 8/65* (2013.01)

*A61Q 17/04* (2013.01)

*C08K 3/22* (2013.01)

(72) 발명자

**나카니시 이쿠히사**

일본 오사카 5691044 다카츠키시 가미하무로  
5-30-1 선스타 인코포레이티드 하무로 알엔디센터  
내

**도모토 다카히로**

일본 오사카 5691044 다카츠키시 가미하무로  
5-30-1 선스타 인코포레이티드 하무로 알엔디센터  
내

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

케라틴 및 육각관상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,  
육각관상 산화아연 입자 표면에 케라틴을 구비한 입상 복합체.

#### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,  
케라틴이 천연 케라틴, 가수 분해 케라틴, 카티온화 가수 분해 케라틴 및 실릴화 가수 분해 케라틴으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 입상 복합체.

#### 청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,  
케라틴 함유량이 0.05~5질량%인 입상 복합체.

#### 청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,  
1차 입자 직경이 0.1~5 $\mu\text{m}$ 인 입상 복합체.

#### 청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,  
케라틴이 양모 유래 카티온화 가수 분해 케라틴, 양모 유래 실릴화 가수 분해 케라틴 및 우모 유래 가수 분해 케라틴으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종이고, 또한 수평균 분자량이 500~2000인 입상 복합체.

#### 청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 기재된 입상 복합체를 포함하는  
외용 조성물.

**청구항 8**

제7항에 있어서,  
화장품 조성물, 의약부외품 조성물, 또는 의약품 조성물인  
외용 조성물.

**청구항 9**

제6항에 기재된 입상 복합체와 실리콘을 함유하는  
조성물.

**청구항 10**

제9항에 있어서,  
실리콘 필름인  
조성물.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 케라틴 및 육각판상 산화아연을 포함하는 입상(粒狀) 복합체 및 해당 입상 복합체를 함유하는 조성물 등에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 태양광은 피부의 노화의 원인 중 하나로 되어 있다. 태양광은 여러 가지 파장의 빛으로 이루어지고, 예를 들면, 가시광선 외에, 자외선이나 근적외선 등이 포함되어 있다. 자외선은 그 에너지가 비교적 큰 이유에서, 자외선에 의한 피부로의 손상을 경감하는 방법이 개발되어 오고 있다. 한편, 근적외선에 대해서는, 그 에너지가 비교적 작은 이유에서, 피부에 주는 손상에 대한 연구는 별로 진전되어 있지 않다. 그러나 근래, 자외선은 주로 피부 표층에서 흡수되고, 심부(深部)에는 도달하지 않는 한편, 근적외선은 진피로부터 근층(筋層)으로까지 도달하여, 심부로까지 영향을 미치는 것이 명백해져 오고 있다. 이 때문에, 태양광에 의한 피부로의 손상을 경감하기 위해, 근적외선을 반사하는 것이 요구되고 있다.

[0003] 이를 위해, 외용 조성물에 있어서, 근적외선을 반사하는 능력을 가지는 물질을 배합하는 것이 연구되고 있다. 외용 조성물은 피부에 적용하는 것인 이유에서, 적용 시에 피부의 매끈함(높은 매끈매끈한 느낌)이나 까슬까슬함이 없음(낮은 까슬까슬한 느낌)이 얻어지는 것도 중요하게 된다. 따라서, 근적외선을 반사하면서도 높은 매끈매끈한 느낌 및 낮은 까슬까슬한 느낌이 달성된 외용 조성물이 요구된다.

[0004] 또한, 공업적으로도 차광 능력이 높은 소재는 여러 가지 분야에서 요망되고 있고, 근적외선을 효율 좋게 차폐할 수 있는 소재를 개발할 수 있으면, 상기한 외용 조성물에 한정되지 않고, 여러 가지 분야에서도 응용된다고 생각되어, 유용하다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

[0005] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 국제공개 제2012/147886호

(특허문헌 0002) 특허문헌 2: 국제공개 제2015/118777호

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0006] 본 발명은 근적외선을 반사하면서도 높은 매끈매끈한 느낌 및 낮은 까슬까슬한 느낌이 달성된 외용 조성물을 제공 가능한 소재의 개발을 과제로 한다.

**과제의 해결 수단**

[0007] 상기 특허문헌 1에는, 특정한 육각판상 산화아연이 기재되어 있고, 해당 육각판상 산화아연이 적외선(근적외선 파장 영역을 포함한다)을 어느 정도 반사할 수 있는 것도 기재되어 있다. 본 발명자들은 육각판상 산화아연에 케라틴 처리를 실시하여 얻어지는 입상 복합체는 근적외선을 반사하는 능력은 육각판상 산화아연 그 자체와 대략 동등 또는 그 이상이고, 또한 해당 입상 복합체는 비교적 낮은 MIU(평균 마찰 계수) 및 비교적 낮은 MMD(마찰 계수의 평균 편차)를 나타내는 이유에서, 해당 입상 복합체를 배합한 외용 조성물은 우수한 매끈함 및 낮은 까슬까슬한 느낌을 나타낼 수 있는 것을 발견했다.

[0008] 또한, 육각판상 산화아연에 케라틴 처리를 실시하여 얻어지는 입상 복합체에 대하여, 외용 조성물 이외의 용도로 이용할 수 있는지에 대해서도 검토를 실시하고, 육각판상 산화아연에 특정한 케라틴 처리를 실시하여 얻어지는 입상 복합체에 대해서는, 실리콘과의 혼합 조성물로 한 경우에 특히 우수한 근적외선 차광 효과를 이룰 수 있는 것을 발견했다.

[0009] 본 발명은 예를 들면, 이하의 항에 기재된 주제를 포함한다.

[0010] 항 1.

[0011] 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체.

[0012] 항 2.

[0013] 육각판상 산화아연 입자 표면에 케라틴을 구비한 항 1에 기재된 입상 복합체.

[0014] 항 3.

[0015] 케라틴이 천연 케라틴, 가수 분해 케라틴, 카티온화 가수 분해 케라틴 및 실릴화 가수 분해 케라틴으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 항 1 또는 2에 기재된 입상 복합체.

[0016] 항 4.

[0017] 케라틴 함유량이 0.05~5질량%인 항 1 내지 3 중 어느 한 항에 기재된 입상 복합체.

[0018] 항 5.

[0019] 1차 입자 직경이 0.1~5 $\mu$ m인 항 1 내지 4 중 어느 한 항에 기재된 입상 복합체.

[0020] 항 6.

[0021] 케라틴이 양모 유래 카티온화 가수 분해 케라틴, 양모 유래 실릴화 가수 분해 케라틴 및 우모 유래 가수 분해 케라틴으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종이고, 또한 수평균 분자량이 500~2000인 항 1 내지 5 중 어느 한 항에 기재된 입상 복합체.

[0022] 항 7.

[0023] 항 1 내지 6 중 어느 한 항에 기재된 입상 복합체를 포함하는 외용 조성물.

[0024] 항 8.

[0025] 화장품 조성물, 의약부외품 조성물, 또는 의약품 조성물인 항 7에 기재된 외용 조성물.

[0026] 항 9.

[0027] 항 6에 기재된 입상 복합체와 실리콘을 함유하는 조성물.

[0028] 항 10.

[0029] 실리콘 필름인 항 9에 기재된 조성물.

**발명의 효과**

[0030] 본 발명에 관련되는 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체는 육각판상 산화아연 입자 그 자체에 비해 더욱 우수한 매끈함 및 낮은 까슬까슬한 느낌을 이룬다. 또한, 육각판상 산화아연 그 자체와 대략 동등 또는 그 이상의 근적외선 반사 효과도 이룰 수 있다. 이 때문에, 특히 외용 조성물로의 배합 등에 바람직하게 이용할 수 있다.

[0031] 또한, 특정한 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체에 대해서는, 실리콘과의 혼합 조성물로 한 경우에 특히 우수한 근적외선 차광 효과를 이룰 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0032] 도 1은 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체 및 육각판상 산화아연 입자 그 자체에 대하여 분광 반사율을 측정된 결과를 도시한다.

도 2는 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체 및 육각판상 산화아연 입자 그 자체에 대하여 분광 반사율을 측정된 결과를 도시한다.

도 3은 각종 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체 및 육각판상 산화아연 입자 그 자체에 대하여, 실리콘 고무와 혼합하여 건조 도막을 조제하고, 해당 도막의 차폐율을 측정된 결과를 도시한다.

도 4는 각종 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체 및 육각판상 산화아연 입자 그 자체에 대하여, 실리콘 고무와 혼합하여 건조 도막을 조제하고, 해당 도막의 차폐율을 측정된 결과를 도시한다.

도 5는 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체 및 육각판상 산화아연 입자 그 자체에 대하여, 실리콘 고무와 혼합하여 건조 도막을 조제하고, 해당 도막의 차폐율을 측정된 결과를 도시한다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0033] 이하, 본 발명의 각 실시 형태에 대하여 더욱 상세히 설명한다.

[0034] 본 발명에 포함되는 입상 복합체는 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함한다.

[0035] 케라틴으로서는, 특별히 제한은 되지 않지만, 특히, 화장품 소재(예를 들면, 피부 컨디셔닝제, 헤어 컨디셔닝제 등)로서 이용되는 공지의 각종 케라틴을 이용할 수 있다. 이와 같은 케라틴으로서는, 예를 들면, 천연 케라틴, 가수 분해 케라틴, 카티온화 가수 분해 케라틴, 실릴화 가수 분해 케라틴 등을 들 수 있다. 가수 분해 케라틴으로서는, 케라틴 단백질을 산, 알칼리, 또는 효소 등에 의해 가수 분해한 것을 들 수 있다. 또한, 가수 분해 케라틴을 변성제 등에 의해 카티온화 또는 실릴화시키거나, 또는 미리 변성시킨 카티온화 케라틴 단백질 또는 실릴화 케라틴 단백질을 가수 분해시켜서 카티온화 가수 분해 케라틴, 실릴화 가수 분해 케라틴을 조제할 수 있다. 카티온화 가수 분해 케라틴으로서는, 예를 들면, 히드록시프로필트리모늄 가수 분해 케라틴, 스테아르디모늄히드록시프로필 가수 분해 케라틴, 라우릴디모늄히드록시프로필 가수 분해 케라틴 등을 들 수 있다. 또한, 실릴화 가수 분해 케라틴으로서는, 예를 들면(디히드록시메틸실릴프로폭시)히드록시프로필 가수 분해 케라틴 등을 들 수 있다.

[0036] 케라틴의 평균 분자량으로서는, 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면, 100~50000 정도가 바람직하다. 200~40000 정도가 보다 바람직하다. 가수 분해되어 평균 분자량이 작아져 있는 케라틴이 바람직하고, 예를 들면, 300~5000 정도가 바람직하고, 400~3000 정도가 보다 바람직하고, 500~2000 정도가 더욱 바람직하다. 해당 평균 분자량은 수평균 분자량이다. 또한, 각 화장품 소재 메이커로부터의 시판품에 대해서는, 수평균 분자량값이 제공되어 있고, 본 발명에서의 케라틴의 평균 분자량으로서, 해당 메이커 제공의 수평균 분자량값을 바람직하게 이용할 수 있다.

[0037] 케라틴의 원료도 특별히 제한되지 않지만, 화장품 소재로서 이용되는 공지의 각종 케라틴은 예를 들면, 양모 또는 우모로 조제되어 있고, 본 발명에서도 양모 또는 우모로 조제된 케라틴을 바람직하게 이용할 수 있다.

- [0038] 또한, 실리콘 고무와 혼합하여 입상 복합체를 이용하는 경우에는, 해당 입상 복합체에 포함되는 케라틴은 양모 유래 카티온화 가수 분해 케라틴, 양모 유래 실릴화 가수 분해 케라틴 및 우모 유래 가수 분해 케라틴인 것이 바람직하다. 또한, 이 경우, 케라틴은 평균 분자량이 500~2000인 것이 바람직하다. 600~1800이 보다 바람직하고, 700~1500이 더욱 바람직하다. 해당 평균 분자량은 상기와 마찬가지로 수평균 분자량이다.
- [0039] 케라틴은 1종 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 이용할 수 있다.
- [0040] 육각판상 산화아연 입자로서는, 1차 입자 직경이 0.1~10 $\mu\text{m}$ 인 것이 바람직하고, 0.1~5 $\mu\text{m}$ 인 것이 보다 바람직하고, 0.2~4 $\mu\text{m}$ 인 것이 더욱 바람직하고, 0.5~3 $\mu\text{m}$ 인 것이 더한층 바람직하다. 이와 같은 1차 입자 직경이면, 높은 매끈함, 낮은 까슬까슬한 느낌을 가지고, 또한 근적외선 반사 효과에 의해 우수한 것으로 된다.
- [0041] 또한, 육각판상 산화아연 입자의 1차 입자 직경은 주사형 전자 현미경(SEM)(예를 들면, JSM-6510A: 일본 전자사제)으로 촬영한 사진의 2000~50000배의 시야에서의 대각선 직경(육각판상면의 3개의 대각선 중의 임의의 1개의 대각선의 길이)( $\mu\text{m}$ )을 입자 100개분에 대하여 측정하고, 그 누적 분포의 50%에서 구한 값이다.
- [0042] 또한, 육각판상 산화아연 입자는 에스펙트비가 2.5 이상인 것이 바람직하다. 에스펙트비는 2.7 이상인 것이 보다 바람직하고, 3.0 이상인 것이 더욱 바람직하다. 에스펙트비가 2.5 이상인 판상(板狀)인 것에 의해, 형상에 유래하는 보다 높은 매끈함이나 낮은 까슬까슬한 느낌, 보다 높은 근적외선 반사 효과를 가지는 것으로 된다.
- [0043] 또한, 해당 에스펙트비는 주사형 전자 현미경(SEM)(예를 들면, JSM-6510A: 일본 전자사제)으로 육각판상 산화아연 입자를 촬영한 사진의 2000~50000배의 시야에 있어서, 육각판상 표면이 바로 앞을 향해 있는 입자에 대하여 그 대각선 직경(육각판상 산화아연 입자의 경우, 육각판상면의 3개의 대각선 중의 임의의 1개의 대각선의 길이)( $\mu\text{m}$ )을 입자 100개분 측정한 평균값을 L, 육각판상 산화아연 입자의 측면이 바로 앞을 향해 있는 입자(직사각형으로 보이는 입자)에 대하여 그 두께( $\mu\text{m}$ )(직사각형의 짧은 쪽의 변의 길이)를 입자 100개분 측정한 평균값을 T로 했을 때, 그들의 값의 비(L/T)로서 구한 값이다.
- [0044] 육각판상 산화아연 입자는 예를 들면, 국제공개 제 2012/147886호, 2015/118777호 등에 개시되어 있고, 예를 들면, 이들의 문헌에 기재된 방법으로 제조할 수 있다. 보다 구체적으로는, 예를 들면, 미립자 산화아연을 아연염 수용액 중에서 숙성하는 공정을 포함하는 제조 방법에 의하여 얻을 수 있다. 이하, 해당 제조 방법에 대하여 상세히 서술한다.
- [0045] 상기 미립자 산화아연은 특별히 한정되는 것은 아니지만, 입자 직경이 0.005 $\mu\text{m}$  이상 0.2 $\mu\text{m}$  이하인 원료 산화아연을 사용하는 것이 바람직하다. 상기 원료 산화아연의 입자 직경은 BET법에 의하여 구해지는 비표면적과 동일한 표면적을 가지는 구(球)의 직경에 상당한다. 즉, 입자 직경은 BET법에 의해 측정하여 구한 비표면적: Sg와, 산화아연의 진비중(true specific gravity):  $\rho$ 로부터, 하기 계산식에 의해 구한 값이다. BET법에 의한 측정에는, 전자동 BET 비표면적 측정 장치(예를 들면, Macsorb Model HM-1200(Mountech사제))를 이용할 수 있다.
- [0046] 입자 직경( $\mu\text{m}$ )= $[6/(Sg \times \rho)]$
- [0047] (Sg( $\text{m}^2/\text{g}$ ): 비표면적,  $\rho$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ): 입자의 진비중)
- [0048] 또한, 해당 계산에 있어서, 입자의 진비중:  $\rho$ 는 산화아연의 진비중의 값인 5.6을 이용했다.
- [0049] 상기 원료 산화아연으로서 특별히 한정되지 않고, 공지된 방법에 의하여 제조된 산화아연을 사용할 수 있다. 시판의 것으로서는, 예를 들면, 사카이 화학 공업사제 FINEX-75, FINEX-50, FINEX-30, SF-15, 미세 산화아연 등을 들 수 있다.
- [0050] 육각판상 산화아연 입자는 상기 미립자 산화아연을 아연염 수용액 중에서 숙성시켜서 얻을 수 있다. 즉, 아연염 수용액 중에 상기한 미립자 산화아연을 분산시키고, 그 상태에서 가열하여 결정 성장시킴으로써 얻을 수 있다.
- [0051] 상기 아연염 수용액에서의 아연염은 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 아세트산아연, 질산아연, 황산아연, 염화아연, 포름산아연 등의 아연염 화합물을 들 수 있다. 아연염 수용액 중에서도, 특히 아세트산아연 수용액을 사용한 경우에 적합한 본 발명의 특정한 육각판상 산화아연 입자가 얻어진다.
- [0052] 또한, 이들의 아연염 수용액은 산화아연과 산과 물을 혼합하여 산화아연을 산(酸) 가수 분해함으로써 조제한 것이어도 좋다. 아연염 수용액을 산화아연과 산과 물로 조제할 때에 사용하는 산화아연의 입자 형상, 입자 직경은 특별히 한정되지 않지만, 불순물을 가능한 한 적게 한다는 관점에서, 산화아연의 Zn순도는 95% 이상인 것이

바람직하다. 또한, 산으로서는, 예를 들면, 아세트산, 질산, 황산, 염산, 포름산, 시트르산, 옥살산, 프로피온산, 말론산, 락트산, 타르타르산, 글루콘산, 석신산 등을 들 수 있다. 특히, 아세트산을 사용한 경우에 적합하게 본 발명의 특정한 육각판상 산화아연 입자가 얻어진다. 이들의 아연염 수용액 중, 2종 또는 그 이상을 병용하여 사용해도 좋다.

- [0053] 아연염 수용액 중의 아연염 농도는 0.1mol/l을 넘고, 4.0mol/l 이하인 것이 바람직하고, 특히, 아세트산아연 수용액을 이용하는 경우, 해당 수용액 중의 아세트산아연 농도는 0.2mol/l을 넘고, 2.0mol/l 이하인 것이 바람직하다.
- [0054] 상기 아연염 수용액은 본 발명의 효과를 손상하지 않는 범위에서 아연염, 물 이외의 성분을 소량 함유해도 좋다. 예를 들면, 분산제 등을 함유할 수도 있다.
- [0055] 아연염 수용액 중에 미립자 산화아연을 첨가하여 슬러리로 하는 경우, 슬러리 전량에 대하여 미립자 산화아연의 농도가 10~500g/l인 것이 바람직하다.
- [0056] 상기 숙성 시에는, 본 발명의 효과를 손상하지 않는 범위에서 미립자 산화아연, 아연염, 물 이외의 성분을 소량 첨가해도 좋다. 예를 들면, 분산제 등을 첨가할 수도 있다.
- [0057] 숙성은 45~110℃에서 실시하는 것이 바람직하다. 숙성 시간은 0.5~24시간을 들 수 있다. 숙성 온도, 숙성 시간, 원료 산화아연 농도, 아연염 농도 등의 조건에 따라서 입자 직경의 조정을 도모할 수 있기 때문에 이들의 조건에 대해서는, 목적으로 하는 육각판상 산화아연 입자에 따라서 적절히 설정하여 실시하는 것이 바람직하다.
- [0058] 이와 같이 하여 얻어진 육각판상 산화아연 입자는 필요에 따라서 여과, 수세, 건조 등의 후처리를 실시해도 좋다.
- [0059] 상기 방법에 의하여 제조된 육각판상 산화아연 입자는 필요에 따라서 분급되어도 좋다. 해당 분급으로서는, 예를 들면, 체에 의한 분급을 들 수 있다. 체에 의한 분급 방법으로서, 예를 들면, 습식 분급, 건식 분급을 들 수 있다. 또한, 습식 분쇄, 건식 분쇄 등의 처리를 실시해도 좋다.
- [0060] 상기의 제조 방법은 소성 처리를 실시하지 않고 육각판상 산화아연 입자를 얻을 수 있는 것이지만, 상기한 방법에 의하여 얻어진 육각판상 산화아연 입자에 소성 처리를 실시해도 지장 없다. 소성 시에는, 공지의 임의의 장치를 이용한 방법을 들 수 있고, 처리 조건 등도 특별히 한정되지 않는다.
- [0061] 또한, 육각판상 산화아연 입자로서는, 시판품을 이용할 수도 있다. 예를 들면, 육각판상 산화아연 XZ시리즈(사카이 화학 공업사제)를 바람직하게 이용할 수 있고, 그 중에서도, XZ-1000F, XZ-2000F 및 XZ-3000F 등을 보다 바람직하게 이용할 수 있다. 또한, 해당 시판품의 평균 입자 직경 카탈로그값은 레이저 회절식 입도 분포 장치에 의한 측정값이기 때문에 본 발명에서의 평균 입자 직경값과는 다르다.
- [0062] 육각판상 산화아연 입자는 1종 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 이용할 수 있다.
- [0063] 본 발명에 관련되는 입상 복합체는 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 바, 케라틴이 육각판상 산화아연 입자 표면에 구비되어 있는 것이 바람직하다. 특히, 육각판상 산화아연 입자의 판의 표면에 케라틴이 존재하는 것이 바람직하다.
- [0064] 케라틴을 육각판상 산화아연 입자 표면에 구비시키는 방법(바꾸어 말하면, 육각판상 산화아연 입자 표면의 케라틴 처리 방법)으로서, 예를 들면, 육각판상 산화아연 입자 및 케라틴을 함유하는 슬러리를 건조시키는 공정을 가지는 방법을 들 수 있다. 보다 상세하게는, 예를 들면, 육각판상 산화아연 및 물을 혼합하여 슬러리를 조제하고, 해당 슬러리를 교반하면서 케라틴을 특정량(예를 들면, 산화아연 및 케라틴 합계량에 대하여 케라틴의 첨가량이 0.5~10질량% 또는 1~8질량% 정도로 되도록) 첨가하고, 특정 시간(예를 들면, 30~120분 정도) 숙성시키고, 필요에 따라서 여과 및 수세를 실시하고, 또한 건조(예를 들면, 30~50℃에서 12~24시간 정도)시킴으로써 케라틴을 육각판상 산화아연 입자 표면에 구비한 입상 복합체를 조제할 수 있다.
- [0065] 본 발명에 관련되는 입상 복합체의 케라틴 함유량은 0.05~5질량%인 것이 바람직하고, 0.8~4질량%인 것이 보다 바람직하고, 0.1~3질량%인 것이 더욱 바람직하다. 이와 같은 비율로 케라틴을 포함함으로써 매끈함, 까슬까슬한 느낌, 적외선 반사성에서 보다 우수한 효과를 얻을 수 있다. 또한, 해당 하한은 0.2, 0.3, 0.4, 또는 0.5질량%이어도 좋다. 또한, 해당 상한은 2.5, 2, 또는 1.5질량%이어도 좋다. 또한, 해당 입상 복합체의 케라틴 함유량은 다음과 같이 하여 구하는 값이다. 즉, 입상 복합체 및 그 원료의 육각판상 산화아연 입자를 각각 2g씩 도가니에 넣고, 전기로 중 500℃에서 1시간 가열하고, 가열 후의 중량을 측정한다. 그리고 입상 복합체에 포함되는 케라틴은 모두 소실되어 있고, 또한 원료인 육각판상 산화아연 입자의 감소율은 어느 쪽이든 같은 것으로

하여 입상 복합체 중의 케라틴 함유율(질량%)을 산출한다.

- [0066] 또한, 본 발명에 관련되는 입상 복합체는 표면에 케라틴을 구비하는 것이 바람직하다. 또한, 해당 입상 복합체는 육각관상 산화아연 입자 및 케라틴만으로 이루어지는 것이어도 좋고, 본 발명의 효과를 손상하지 않는 범위에서 이들 이외의 성분을 포함하는 것이어도 좋다. 다만, 복합체의 표면의 일부 또는 전부에 케라틴이 존재하고 있는 것이 바람직하다. 또한, 해당 입상 복합체 자체가 육각관상의 형상인 것이 바람직하다. 또한 예를 들면, 육각관상 산화아연 입자 및 케라틴이 적층체를 형성하고 있는 것이 바람직하다. 또한, 육각관상 산화아연 입자의 판의 표면에 케라틴이 처리되어 고정화된 것이 바람직하다. 한정적인 해석을 바라는 것은 아니지만, 복합체 자체가 육각관상인 경우, 해당 복합체가 면형상으로 부설되었을 때에는 큰 간극 없이 면을 부설하는 것이 가능하게 된다고 생각된다. 나아가서는, 해당 복합체의 케라틴이 처리된 표면이 겉으로 되도록 부설함으로써 부설한 면의 겉에는 케라틴 처리면이 형성된다고 생각되어 바람직하다.
- [0067] 또한, 해당 입상 복합체에 있어서, 육각관상 산화아연 입자 및 케라틴 이외의 성분이 포함되는 경우에는, 육각관상 산화아연 입자 및 케라틴의 사이에 존재하는 것이 바람직하다. 예를 들면, 타성분에 의해 표면 처리된 육각관상 산화아연 입자에 케라틴 처리를 실시하여 해당 입상 복합체를 조제한 경우, 육각관상 산화아연 입자 및 케라틴의 사이에 그 타성분(미리 육각관상 산화아연 입자 표면에 이루어져 있던 표면 처리에 이용한 성분)이 존재하게 된다.
- [0068] 또한, 본 명세서에 있어서, 육각관상 산화아연 입자 표면에 케라틴을 구비한 입상 복합체는 육각관상 산화아연 입자 및 케라틴의 사이에 그 타성분이 포함되는 입상 복합체도 포함하는 개념이다. 바꾸어 말하면, 육각관상 산화아연 입자 표면에 케라틴을 구비한 입상 복합체는 입상 복합체의 표면에 케라틴을 구비하고 있으면, 케라틴은 육각관상 산화아연 입자 표면과 접하여 구비되어 있어도 좋고, 케라틴과 육각관상 산화아연 입자 표면의 사이에 그 타성분이 구비되어 있어도 좋다.
- [0069] 이와 같은 미리 육각관상 산화아연 입자 표면에 실시되어 있어도 좋은 표면 처리로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 규소 산화물, 규소 산화물의 수화물, 알루미늄의 산화물 및 알루미늄의 수산화물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물에 의한 피막을 형성시키는 표면 처리, 발수성 유기 화합물에 의한 표면 처리, 실란 커플링제, 티탄 커플링제 등의 커플링제에 의한 표면 처리 등을 들 수 있다. 이들의 2종 이상의 표면 처리를 조합하여 실시하는 것이어도 좋다.
- [0070] 상기 규소 산화물, 규소 산화물의 수화물, 알루미늄의 산화물 및 알루미늄의 수산화물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물에 의한 피막의 형성은 Si원 화합물 및/또는 Al원 화합물을 가수 분해나 가열 분해 등에 의해 분체 표면에 석출시키는 등의 방법으로 실시할 수 있다. 상기 Si원 화합물 및/또는 Al원 화합물로서는, 테트라알콕시실란이나 그 가수 분해 축합물, 규산나트륨, 규산칼륨, 알루미늄알콕시드나 그 가수 분해 축합물, 알루미늄산나트륨 등, 용이하게  $SiO_2$ 나  $Al(OH)_3$ ,  $Al_2O_3$ 로 변환하는 화합물 등을 사용할 수 있다.
- [0071] 상기 가수 분해로서는 특별히 한정되지 않지만, 황산, 염산, 아세트산, 질산 등의 산을 사용한 방법을 들 수 있다. 이 수분산체를 이용한 실리카의 처리 방법에서의 중화 방법은 육각관상 산화아연 입자를 함유하는 분산체에 산을 넣고나서 Si원 화합물 및/또는 Al원 화합물을 첨가하는 방법, 분산체에 Si원 화합물 및/또는 Al원 화합물을 넣고나서 산을 첨가하는 방법, 분산체에 Si원 화합물 및/또는 Al원 화합물과 산을 동시에 첨가하는 방법 중 어느 쪽이어도 좋다.
- [0072] 상기 발수성 유기 화합물에 의한 처리로서는 특별히 한정되는 것은 아니지만, 예를 들면, 실리콘 오일, 알킬실란, 알킬티타네이트, 알킬알루미늄에이트, 폴리올레핀, 폴리에스테르, 금속 비누, 아미노산, 아미노산염 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 화학적인 안정성에서 실리콘 오일이 바람직하다. 이 실리콘 오일의 구체예로서는, 디메틸폴리실록산(예를 들면, 신에츠 화학 공업제 KF-96A-100cs, 아사히 가세이 와커 실리콘제 DM10), 메틸하이드로젠폴리실록산(예를 들면, 신에츠 화학 공업제 KF-99P, 도레·다우 코닝제 SH1107C), (디메티콘/메티콘)코폴리머(예를 들면, 신에츠 화학 공업제 KF-9901), 메틸페닐실리콘(예를 들면, 신에츠 화학 공업제 KF-50-100cs), 아미노 변성 실리콘(예를 들면, 신에츠 화학 공업제 KF-8015, 도레·다우 코닝제 JP-8500 Conditioning Agent, 아사히 가세이 와커 실리콘제 ADM6060), 트리에톡시실릴에틸폴리디메틸실록시에틸디메티콘(예를 들면, 신에츠 화학 공업제 KF-9908), 트리에톡시실릴에틸폴리디메틸실록시에틸헥실디메티콘(예를 들면, 신에츠 화학 공업제 KF-9909)에 의한 처리 등을 들 수 있다.
- [0073] 상기 실란 커플링제에 의한 처리로서는, 비닐트리스(2-메톡시에톡시)실란, 비닐트리클로로실란, 비닐트리에톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 2-(3, 4에폭시시클로헥실)에틸트리메톡시실란, 3-글리시도시프로필트리메톡시실란,

3-글리시독시프로필메틸디에톡시실란, 3-글리시독시프로필트리에톡시실란, p-스티릴트리메톡시실란, 3-메타크릴록시프로필메틸디메톡시실란, 3-메타크릴록시프로필트리메톡시실란, 3-메타크릴록시프로필메틸디에톡시실란, 3-메타크릴록시프로필트리에톡시실란, 3-아크릴록시프로필트리메톡시실란, N-2(아미노에틸)3-아미노프로필메틸디메톡시실란, N-2(아미노에틸)3-아미노프로필트리메톡시실란, N-2(아미노에틸)3-아미노프로필트리에톡시실란, 3-아미노트리에톡시실란, 3-트리에톡시실릴-N-(1, 3-디메틸-부틸리덴)프로필아민, N-페닐-3-아미노프로필트리메톡시실란, N-(비닐벤질)-2-아미노에틸-3-아미노프로필트리메톡시실란 염산염, 3-우레이도프로필트리에톡시실란, 3-클로로프로필트리메톡시실란, 3-메르캅토프로필메틸디메톡시실란, 3-메르캅토프로필트리메톡시실란, 비스(트리에톡시실릴프로필)테트라설피드, 3-이소시아네이트프로필트리에톡시실란, 테트라메톡시실란, 테트라에톡시실란, 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 페닐트리에톡시실란, 헥사메틸디실라잔, 헥실트리메톡시실란, 데실트리메톡시실란을 들 수 있다.

[0074] 상기 티탄 커플링제에 의한 처리로서는, 테트라이소프로필티타네이트, 테트라노르말부틸티타네이트, 부틸티타네이트다이머, 테트라(2-에틸헥실)티타네이트, 테트라메틸티타네이트, 티탄아세틸아세토네이트, 티탄테트라아세틸아세토네이트, 티탄에틸아세토아세테이트, 티탄옥탄디올레이트, 티탄라테이트, 티탄트리에탄올아미네이트, 폴리히드록시티탄스테아레이트를 들 수 있다.

[0075] 상기 표면 처리(케라틴 처리 전에 미리 육각판상 산화아연 입자 표면에 이루어지는 표면 처리)를 실시하는 경우에는, 표면 처리는 처리 후의 분체의 전량에 대하여 0.1~30중량%로 되는 비율로 실시하는 것이 바람직하다. 해당 범위 내의 것으로 함으로써 미끄럼성이 향상되고, 또한 내습성이 향상되고, 수지로의 분산성이 향상된다는 점에서 바람직하다.

[0076] 본 발명에 관련되는 입상 복합체의 1차 입자 직경으로서, 상기한 육각판상 산화아연 입자의 1차 입자 직경과 동등한 것이 바람직하고, 그 중에서도, 0.1~5 $\mu\text{m}$ 인 것이 바람직하고, 0.2~4 $\mu\text{m}$ 인 것이 보다 바람직하고, 0.5~3 $\mu\text{m}$ 인 것이 더욱 바람직하다. 이와 같은 1차 입자 직경이면, 보다 높은 매끈함, 낮은 까슬까슬한 느낌을 가지고, 또한 근적외선 반사 효과에 의해 우수한 것으로 된다. 또한, 해당 상한은 2.5 $\mu\text{m}$ , 2 $\mu\text{m}$ , 1.5 $\mu\text{m}$ , 또는 1 $\mu\text{m}$ 이어도 좋다.

[0077] 또한, 입상 복합체의 1차 입자 직경은 주사형 전자 현미경(SEM)(예를 들면, JSM-6510A: 일본 전자사제)으로 촬영한 사진의 2000~50000배의 시야에서의 대각선 직경(특히, 입상 복합체가 육각판상의 형상인 경우, 육각판상면의 3개의 대각선 중의 임의의 1개의 대각선의 길이)( $\mu\text{m}$ )을 입자 100개분에 대하여 측정하고, 그 누적 분포의 50%에서 구한 값이다.

[0078] 또한, 본 발명에 관련되는 입상 복합체는 애스펙트비가 2.5 이상인 것이 바람직하다. 애스펙트비는 2.7 이상인 것이 보다 바람직하고, 3.0 이상인 것이 더욱 바람직하다. 애스펙트비가 2.5 이상의 판상인 것에 의해, 형상에 유래하는 보다 높은 매끈함이나 낮은 까슬까슬한 느낌, 보다 높은 근적외선 반사 효과를 가지는 것으로 된다.

[0079] 또한, 입상 복합체가 육각판상의 형상인 경우에, 해당 애스펙트비는 주사형 전자 현미경(SEM)으로 육각판상 입상 복합체를 촬영한 사진의 2000~50000배의 시야에 있어서, 육각판상의 입상 복합체의 표면이 바로 앞을 향해 있는 입자에 대하여 그 대각선 직경(육각판상면의 3개의 대각선 중의 임의의 1개의 대각선의 길이)( $\mu\text{m}$ )을 입자 100개분 측정한 평균값을 L, 육각판상의 입상 복합체의 측면이 바로 앞을 향해 있는 입자(직사각형으로 보이는 입자)에 대하여 그 두께( $\mu\text{m}$ )(직사각형의 짧은 쪽의 변의 길이)를 입자 100개분 측정한 평균값을 T로 했을 때, 그들의 값의 비(L/T)로서 구한 값이다.

[0080] 본 발명에 관련되는 입상 복합체는 예를 들면, 외용 조성물에 배합하는 등으로서 이용한 경우, 우수한 매끈함 및 낮은 까슬까슬한 느낌을 이룰 수 있다. 구체적으로는, 본 발명에 관련되는 입상 복합체(분체)는 작은 MIU(평균 마찰 계수) 및 작은 MMD(마찰 계수의 평균 편차)를 나타낸다. MIU(평균 마찰 계수)의 값이 작을수록 미끄럼성이 좋아서 미끄러지기 쉬운 것을 의미한다. 또한, MMD(마찰 계수의 평균 편차)의 값이 작을수록 까슬까슬한 느낌이 적은 것을 의미한다. 또한, 여기에서의 비교 대상은 입상 복합체의 원료로서 이용한 육각판상 산화아연 입자 그 자체이다. 보다 구체적으로 서술하면, 본 발명에 관련되는 입상 복합체(분체)는 해당 입상 복합체의 원료로서 이용한 육각판상 산화아연 입자(분체)에 비하여 작은 MIU(평균 마찰 계수) 및 MMD(마찰 계수의 평균 편차)를 나타낸다는 것이다.

[0081] 예를 들면, 특별히 제한되지 않지만, 본 발명에 관련되는 입상 복합체(분체)는 MIU가 1.15 이하인 것이 바람직하고, 1.1 이하인 것이 보다 바람직하고, 1.05 이하인 것이 더욱 바람직하다. 또한, MMD가 0.05 이하인 것이 바람직하다. MMD는 0.04 이하, 또는 0.03 이하이면 보다 바람직하다. 이들의 MIU값 및 MMD값을 함께 만족하는

것이 그 중에서도 바람직하다.

- [0082] MIU값 및 MMD값은 다음과 같이 하여 측정된 값이다. 즉, 마찰감 테스터(예를 들면, KES-SE마찰감 테스터(가토테크사제))를 이용하여 양면 테이프 상에 펼친 입상 복합체(분체)에 대해, 마찰 측정 하중 25gf, 표면 측정 시료 이동 속도 1mm/sec, 측정 거리 범위 20mm의 조건으로 MIU 및 MMD를 측정하여 얻어진 값이다.
- [0083] 본 발명에 관련되는 입상 복합체는 그 밖의 성분과 혼합하여 예를 들면, 외용 조성물(예를 들면, 의약품, 의약부외품 및 화장품), 잉크, 도료, 플라스틱 등에 배합할 수도 있다. 특히, 상기의 특성을 가지고 있기 때문에 미끄럼성이 좋고 까슬까슬함도 적다는 우수한 분체 감촉을 가지는 외용 조성물을 얻을 수 있는 점에서 바람직한 것이다. 그 중에서도, 화장품에 배합하여 이용하는 데 적합하다.
- [0084] 상기 화장품으로서는 특별히 한정되지 않고, 이와 같은 분체에 필요에 따라서 화장품 원료를 혼합함으로써 선스크린제 등의 자외선 방어용 화장품; 파운데이션 등의 베이스 메이크 화장품; 립스틱 등의 포인트 메이크 화장품; 화장수, 크림 등의 스킨 케어 화장품, 트리트먼트, 스타일링제 등의 헤어 케어 화장품 등을 얻을 수 있다. 또한, 본 발명의 육각판상 산화아연 입자는 상기한 우수한 분체 감촉에 추가하여, 자외선 흡수능도 겸비하고 있는 이유에서, 화장품에 사용한 경우에 우수한 성능을 가지는 것이다. 상기 화장품은 예를 들면, 유성 화장품, 수성 화장품, O/W형 화장품, W/O형 화장품 등의 임의의 형태로 할 수 있다.
- [0085] 상기 화장품은 화장품 분야에서 사용할 수 있는 임의의 수성 성분, 유성 성분을 병용하는 것이어도 좋다. 상기 수성 성분 및 유성 성분으로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 유제, 계면 활성제, 보습제, 고급 알코올, 금속 이온 봉쇄제, 천연 및 합성 고분자, 수용성 및 유용성 고분자, 자외선 차폐제, 각종 추출액, 유기 염료 등의 색제, 방부제, 산화 방지제, 색소, 증점제, pH조정제, 향료, 냉감제, 제한제, 살균제, 피부 부활제, 각종 분체 등의 성분을 함유하는 것이어도 좋다.
- [0086] 상기 유제는 특별히 한정되지는 않지만, 예를 들면, 천연 동식물 유지(예를 들면, 올리브유, 밍크유, 피마자유, 팜유, 우지, 월견초유, 야자유, 카카오유, 마카다미아너츠유 등); 왁스(예를 들면, 호호바유, 밀랍, 라놀린, 카르나우바 왁스, 칸데릴라 왁스 등); 고급 알코올(예를 들면, 라우릴알코올, 스테아릴알코올, 세틸알코올, 올레일알코올 등); 고급 지방산(예를 들면, 라우르산, 팔미트산, 스테아르산, 올레인산, 베헤닌산, 라놀린 지방산 등); 고급 지방족 탄화수소(예를 들면, 유동 파라핀, 고형 파라핀, 스쿠알란, 바셀린, 세레신, 마이크로크리스탈린 왁스 등); 합성 에스테르유(예를 들면, 부틸스테아레이트, 헥실라우레이트, 디이소프로필아디페이트, 디이소프로필세바케이트, 미리스탄산옥틸도데실, 이소프로필미리스테이트, 이소프로필팔미테이트, 이소프로필미리스테이트, 세틸이소옥타노에이트, 디카프르산네오펜틸글리콜); 실리кон 유도체(예를 들면, 메틸실리кон, 메틸페닐실리кон 등의 실리кон유) 등을 예시할 수 있다. 또한, 유용성의 비타민, 방부제, 미백제 등을 배합할 수도 있다.
- [0087] 상기 계면 활성제로서는, 친유성 비이온 계면 활성제, 친수성 비이온 계면 활성제 등을 들 수 있다. 상기 친유성 비이온 계면 활성제로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 소르비탄모노올레에이트, 소르비탄모노이소스테아레이트, 소르비탄모노라우레이트, 소르비탄모노팔미테이트, 소르비탄모노스테아레이트, 소르비탄세스키올레에이트, 소르비탄트리올레에이트, 펜타-2-에틸헥실산디글리세롤소르비탄테트라-2-에틸헥실산디글리세롤소르비탄 등의 소르비탄 지방산 에스테르류, 모노 면실유 지방산 글리세린, 모노에루카산글리세린, 세스키올레인산글리세린, 모노스테아르산글리세린,  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -올레인산피로글루타민산글리세린, 모노스테아르산글리세린말산 등의 글리세린폴리글리세린 지방산류, 모노스테아르산프로필렌글리콜 등의 프로필렌글리콜 지방산 에스테르류, 경화 피마자유 유도체, 글리세린알킬에테르 등을 들 수 있다.
- [0088] 친수성 비이온 계면 활성제로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, POE소르비탄모노올레에이트, POE소르비탄모노스테아레이트, POE소르비탄테트라올레에이트 등의 POE소르비탄 지방산 에스테르류, POE소르비탄모노라우레이트, POE소르비탄모노올레에이트, POE소르비탄펜타올레에이트, POE소르비탄모노스테아레이트 등의 POE소르비탄 지방산 에스테르류, POE글리세린모노스테아레이트, POE글리세린모노이소스테아레이트, POE글리세린트라이소스테아레이트 등의 POE글리세린 지방산 에스테르류, POE모노올레에이트, POE디스테아레이트, POE디올레에이트, 디스테아르산에틸렌글리콜 등의 POE지방산 에스테르류, POE라우릴에테르, POE올레일에테르, POE스테아릴에테르, POE베헤닐에테르, POE2-옥틸도데실에테르, POE콜레스탄올에테르 등의 POE알킬에테르류, POE옥틸페닐에테르, POE노닐페닐에테르, POE디노닐페닐에테르 등의 POE알킬페닐에테르류, 플루로닉 등의 플루로닉형류, POE·POP세틸에테르, POE·POP2-테실테트라데실에테르, POE·POP모노부틸에테르, POE·POP수소 첨가 라놀린, POE·POP글리세린에테르 등의 POE·POP알킬에테르류, 테트로닉 등의 테트라POE·테트라POP에틸렌디아민 축합물류, POE피마자유, POE경화 피마자유, POE경화 피마자유 모노이소스테아레이트, POE경화 피마자유 트라이소스테아레이트, POE경화 피마자유 모노피로글루타민산모노이소스테아르산디에스테르, POE경화 피마자유 말레인산 등의 POE피마자유 경화

피마자유 유도체, POE소르비트밀랍 등의 POE밀랍·라놀린 유도체, 야자유 지방산 디에탄올아미드, 라우르산모노에탄올아미드, 지방산 이소프로판올아미드 등의 알칸올아미드, POE프로필렌글리콜 지방산 에스테르, POE알킬아민, POE지방산 아미드, 수크로오스 지방산 에스테르, POE노닐페닐포름알데히드 축합물, 알킬에톡시디메틸아민옥시드, 트리올레일인산 등을 들 수 있다.

[0089] 그 밖의 계면 활성제로서는, 예를 들면, 지방산 비누, 고급 알킬황산에스테르염, POE라우릴황산트리에탄올아민, 알킬에테르황산에스테르염 등의 어니온 계면 활성제, 알킬트리메틸암모늄염, 알킬피리디늄염, 알킬4급암모늄염, 알킬디메틸벤질암모늄염, POE알킬아민, 알킬아민염, 폴리아민 지방산 유도체 등의 카티온 계면 활성제 및 이미다졸린계 양성 계면 활성제, 베타인계 계면 활성제 등의 양성 계면 활성제를 안정성 및 피부 자극성에 문제가 없는 범위에서 배합해도 좋다.

[0090] 상기 보습제로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 크실리톨, 소르비톨, 말티톨, 콘드로이틴황산, 히알루론산, 무코이틴황산, 카론산, 아텔로콜라겐, 콜레스테릴-12-히드록시스테아레이트, 락트산나트륨, 담즙산염, dl-피롤리돈카르복시산염, 단쇄 가용성 콜라겐, 디글리세린(EO) PO부가물, 밤송이 장미 추출물, 서양 톱풀 추출물, 진동싸리 추출물 등을 들 수 있다.

[0091] 상기 고급 알코올로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 라우릴알코올, 세틸알코올, 스테아릴알코올, 베헤닐알코올, 미리스틸알코올, 올레일알코올, 세토스테아릴알코올 등의 직쇄 알코올, 모노스테아릴글리세린에테르(바틸알코올), 2-데실테트라데칸올, 라놀린알코올, 콜레스테롤, 피토스테롤, 핵실도데칸올, 이소스테아릴알코올, 옥틸도데칸올 등의 분기쇄 알코올 등을 들 수 있다.

[0092] 금속 이온 봉쇄제로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 1-히드록시에탄-1, 1-디포스폰산, 1-히드록시에탄-1, 1-디포스폰산4나트륨염, 시트르산나트륨, 폴리인산나트륨, 메타인산나트륨, 글루콘산, 인산, 시트르산, 아스코르브산, 석신산, 에데트산 등을 들 수 있다.

[0093] 상기 천연의 수용성 고분자로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 아라비아검, 트라가칸트검, 갈락탄, 구아검, 캐러브검, 카라야검, 카라기난, 펙틴, 한천, 킨시드(마르멜로), 헤조류콜로이드(갈조 엑스), 전분(쌀, 옥수수, 감자, 밀), 감초산 등의 식물계 고분자, 크산탄검, 텍스트란, 석시노글리칸, 폴루란 등의 미생물계 고분자, 콜라겐, 카제인, 알부민, 젤라틴 등의 동물계 고분자를 들 수 있다. 반합성의 수용성 고분자로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 카르복시메틸 전분, 메틸히드록시프로필 전분 등의 전분계 고분자, 메틸셀룰로오스, 니트로셀룰로오스, 에틸셀룰로오스, 메틸히드록시프로필셀룰로오스, 히드록시에틸셀룰로오스, 셀룰로오스황산나트륨, 히드록시프로필셀룰로오스, 카르복시메틸셀룰로오스나트륨(CMC), 결정 셀룰로오스, 셀룰로오스말 등의 셀룰로오스계 고분자, 알긴산나트륨, 알긴산프로필렌글리콜에스테르 등의 알긴산계 고분자 등을 들 수 있다.

[0094] 합성의 수용성 고분자로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 폴리비닐알코올, 폴리비닐메틸에테르, 폴리비닐피롤리돈 등의 비닐계 고분자, 폴리에틸렌글리콜 20,000, 40,000, 60,000 등의 폴리옥시에틸렌계 고분자, 폴리옥시에틸렌폴리옥시프로필렌 공중합체 공중합체 고분자, 폴리아크릴산나트륨, 폴리에틸아크릴레이트, 폴리아크릴아미드 등의 아크릴계 고분자, 폴리글리세린, 폴리에틸렌이민, 카티온 폴리머, 카르복시비닐 폴리머, 알킬 변성 카르복시비닐 폴리머, (아크릴산히드록시에틸/아크릴로일디메틸타우린Na)코폴리머, (아크릴산Na/아크릴로일디메틸타우린Na)코폴리머, (아크릴로일디메틸타우린암모늄/비닐피롤리돈)코폴리머, (아크릴로일디메틸타우린암모늄메타크릴산베헤네스-25)크로스 폴리머 등을 들 수 있다.

[0095] 무기의 수용성 고분자로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 벤토나이트, 규산AlMg(비검(veegum)), 라포나이트, 핵토라이트, 무수 규산 등을 들 수 있다.

[0096] 자외선 차폐제로서는 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 파라아미노안식향산(이하, PABA라 약칭한다), PABA모노글리세린에스테르, N, N-디프로록시PABA에틸에스테르, N, N-디에톡시PABA에틸에스테르, N, N-디메틸PABA에틸에스테르, N, N-디메틸PABA부틸에스테르 등의 안식향산계 자외선 차폐제; 호모멘틸-N-아세틸안트라닐레이트 등의 안트라닐산계 자외선 차단제; 아밀살리실레이트, 멘틸살리실레이트, 호모멘틸살리실레이트, 옥틸살리실레이트, 페닐살리실레이트, 벤질살리실레이트, p-이소프로판올페닐살리실레이트 등의 살리실산계 자외선 차폐제; 옥틸신나메이트, 에틸-4-이소프로필신나메이트, 메틸-2, 5-디이소프로필신나메이트, 에틸-2, 4-디이소프로필신나메이트, 메틸-2, 4-디이소프로필신나메이트, 프로필-p-메톡시신나메이트, 이소프로필-p-메톡시신나메이트, 이소아밀-p-메톡시신나메이트, 2-에톡시에틸-p-메톡시신나메이트, 시클로헥실-p-메톡시신나메이트, 에틸- $\alpha$ -시아노- $\beta$ -페닐신나메이트, 2-에틸헥실- $\alpha$ -시아노- $\beta$ -페닐신나메이트, 글리세릴모노-2-에틸헥산오일-디파라메톡시신나메이트 등의 계피산계 자외선 차폐제; 2, 4-디히드록시벤조페논, 2, 2'-디히드록시-4-메톡시벤조페논, 2, 2'-디히드

록시-4, 4'-디메톡시벤조페논, 2, 2', 4, 4'-테트라히드록시벤조페논, 2-히드록시-4-메톡시벤조페논, 2-히드록시-4-메톡시-4'-메틸벤조페논, 2-히드록시-4-메톡시벤조페논-5-설포산염, 4-페닐벤조페논, 2-에틸헥실-4'-페닐-벤조페논-2-카르복실레이트, 2-히드록시-4-n-옥톡시벤조페논, 4-히드록시-3-카르복시벤조페논 등의 벤조페논계 자외선 차폐제; 3-(4'-메틸벤질리덴)-d, 1-캄퍼, 3-벤질리덴-d, 1-캄퍼, 유로카닌산, 유로카닌산에틸에스테르, 2-페닐-5-메틸벤조옥사졸, 2, 2'-히드록시-5-메틸페닐벤조트리아졸, 2-(2'-히드록시-5'-t-옥탈페닐)벤조트리아졸, 2-(2'-히드록시-5'-메틸페닐벤조트리아졸, 디벤잘아진, 디아니소일메탄, 4-메톡시-4'-t-부틸디벤조일메탄, 5-(3, 3-디메틸-2-노르보르닐리덴)-3-펜탄-2-온 등을 들 수 있다.

[0097] 그 외 약제 성분으로서 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 비타민A유, 레티놀, 팔미트산레티놀, 이노시톨, 염산피리독신, 니코틴산벤질, 니코틴산아미드, 니코틴산DL- $\alpha$ -토코페롤, 아스코르브산인산마그네슘, 2-O- $\alpha$ -D-글루코피라노실-L-아스코르브산, 비타민D2(에르고칼시페롤), d1- $\alpha$ -토코페롤, 아세트산d1- $\alpha$ -토코페롤, 판토텐산, 비오틴산 등의 비타민류; 에스트라디올, 에티닐에스트라디올 등의 호르몬; 알기닌, 아스파라긴산, 시스틴, 시스테인, 메티오닌, 세린, 로이신, 트립토판 등의 아미노산; 알란토인, 아즐렌 등의 항염증제, 아르부틴 등의 미백제; 탄닌산 등의 수렴제; L-멘톨, 캄퍼 등의 청량제나 유향, 염화피리독신 등을 들 수 있다.

[0098] 각종 추출액으로서 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 약모밀 엑스, 황백 엑스, 전동싸리 엑스, 광대수염 엑스, 감초 엑스, 작약 엑스, 비누풀 엑스, 수세미외 엑스, 기나 엑스, 바위취 엑스, 고삼 엑스, 개연꽃 엑스, 회향 엑스, 앵초 엑스, 장미 엑스, 지황 엑스, 레몬 엑스, 자근 엑스, 알로에 엑스, 창포근 엑스, 유칼리 엑스, 쇠뜨기 엑스, 세이지 엑스, 타임 엑스, 차 엑스, 해조 엑스, 오이 엑스, 정향 엑스, 산딸기 엑스, 레몬 엑스, 당근 엑스, 마로니에 엑스, 복숭아 엑스, 복숭아잎 엑스, 빵 엑스, 수레국화 엑스, 금루매 엑스, 태반 엑스, 홍선 추출물, 실크 추출액, 감초 엑스 등을 들 수 있다.

[0099] 상기 각종 분체로서는, 벵갈라, 황산화철, 흑산화철, 운모 티탄, 산화철 피복 운모 티탄, 산화티탄 피복 유리 플레이크 등의 광휘성 착색 안료, 마이카, 탭크, 고령토, 견운모, 이산화티탄, 실리카 등의 무기 분말이나 폴리 에틸렌말, 나일론말, 가교 폴리스티렌, 셀룰로오스 파우더, 실리콘말 등의 유기 분말 등을 들 수 있다. 바람직 하게는, 관능 특성 향상, 화장 지속성 향상을 위해, 분말 성분의 일부 또는 전부를 실리콘류, 불소 화합물, 금속 비누, 유제, 아실글루타민산염 등의 물질로 공지의 방법으로 소수화 처리하여 사용된다. 또한, 본 발명에 해당되지 않는 다른 복합 분체를 혼합하여 사용하는 것이어도 좋다.

[0100] 본 발명에 관련되는 입상 복합체를 잉크로의 첨가 성분으로서 사용하는 경우에는, 산화티탄, 벵갈라, 안티몬레 드, 카드뮴옐로, 코발트블루, 감청, 군청, 카본 블랙, 흑연 등의 유색 안료 및 탄산칼슘, 고령토, 점토, 황산바 립, 수산화알루미늄, 탭크 등의 체질 안료를 들 수 있다. 또한, 유기 안료로서는, 용성 아조 안료, 불용성 아 조 안료, 아조 레이크 안료, 축합 아조 안료, 동 프탈로시아닌 안료, 축합 다환 안료 등의 안료 성분; 셀락 수 지, 아크릴 수지, 스티렌-아크릴 수지, 스티렌-말레인산 수지, 스티렌-아크릴-말레인산 수지, 폴리우레탄 수지, 폴리에스테르 수지, 폴리아미드 수지 등의 바인더 수지; 물 혼화성 유기 용제 등과 병용하여 사용할 수 있다.

[0101] 본 발명에 관련되는 입상 복합체를 도료 조성물로의 첨가 성분으로서 사용하는 경우에는, 아크릴 수지, 폴리에 스테르 수지, 에폭시 수지 등의 도막 형성 수지; 착색 안료, 체질 안료, 광휘성 안료 등의 각종 안료; 경화 촉 매, 표면 조정제, 소포제, 안료 분산제, 가소제, 조막조제, 자외선 흡수제, 산화 방지제 등과 병용하여 사용할 수 있다. 또한, 도막 중의 수지는 경화성을 가지는 것이어도, 경화성을 가지지 않는 것이어도 좋다.

[0102] 본 발명은 상기한 본 발명에 관련되는 입상 복합체를 함유하는 수지 조성물도 포함한다. 이와 같은 수지 조성 물은 해당 입상 복합체가 방열성 필터로서 작용함으로써 우수한 방열성을 가지는 것으로 된다. 또한, 적외선 (특히, 근적외선) 반사능에서 우수한 것이기 때문에 이들의 성능을 가지는 수지 조성물로서 사용할 수도 있다.

[0103] 본 발명의 육각관상 산화아연 입자는 상기한 바와 같이, 적외선(특히, 근적외선) 반사 성능을 가지는 것이기 때 문에 여러 가지 분야에서의 적외선(특히, 근적외선) 차폐제로서 사용할 수도 있다.

[0104] 또한, 본 발명에 관련되는 케라틴 및 육각관상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체가, 케라틴이 특정한 케라 틴인 경우에는, 실리콘(특히, 실리콘 고무)과 혼합하여 실리콘 조성물로서 이용하는 경우에 특히 우수한 근적외 선 차광 효과를 이룰 수 있다. 해당 특정한 케라틴으로서, 예를 들면, 양모 유래 카티온화 가수 분해 케라틴, 양모 유래 실릴화 가수 분해 케라틴, 또는 우모 유래 가수 분해 케라틴이고, 또한 수평균 분자량이 500~2000인 케라틴을 들 수 있다.

[0105] 실리콘 조성물은 실리콘 및 입상 복합체 이외의 성분을 포함해도 좋다. 이와 같은 성분으로서, 예를 들면, 경화제를 들 수 있다. 경화제로서는, 예를 들면, 실리콘 고무 경화제로서 공지의 것을 이용할 수 있다. 또한,

실리콘 조성물의 형상도 특별히 제한되지 않는다. 예를 들면, 필름 형상을 들 수 있다.

[0106] 또한, 본 명세서에 있어서 "포함하는"이란, "본질적으로 이루어지는"과, "로 이루어지는"도 포함한다(The term "comprising" includes "consisting essentially of" and "consisting of.").

[0107] 실시예

[0108] 이하, 본 발명을 보다 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 하기의 예에 한정되는 것은 아니다.

[0109] 산화아연 입자로의 각종 케라틴 처리 1

[0110] (실시예 1): XZ-1000F로의 카티온화 가수 분해 케라틴 처리(5질량%)

[0111] 입자 직경 0.66 $\mu$ m의 육각판상 산화아연(XZ-1000F, 사카이 화학 공업사제) 150g을 물 750g에 첨가하고, 충분히 교반함으로써 산화아연 농도 193g/L의 수성 슬러리를 얻었다. 이어서, 슬러리를 교반하면서 산화아연 95질량%에 대하여 케라틴의 첨가량이 5질량%로 되도록 순도 15%의 카티온화 가수 분해 케라틴 수용액(스테아르디모늄히드록시프로필 가수 분해 케라틴: promois WK-SAQ, 세이와 가세이사제) 52.6g을 첨가했다. 그대로 60분간 숙성한 후, 여과, 수세를 실시하고, 40℃에서 16시간 건조시킴으로써 1차 입자 직경 0.67 $\mu$ m의 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체를 얻었다. 얻어진 입상 복합체의 사이즈 및 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다.

[0112] (실시예 2): XZ-1000F로의 실릴화 가수 분해 케라틴 처리(5질량%)

[0113] 입자 직경 0.66 $\mu$ m의 육각판상 산화아연(XZ-1000F, 사카이 화학 공업사제) 150g을 물 750g에 첨가하고, 충분히 교반함으로써 산화아연 농도 193g/L의 수성 슬러리를 얻었다. 이어서, 슬러리를 교반하면서 산화아연 95질량%에 대하여 케라틴의 첨가량이 5질량%로 되도록 순도 25%의 실릴화 가수 분해 케라틴 수용액(디히드록시메틸실릴프로폭시)히드록시프로필 가수 분해 케라틴: promois WK-HSIGF, 세이와 가세이사제) 31.6g을 첨가했다. 그대로 60분간 숙성한 후, 여과, 수세를 실시하고, 40℃에서 16시간 건조시킴으로써 1차 입자 직경 0.64 $\mu$ m의 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체를 얻었다. 얻어진 입상 복합체의 사이즈 및 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다.

[0114] (실시예 3): XZ-1000F로의 가수 분해 케라틴 처리(5질량%)

[0115] 입자 직경 0.66 $\mu$ m의 육각판상 산화아연(XZ-1000F, 사카이 화학 공업사제) 150g을 물 750g에 첨가하고, 충분히 교반함으로써 산화아연 농도 193g/L의 수성 슬러리를 얻었다. 이어서, 슬러리를 교반하면서 산화아연 95질량%에 대하여 케라틴의 첨가량이 5질량%로 되도록 가수 분해 케라틴 분체(세이와 가세이사제) 7.9g을 첨가했다. 그대로 60분간 숙성한 후, 여과, 수세를 실시하고, 40℃에서 16시간 건조시킴으로써 1차 입자 직경 0.63 $\mu$ m의 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체를 얻었다. 얻어진 입상 복합체의 사이즈 및 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다.

[0116] (실시예 4): XZ-1000F로의 천연 케라틴 처리(5질량%)

[0117] 입자 직경 0.66 $\mu$ m의 육각판상 산화아연(XZ-1000F, 사카이 화학 공업사제) 150g을 물 750g에 첨가하고, 충분히 교반함으로써 산화아연 농도 193g/L의 수성 슬러리를 얻었다. 이어서, 슬러리를 교반하면서 산화아연 95질량%에 대하여 케라틴의 첨가량이 5질량%로 되도록 순도 5%의 천연 케라틴 수용액(세이와 가세이사제) 158.0g을 첨가했다. 그대로 60분간 숙성한 후, 여과, 수세를 실시하고, 40℃에서 16시간 건조시킴으로써 1차 입자 직경 0.66 $\mu$ m의 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체를 얻었다. 얻어진 입상 복합체의 사이즈 및 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다.

[0118] (실시예 5): XZ-1000F로의 카티온화 가수 분해 케라틴 처리(1질량%)

[0119] 입자 직경 0.66 $\mu$ m의 육각판상 산화아연(XZ-1000F, 사카이 화학 공업사제) 150g을 물 750g에 첨가하고, 충분히 교반함으로써 산화아연 농도 193g/L의 수성 슬러리를 얻었다. 이어서, 슬러리를 교반하면서 산화아연 99질량%에 대하여 케라틴의 첨가량이 1질량%로 되도록 순도 15%의 카티온화 가수 분해 케라틴 수용액(스테아르디모늄히드록시프로필 가수 분해 케라틴: promois WK-SAQ, 세이와 가세이사제) 10.1g을 첨가했다. 그대로 60분간 숙성한 후, 여과, 수세를 실시하고, 40℃에서 16시간 건조시킴으로써 1차 입자 직경 0.70 $\mu$ m의 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체를 얻었다. 얻어진 입상 복합체의 사이즈 및 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다.

- [0120] (실시예 6): XZ-1000F로의 카티온화 가수 분해 케라틴 처리(10질량%)
- [0121] 케라틴의 첨가량에 대하여, 산화아연 90질량%에 대한 케라틴의 첨가량이 10질량%로 되도록 변경한 이외는, 실시예 1 및 5와 동일하게 하여 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체를 얻고, 형태 관찰 및 물성 평가를 실시했다.
- [0122] (실시예 7): XZ-1000F로의 카티온화 가수 분해 케라틴 처리(20질량%)
- [0123] 케라틴의 첨가량에 대하여, 산화아연 80질량%에 대한 케라틴의 첨가량을 20질량%로 되도록 변경한 이외는, 실시예 1 및 5와 동일하게 하여 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체를 얻고, 형태 관찰 및 물성 평가를 실시했다.
- [0124] (실시예 8): XZ-3000F로의 카티온화 가수 분해 케라틴 처리(5질량%)
- [0125] 입자 직경 2.08 $\mu\text{m}$ 의 육각판상 산화아연(XZ-3000F, 사카이 화학 공업사제) 150g을 물 750g에 첨가하고, 충분히 교반함으로써 산화아연 농도 193g/L의 수성 슬러리를 얻었다. 이어서, 슬러리를 교반하면서 산화아연 95질량%에 대하여 케라틴의 첨가량이 5질량%로 되도록 순도 15%의 카티온화 가수 분해 케라틴 수용액(스테아르디모늄히드록시프로필 가수 분해 케라틴: promois WK-SAQ, 세이와 가세이사제) 52.6g을 첨가했다. 그대로 60분간 숙성한 후, 여과, 수세를 실시하고, 40 $^{\circ}\text{C}$ 에서 16시간 건조시킴으로써 1차 입자 직경 2.15 $\mu\text{m}$ 의 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체를 얻었다. 얻어진 입상 복합체의 사이즈 및 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다.
- [0126] (비교예 1): 처리 없음 XZ-1000F
- [0127] 육각판상 산화아연(XZ-1000F, 사카이 화학 공업사제)을 비교 대상의 입자로 했다. 1차 입자 직경은 0.66 $\mu\text{m}$ 이었다. 입자의 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다. 또한, 상기의 내용으로부터 명백한 대로, 해당 입자는 실시예 1, 2, 3, 4 및 5에서 얻어진 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체의 모체로 되는 산화아연 입자이다.
- [0128] (비교예 2): 처리 없음 XZ-3000F
- [0129] 육각판상 산화아연(XZ-3000F, 사카이 화학 공업사제)을 비교 대상의 입자로 했다. 1차 입자 직경은 2.08 $\mu\text{m}$ 이었다. 입자의 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다. 또한, 해당 입자는 실시예 6에서 얻어진 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체의 모체로 되는 산화아연 입자이다.
- [0130] (비교예 3): 부정형 산화아연 입자
- [0131] 부정형 산화아연(산화아연 1종: JIS규격, 사카이 화학 공업사제)을 비교 대상의 입자로 했다. 1차 입자 직경은 0.48 $\mu\text{m}$ 이었다. 입자의 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다.
- [0132] MIU(평균 마찰 계수)의 측정
- [0133] MIU(평균 마찰 계수)는 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체를 KES-SE마찰감 테스트(가토 테크사제)로 측정했다. 구체적으로는, 슬라이드 유리에 25mm폭의 양면 테이프를 붙이고, 해당 입상 복합체(분체)를 얹고, 화장용 퍼프로 펼쳐서 KES-SE마찰감 테스트(가토 테크사제)에 의해 MIU(평균 마찰 계수)를 측정했다. 마찰 측정 하중 25gf, 표면 측정 시료 이동 속도 1mm/sec, 측정 거리 범위 20mm의 조건으로 측정을 실시했다. 센서로서는, 실리콘 접촉자(인간의 손가락을 상정한 요철이 실시된 실리콘 고무제의 마찰자)를 이용했다.
- [0134] MMD(마찰 계수의 평균 편차)의 측정
- [0135] MMD(마찰 계수의 평균 편차)는 케라틴 및 육각판상 산화아연 입자를 포함하는 입상 복합체를 KES-SE마찰감 테스트(가토 테크사제)로 측정했다. 구체적으로는, 슬라이드 유리에 25mm폭의 양면 테이프를 붙이고, 해당 입상 복합체(분체)를 얹고, 화장용 퍼프로 펼쳐서 KES-SE마찰감 테스트(가토 테크사제)에 의해 MMD(마찰 계수의 평균 편차)를 측정했다. 마찰 측정 하중 25gf, 표면 측정 시료 이동 속도 1mm/sec, 측정 거리 범위 20mm의 조건으로 측정을 실시했다. 센서로서는, 실리콘 접촉자(인간의 손가락을 상정한 요철이 실시된 실리콘 고무제의 마찰자)를 이용했다.
- [0136] 1차 입자 직경의 측정
- [0137] 육각판상 산화아연 입자 및 입상 복합체의 1차 입자 직경은 주사형 전자 현미경(SEM)(JSM-6510A: 일본

전자사제)으로 촬영한 사진의 2000~50000배의 시야에서의 대각선 직경(육각관상 산화아연 입자 또는 입상 복합체가 육각관상의 형상인 경우, 육각관상면의 3개의 대각선 중의 임의의 1개의 대각선의 길이)( $\mu\text{m}$ )을 입자 100개분에 대하여 측정하고, 그 누적 분포의 50%에서 구한 값이다.

[0138] 부정형 입자의 1차 입자 직경은 주사형 전자 현미경(SEM)(JSM-6510A: 일본 전자사제)으로 해당 입자를 촬영한 사진의 2000~50000배의 시야에서의 XY축 평균 직경(입자를 사이에 둔 X축 방향 및 Y축 방향, 각각 2개의 평행선의 간격을 평균한 길이)으로 정의되는 입자 직경( $\mu\text{m}$ )을 입자 100개분에 대하여 측정하고, 그 누적 분포의 50%에서 구한 값이다.

[0139] 입상 복합체 중의 케라틴 함유율의 측정

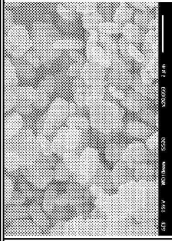
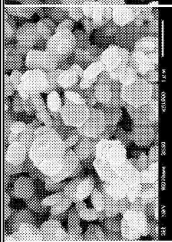
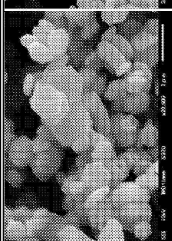
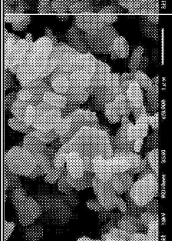
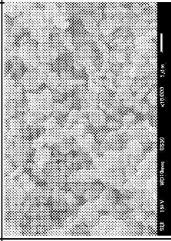
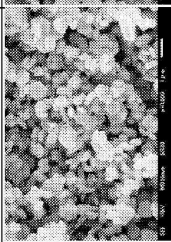
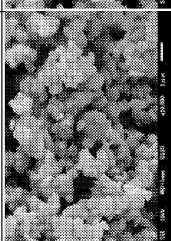
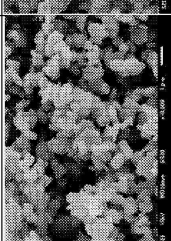
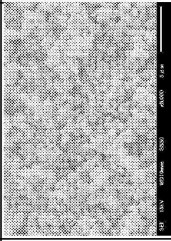
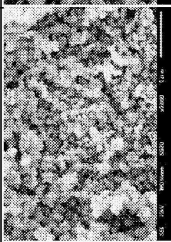
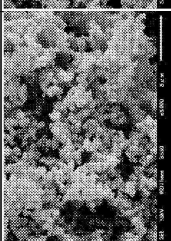
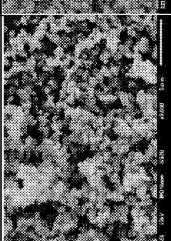
[0140] 입상 복합체 및 그 원료의 육각관상 산화아연 입자를 각각 2g씩 도가니에 넣고, 전기로 중 500℃에서 1시간 가열했다. 각각 가열 후의 중량을 측정했다. 입상 복합체에 포함되는 케라틴은 모두 소실되어 있고, 또한, 원료인 육각관상 산화아연 입자의 감소율은 어느 쪽이든 같은 것으로 하여 입상 복합체 중의 케라틴 함유율(질량%)을 산출했다.

[0141] 분광 반사율의 측정

[0142] 분광 반사율은 분광 광도계(일본 분광제 V-570형)에 의해 측정했다. 보다 구체적으로는, 각 실시예 및 각 비교예에서 얻어진 입상 복합체 또는 입자를 전용 셀에 넣고, 분광 광도계에 장착하고, 각 파장에서의 분광 반사율을 측정했다. 반사율=100-흡수율로 되기 때문에 흡수가 있을수록 반사율은 내려가는 것으로 되어 바람직하다.

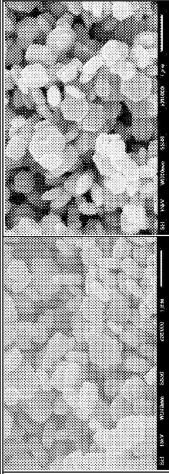
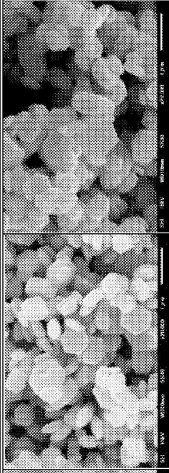
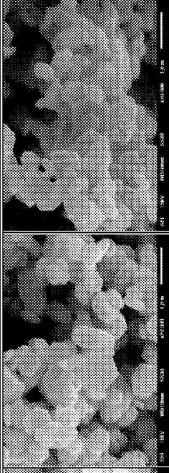
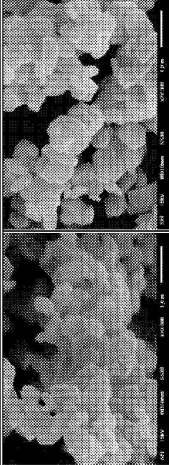
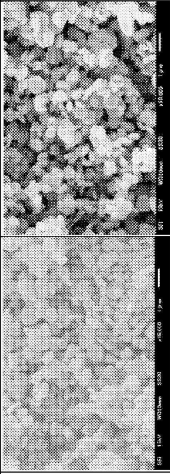
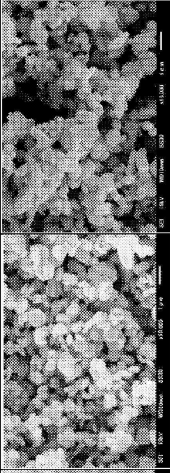
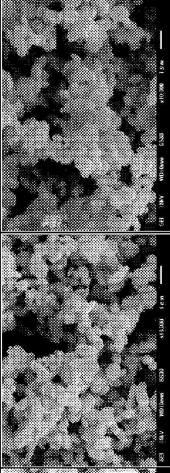
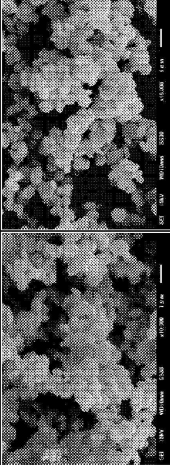
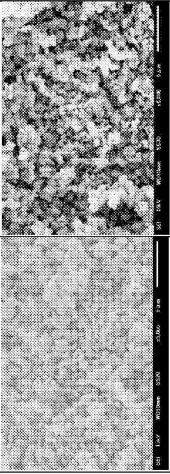
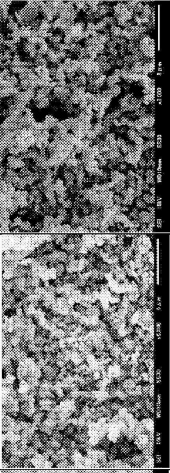
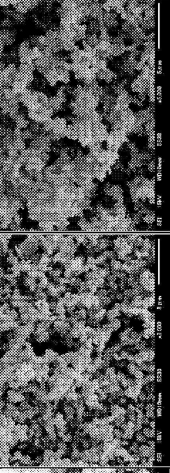
[0143] 이상의 검토 결과는 하기 표 1~3에 나타냈다. 또한, 얻어진 입자의 물성의 평가 결과도 하기 표에 나타냈다. 또한, 이용한 각 케라틴의 수평균 분자량도 하기 표에 나타냈다. 또한, 분광 반사율 측정 결과는 도 1~도 2에 도시한다.

표 1

	비교예 1	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4
케라틴 구조 (수평균 분자량)		카티온화 가수 분해 케라틴 (800)	실린화 가수 분해 케라틴 (1200)	가수 분해 케라틴 (750)	천연 케라틴 (40000)
제조 시 케라틴 첨가량(내침)				5질량%	
SEM	× 20000				
	× 10000				
	× 5000				
케라틴 함유율(질량%)		1.24	0.88	0.54	0.61
평균 1차 입자 직경(μm)	0.66	0.67	0.64	0.63	0.66
MIU	1.13	1.02	0.88	0.93	0.80
MMD	0.052	0.025	0.044	0.048	0.032

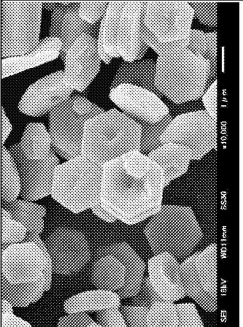
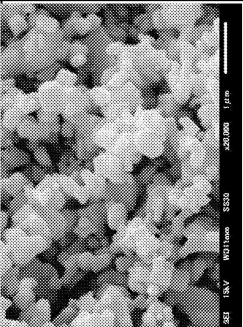
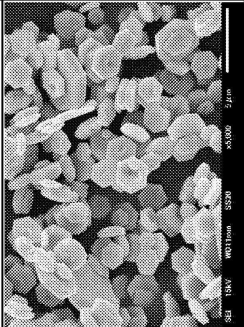
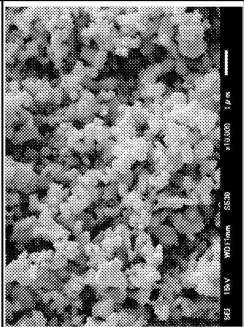
[0144]

표 2

실험 No.	비교예 1	실시예 1	실시예 5	실시예 6	실시예 7	
케라틴 구조 (수평균 분자량)	카티온화 가수 분해 케라틴 (800)					
제조 시 케라틴 첨가량		5질량%	1질량%	10질량%	20질량%	
SEM	× 20000					
		× 10000				
			× 5000			
케라틴 함유(질량%)	1.24	0.45		1.41	1.98	
평균 1차 입자 직경(㎞)	0.66	0.70	0.66	0.70		
MIU	1.13	1.12	1.22	1.17		
MMD	0.0515	0.0252	0.0358	0.0292	0.0254	

[0145]

표 3

실험 No.	실시예 8	비교예 2	비교예 3
케라틴 구조 (수평균 분자량)	가수 분해 케라틴 (750)		
제조 시 케라틴 첨가량(내첨)	5%		
SEM	×10000 (비교예 3만×20000)		
	×5000 (비교예 3만×10000)		
케라틴 함유율(질량%)	0.21%		
평균 1차 입자 직경(μm)	2.15	2.08	0.48
MIU	0.841	0.886	1.04
MMD	0.011	0.0135	0.044

[0146]

[0147] 산화아연 입자로의 각종 케라틴 처리 2

표 4

케라틴 샘플 번호	성상	유래	케라틴 함유량(질량%)	함유 케라틴의 구조	수평균 분자량	용매	구입처	
참고예 1a	액체	양모	5%	천연 케라틴	40,000	물	크로다 제넨 주식회사	
참고예 2a	액체	양모	25%	가수 분해 케라틴	400	물	가부시카이가이샤 세이와 가세이	
참고예 3a	액체	양모	25%	가수 분해 케라틴	1,000	물		
참고예 4a	액체	양모	20%	가수 분해 케라틴	4,000	물		
참고예 5a	액체	양모	20%	가수 분해 케라틴	10,000	물		
참고예 6a	액체	양모	10%	가수 분해 케라틴	30,000	물		
실시에 4a	액체	양모	25%	카티온화 가수 분해 케라틴 (히드록시프로필트리모놀 가수 분해 케라틴)	1,200	물		
실시에 1a	액체	양모	15%	카티온화 가수 분해 케라틴 (스테아르디모놀히드록시프로필 가수 분해 케라틴)	800	물		
실시에 2a	액체	양모	25%	실린화 가수 분해 케라틴 (디히드록시메틸실릴프로폭시)히드록시프로필 가수 분해 케라틴)	1,200	물		
참고예 7a	액체	양모	20%	가수 분해 케라틴	20,000~30,000	물		이치마루 파르크스 주식회사
참고예 8a	액체	양모	20%	카티온화 가수 분해 케라틴 (히드록시프로필트리모놀 가수 분해 케라틴)	20,000~30,000	물		
참고예 9a	액체	양모	10%	카티온화 가수 분해 케라틴 (라우릴디모놀히드록시프로필 가수 분해 케라틴)	20,000~30,000	물		
참고예 10a	액체	양모	10%	가수 분해 케라틴	25,000~35,000	물		
참고예 11a	액체	양모	10%	카티온화 가수 분해 케라틴 (히드록시프로필트리모놀 가수 분해 케라틴)	25,000~35,000	물		
실시에 3a	분체	우모	100%	가수 분해 케라틴	750	-	도요 우모 공업 주식회사	

[0148]

[0149]

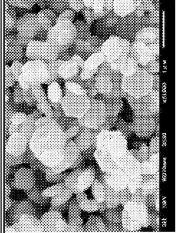
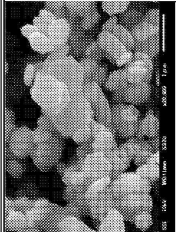
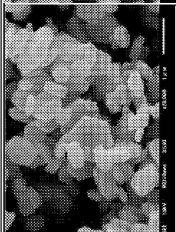
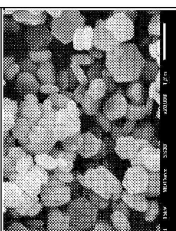
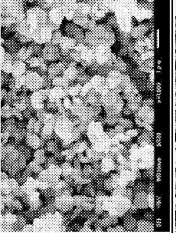
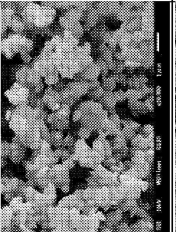
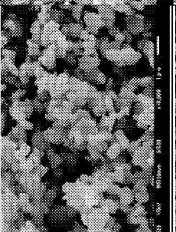
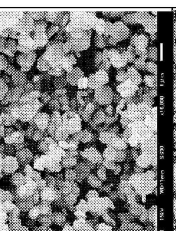
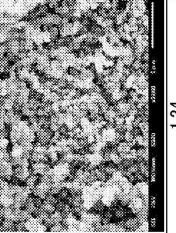
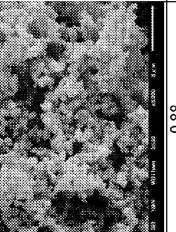
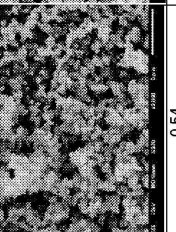
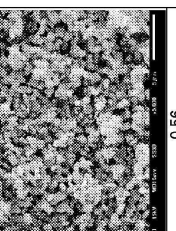
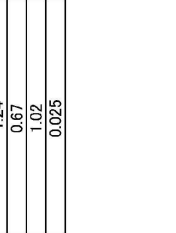
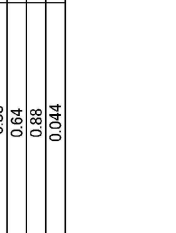
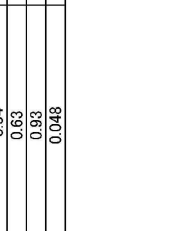
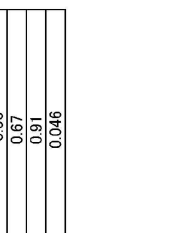
표 4에 기재된 각종 케라틴을 이용하여 육각판상 산화아연 입자의 표면을 처리했다. 보다 상세하게는, 다음과 같이 하여 처리를 실시했다. 입자 직경 0.66 $\mu$ m의 육각판상 산화아연(XZ-1000F, 사카이 화학 공업사제) 150g을 물 750g에 첨가하고, 충분히 교반함으로써 산화아연 농도 193g/L의 수성 슬러리를 얻었다. 이어서, 슬러리를 교반하면서 산화아연 95질량%에 대하여 케라틴의 첨가량이 5질량%로 되도록 표 4에 기재하는 각종 케라틴을 첨가했다(각종 케라틴 샘플의 케라틴 함유량으로부터 첨가량을 산출). 그대로 60분간 숙성한 후, 여과, 수세를 실시하고, 40℃에서 16시간 건조시킴으로써 케라틴 및 산화아연 입자 함유 입상 복합체(각 실시에 및 각 참고예: 표 4)를 얻었다.

[0150]

또한, 실시에 1~4의 기재 및 표 4에 관한 기재로부터 이해할 수 있는 바와 같이, 실시에 1과 실시에 1a, 실시에 2와 실시에 2a, 실시에 3과 실시에 3a 및 실시에 4와 참고예 1a는 각각 동일하다.

- [0151] 얻어진 각 입상 복합체에 대하여, 다음과 같이 하여 도막 투과율을 측정했다. 실리콘 고무 4.27g(KE-1300T 신에츠 화학사제), 경화제 0.47g(CAT-1300 신에츠 화학사제)을 혼합하고, 그곳에 각 입상 복합체의 분체 0.25g을 투입하여 후버 멀러(hoover muller)로 혼련했다. 그것을 TAC필름 상에 1mL(25.4 $\mu$ m) 어플리케이터로 끌어서 하룻밤 정치 건조시켰다. 건조 후 얻어진 도막에 대하여 분광 광도계로 투과율을 측정했다.
- [0152] 결과를 도 3에 도시한다. 또한, 투과율이 낮을수록 차폐 효과가 높다고 할 수 있다. 또한, 도 3에 도시한 각 입상 복합체 중, 특히 투과율이 낮은 것(즉, 산화아연 입자 XZ-1000F 그 자체보다 현저히 도막 투과율이 낮은 것)에 대하여 선발하여 도 4에 도시한다.
- [0153] 표 4, 도 3 및 도 4로부터, 육각판상 산화아연 입자를 처리하는 케라틴으로서, 양모 유래 카티온화 가수 분해 케라틴, 양모 유래 실릴화 가수 분해 케라틴, 또는 우모 유래 가수 분해 케라틴이고, 또한 수평균 분자량이 500~2000 정도인 케라틴을 이용한 경우에, 얻어진 입상 복합체를 실리콘과 혼합하여 실리콘 조성물로 했을 때에 특히 우수한 근적외선 차폐 효과를 이루는 것을 알 수 있었다.
- [0154] 각 입상 복합체의 특성의 검토
- [0155] 실시예 1a~4a의 입상 복합체에 대하여, 사이즈 및 형태를 주사형 전자 현미경 JSM-6510A(일본 전자사제)로 관찰했다. 또한, 상기와 동일하게 하여 MIU, MMD, 1차 입자 직경 및 입상 복합체 중의 케라틴 함유율을 측정했다. 각 측정 결과를 표 5에 나타낸다.

표 5

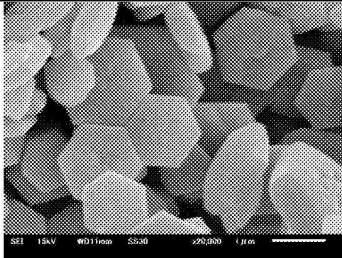
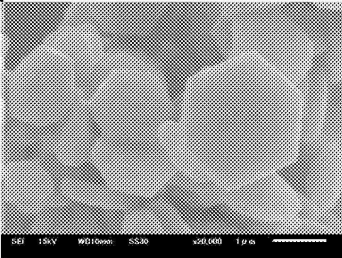
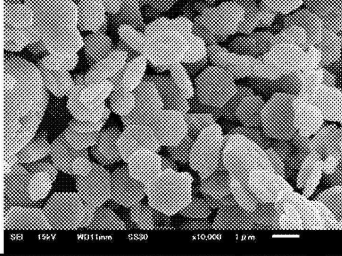
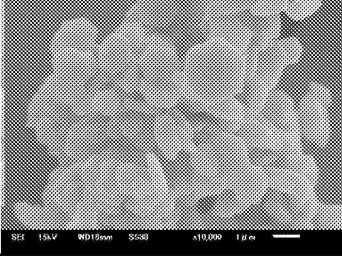
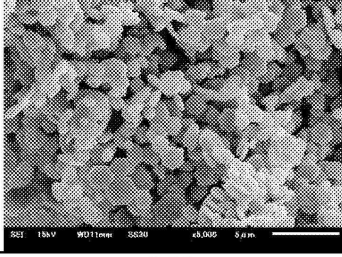
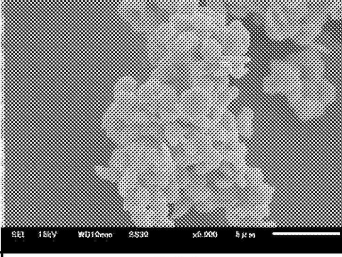
케라틴 구조 (수평균 분자량)	XZ-1000F	실시예 1a 카티온화 가수 분해 케라틴 (800)	실시예 2a 실린화 가수 분해 케라틴 (1200)	실시예 3a 가수 분해 케라틴 (750)	실시예 4a 카티온화 가수 분해 케라틴 (1200)
제조 시 케라틴 첨가량(내침)					
		5질량%			
					
x 20000					
x 10000					
x 5000					
케라틴 함유율(질량%)		1.24	0.88	0.54	0.56
평균 1차 입자 직경(μm)	0.66	0.67	0.64	0.63	0.67
MIU	1.13	1.02	0.88	0.93	0.91
MMD	0.052	0.025	0.044	0.048	0.046

[0156]

[0157] 산화아연 입자로의 각종 케라틴 처리 3

[0158] 케라틴으로서 실시예 2a의 입상 복합체 조제에 이용한 케라틴을 이용하고, 또한, 육각관상 산화아연 입자로서 입자 직경 1.52μm의 육각관상 산화아연(XZ-2000F, 사카이 화학 공업사제)을 이용한 이외는, 상기와 동일하게 하여 입상 복합체를 조제했다(실시예 A). 얻어진 입상 복합체에 대하여, 상기와 동일하게 하여 도막 투과율을 측정했다. 결과를 도 5에 도시한다. 또한, 상기와 동일하게 하여, 얻어진 입상 복합체의 MIU, MMD, 1차 입자 직경 및 입상 복합체 중의 케라틴 함유율을 측정했다. 각 측정 결과를 표 6에 나타낸다.

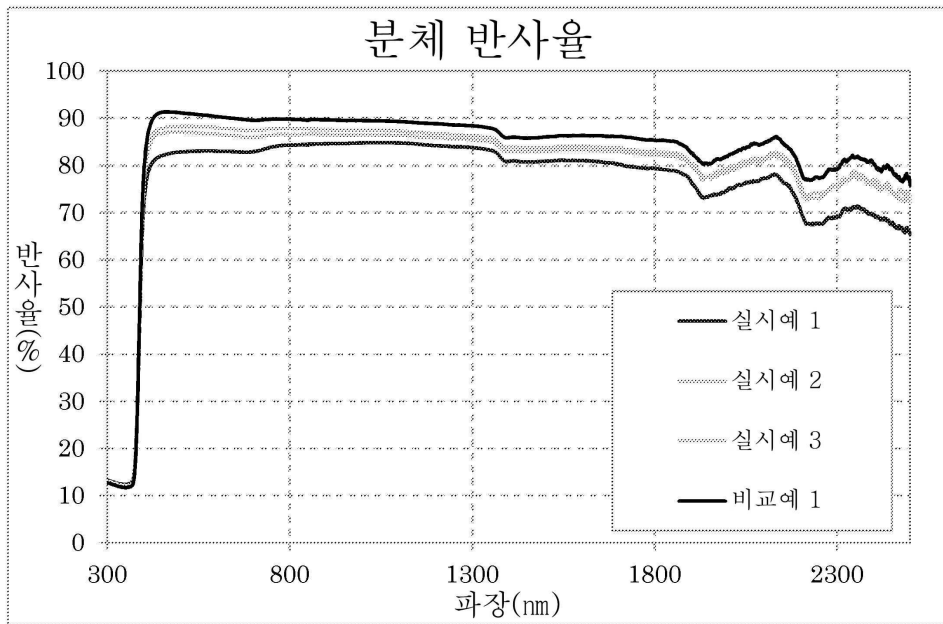
표 6

		XZ-2000F	실시예 A
케라틴 구조 (수평균 분자량)			실릴화 가수 분해 케라틴 (1200)
제조 시 케라틴 첨가량(내침)			5질량%
SEM	× 20000		
	× 10000		
	× 5000		
평균 1차 입자 직경(μm)		1.52	0.64
MIU		0.96	0.78
MMD		0.034	0.020

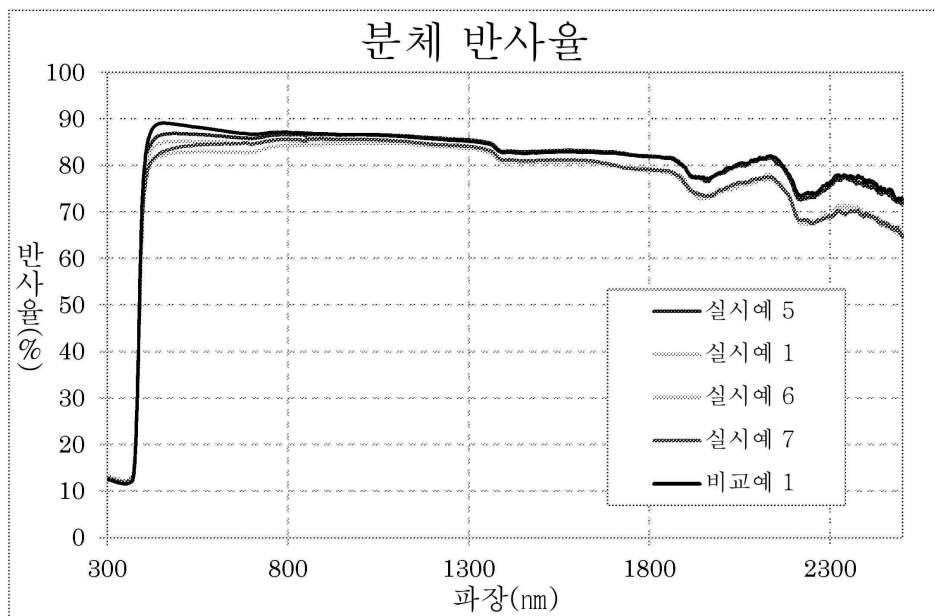
[0159]

도면

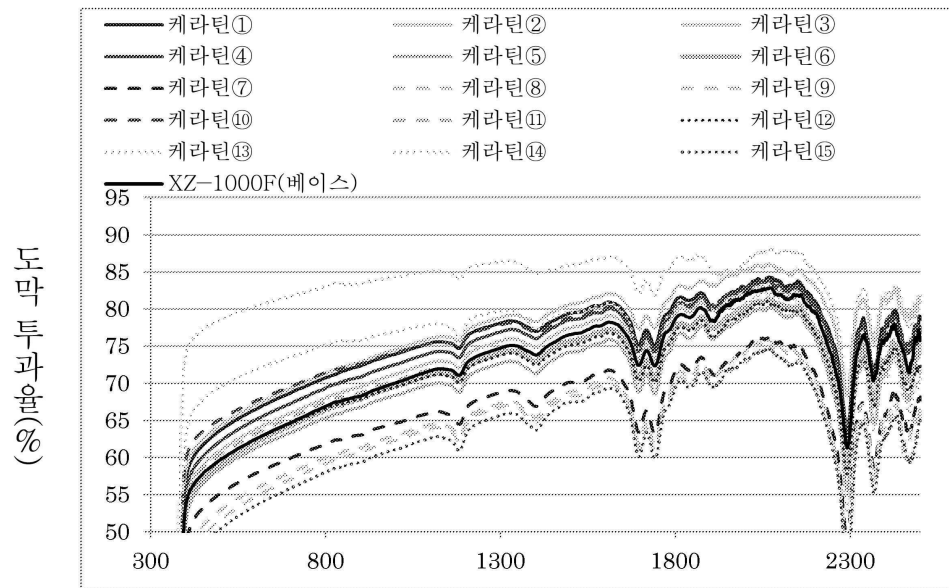
도면1



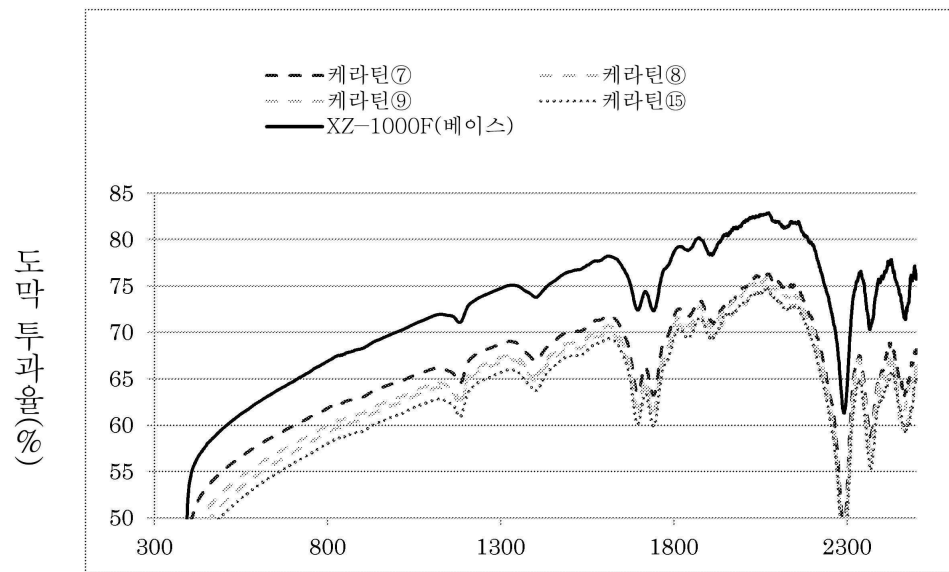
도면2



도면3



도면4



도면5

