



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 358 246**

51 Int. Cl.:

A61K 8/02 (2006.01)

A61K 8/11 (2006.01)

A61K 8/19 (2006.01)

A61K 8/25 (2006.01)

A61K 8/27 (2006.01)

A61K 8/29 (2006.01)

A61Q 17/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **00900179 .3**

96 Fecha de presentación : **11.01.2000**

97 Número de publicación de la solicitud: **1167462**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.01.2002**

54

Título: **Preparación cosmética, partículas de óxido metálico revestido con sílice con superficie hidrofobizada, sol de óxido metálico revestido con sílice de superficie hidrofobizada y procedimientos para su preparación.**

30

Prioridad: **11.01.1999 JP 11-4613**
28.01.1999 US 117551 P
02.11.1999 JP 11-312318

73

Titular/es: **SHOWA DENKO K.K.**
13-9, Shiba Daimon 1-chome
Minato-ku, Tokyo 105-8518, JP

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
06.05.2011

72

Inventor/es: **Wada, Koichi;**
Ishii, Nobuaki;
Irie, Mitsuharu;
Sekiguchi, Kazuo y
Takama, Michihiro

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
06.05.2011

74

Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 358 246 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCION

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un material cosmético, a partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y a un proceso para su producción. Más específicamente, se refiere a un material cosmético y particularmente a un material cosmético con detección ultravioleta, a partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada adecuadas para utilizar en el material cosmético y a un proceso para su producción, con un pico de espectro de absorción infrarroja específico, recubierto con una película de sílice densa y práctica y que tiene un tamaño de partícula primaria pequeño con dispersabilidad satisfactoria. También se refiere a un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada que se obtiene mediante tratamiento de superficie con un agente hidrofobizante después de recubrimiento de sílice, y a un proceso para su producción. Aun más específicamente, la presente invención se refiere a un material cosmético con una excelente textura durante el uso cosmético, una función de alta detección ultravioleta, baja fototoxicidad y una excelente capacidad de almacenamiento, y partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada con un pico de espectro de absorción infrarroja específico, recubiertas con una película de sílice densa y práctica y cuya superficie se trata con un agente hidrofobizante, siendo las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada adecuadas para su uso como materiales con detección ultravioleta, productos cosméticos, pigmentos, y similares. Adicionalmente, la invención también se refiere a un material cosmético que contiene el sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada, que exhibe una función con detección ultravioleta alta, un alto efecto supresor alto de actividad fotocatalítica, excelente capacidad de almacenamiento y una excelente textura y transparencia para uso cosmético.

20 Antecedentes de la técnica

Muchos de los materiales cosméticos con detección ultravioleta utilizados en los últimos años han sido materiales con detección ultravioleta de base inorgánica con una excelente función de detección ultravioleta y alta estabilidad. Dichos materiales con detección ultravioleta de base inorgánica comúnmente utilizados incluyen polvos de óxido metálico de titanía y óxido de cinc.

25 Cuando estos polvos de óxido metálico se agregan directamente a los materiales cosméticos, sin embargo, se sabe que ocurren problemas tales como una mala textura o efectos adversos en el cuerpo humano o la piel debido a la actividad fotocatalítica de las partículas de óxido metálico con algún modo de recubrimiento. Se prefiere particularmente un recubrimiento de una sustancia inorgánica dado que es resistente al cambio químico mediante reacción fotocatalítica.

30 Sin embargo, a pesar de que las partículas de óxido metálico recubiertas inorgánicas tienen un efecto supresor de la actividad fotocatalítica cuando se agregan a materiales cosméticos, no han sido convenientes dado que su dispersión en materiales de base hidrófoba es insuficiente y no exhibe excelentes propiedades de polvo adecuadas, cuando se incorporan a materiales cosméticos oleosos, materiales cosméticos de dispersión de agua/aceite o materiales cosméticos impermeables que son resistentes a la desintegración cosmética debido a la transpiración y la humedad.

35 Asimismo, cuando las partículas de un óxido metálico tal como titanía u óxido de cinc, las cuales son ampliamente utilizadas como materiales con detección ultravioleta inorgánicos y altamente estables con la excelente función de detección ultravioleta descrita anteriormente, se agregan directamente a los materiales cosméticos, es común recubrir las superficies con una sustancia inorgánica sin actividad fotocatalítica, debido a los problemas de una mala textura durante el uso cosmético o un efecto adverso en el cuerpo humano debido a la actividad fotocatalítica de las partículas de óxido metálico. Las partículas de óxido metálico recubiertas con alúmina, sílice y similares están disponibles comercialmente, pero no se conoce ningún producto que cumpla con los aspectos de supresión de la actividad fotocatalítica mediante el recubrimiento y la mejora de la textura durante el uso, cuando se agrega a cosméticos.

45 Los presentes inventores han descrito partículas de óxido metálico recubiertas de sílice que tienen una película de sílice en la que la relación I de las intensidades de los picos del espectro de absorción infrarroja a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ y $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ($I = I_1/I_2$: donde I_1 es la intensidad del pico máximo de absorción en el intervalo de $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ e I_2 es la intensidad del pico máximo de absorción en el intervalo de $1000-1100\text{ cm}^{-1}$) es 0,2 o más, y el índice refractivo es 1,435 o más, un proceso para su producción y un material cosmético que los comprende, y han demostrado que puede obtenerse un material cosmético con detección ultravioleta con una textura satisfactoria durante el uso, un gran efecto supresor sobre la actividad fotocatalítica y excelente capacidad de almacenamiento mediante la inclusión de estas partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con una película de sílice de un espesor entre 0,1 y 100 nm y que tiene una actividad fotocatalítica de no más de 60 Pa/min como se mide mediante el método de autooxidación de tetralina (PCT/JP98/01133).

55 En los últimos años, los materiales cosméticos con detección ultravioleta han requerido una textura satisfactoria durante el uso y una textura o apariencia altamente transparente, además de la función de alta detección ultravioleta. Con el fin de proporcionar una textura satisfactoria en el uso y una textura o apariencia transparente para las partículas de óxido metálico que se agregan a los materiales cosméticos como materiales con detección ultravioleta, se ha vuelto más deseable reducir el tamaño de las partículas primarias y mejorar las propiedades de dispersión. Las partículas

recubiertas de sílice antemencionadas en base a la presente invención de los presentes inventores tienen excelentes propiedades, tales como supresión de la actividad fotocatalítica y una excelente textura durante el uso, pero además se ha deseado una mejora de la finura de las partículas y las propiedades de dispersión para aumentar la transparencia cuando se agregan a materiales cosméticos.

5 Sin embargo, debido a que los polvos de óxido metálico con tamaños de partícula primaria pequeños producen grumos cuando se suspenden en disolventes, no sufren una alta dispersión y requieren etapas adicionales, tales como el uso de ondas ultrasónicas para el recubrimiento de sílice o la agitación prolongada, lo cual constituye un problema en términos económicos.

10 Un primer objeto de la presente invención es proporcionar un material cosmético con una dispersión satisfactoria de las partículas de óxido metálico en una base oleosa, una excelente textura durante el uso cosmético, una función de alta detección ultravioleta, baja fototoxicidad y una excelente estabilidad de almacenamiento, y proporcionar partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada recubiertas con una película de sílice densa y práctica que tiene propiedades específicas y una alta propiedad de contorno, así como también un método económico para su producción.

15 Un segundo objeto de la invención es proporcionar un método de producción económico para el antemencionado sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada, proporcionar un sol de óxido metálico con una práctica película de sílice densa que exhiba mejores propiedades de dispersión y transparencia, y proporcionar un material cosmético con detección ultravioleta con una textura o apariencia de transparencia particularmente excelente, en el que el óxido metálico recubierto de sílice se dispersa satisfactoriamente en el material cosmético.

20 Descripción de la invención

La presente invención que logra los dos aspectos antemencionados es como se describe a continuación. Los aspectos (1) a (18) se refieren particularmente al primer objeto, mientras que los aspectos (19) a (27) se refieren particularmente al segundo objeto.

25 (1) Un material cosmético que comprende partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada en las que la relación I de las intensidades de los picos de absorción del espectro de absorción infrarroja a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ y $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ($I = I_1/I_2$: donde I_1 es la intensidad del pico de absorción a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ e I_2 es la intensidad del pico de absorción a $1000-1100\text{ cm}^{-1}$) es 0,2 o más, y el índice refractivo es 1,435 o más, caracterizado porque las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada pueden obtenerse mediante tratamiento adicional de partículas de óxido metálico recubiertas con una película de sílice con un agente hidrofobizante, mediante el cual se hidrofobiza la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas con una película de sílice.

(2) Un material cosmético de acuerdo con (1) anteriormente, caracterizado porque comprende partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada con un espesor de película de sílice de 0,1-100 nm, y una actividad fotocatalítica de no más de 60 Pa/min como se mide mediante el método de autooxidación de tetralina.

35 (3) Un material cosmético de acuerdo con (1) o (2) anteriormente, caracterizado porque el agente hidrofobizante es uno o más agentes hidrofobizantes seleccionados del grupo que consiste en aceites de silicona, alcoxisilanos orgánicos y sales de ácido graso superior.

(4) Un material cosmético de acuerdo con (1) o (3) anteriormente, caracterizado porque comprende partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada con una actividad fotocatalítica de no más de 60 Pa/min como se mide mediante el método de autooxidación de tetralina.

40 (5) Un material cosmético de acuerdo con cualquiera de (1) a (4) anteriormente, caracterizado porque las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada tienen un tamaño de partícula primaria de 5-500 nm y un tamaño de partícula secundaria de 0,5-10 μm .

45 (6) Un material cosmético de acuerdo con (5) anteriormente, caracterizado porque el tamaño de partícula primaria de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada es 5-120 nm y el espesor de la película de sílice es 0,5-25 nm.

(7) Un material cosmético de acuerdo con cualquiera de (1) a (6) anteriormente, caracterizado porque el óxido metálico es uno o más óxidos metálicos seleccionados del grupo que consiste en óxido de titanio, óxido de cinc, óxido de cerio, óxido de zirconia y óxido de hierro.

50 (8) Un material cosmético de acuerdo con (7) anteriormente, en el cual el óxido metálico es óxido de titanio.

(9) Un material cosmético de acuerdo con (7) anteriormente, en el cual el óxido metálico es óxido de cinc.

(10) Un material cosmético de acuerdo con (7) anteriormente, en el cual el óxido metálico es óxido de cerio.

(11) Un material cosmético de acuerdo con cualquiera de (1) a (10) anteriormente, caracterizado porque comprende un antioxidante además de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.

5 (12) Un material cosmético de acuerdo con cualquiera de (1) a (11) anteriormente, caracterizado porque comprende un absorbente ultravioleta de base orgánica además de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.

10 (13) Un proceso para producir partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada depositando selectivamente sílice sobre la superficie de las partículas de óxido metálico, caracterizado porque el proceso comprende poner en contacto partículas de óxido metálico con un recubrimiento de composición formadora de recubrimiento de sílice que contiene a) ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, b) agua, c) un álcali y d) un disolvente orgánico, con una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro para depositar selectivamente sílice sobre la superficie de las partículas de óxido metálico, y tratamiento adicional de superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas con un agente hidrofobizante.

15 (14) Un proceso de acuerdo con (13) anteriormente, caracterizado porque el agente hidrofobizante utilizado para el tratamiento de superficie con el agente hidrofobizante es uno o más agentes hidrofobizantes seleccionados del grupo que consiste en aceites de silicona, alcoxisilanos orgánicos y ácidos grasos superiores.

(15) Un proceso de acuerdo con (13) o (14) anteriormente, caracterizado porque el agente hidrofobizante es un alquilalcoxisilano representado por la siguiente fórmula [1]:

20 Fórmula [1]: $R_1(R_2)_nSiX_{3-n}$ en la cual R_1 es un grupo alquilo de 1-3 carbonos o fenilo, R_2 es un átomo de hidrógeno, grupo alquilo de 1-3 carbonos o fenilo, X es un grupo alcoxilo de 1-4 carbonos y n es un número entero de 1-2.

25 (16) Un proceso de acuerdo con cualquiera de (13) a (15) anteriormente, en el cual se utiliza un alquilalcoxisilano para el tratamiento adicional de la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice, caracterizándose el procedimiento porque después de poner en contacto las partículas de óxido metálico con el recubrimiento de una composición formadora de sílice, se agrega el alquilalcoxisilano para realizar una composición con una relación agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro derivado del alquilalcoxisilano, y se trata la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con el producto de la reacción del alquilalcoxisilano, para lograr continuamente el tratamiento de superficie con el recubrimiento de sílice y alquilalcoxisilano.

30

(17) Un proceso de acuerdo con cualquiera de (13) a (16) anteriormente, caracterizado porque el álcali es al menos uno seleccionado de entre amoníaco, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, formato de amonio y acetato de amonio.

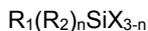
35 (18) Un proceso de acuerdo con cualquiera de (13) a (17) anteriormente, caracterizado porque el disolvente orgánico es al menos uno seleccionado de entre metanol, etanol, propanol, pentanol, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano y acetona.

40 (19) Un proceso para producir un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada, que comprende combinar a) un sol de óxido metálico producido por hidrólisis; b) ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, c) un álcali, d) un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, e) agua, sin importar el orden, para una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro después de combinar y depositar sílice sobre la superficie de las partículas de sol de óxido metálico para formar una película de sílice, fabricando así un sol de óxido metálico recubierto de sílice, caracterizado porque se trata luego adicionalmente la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con un agente hidrofobizante.

45 (20) Un proceso para producir un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con (19) anteriormente, caracterizado porque se agrega (d) un sol de óxido metálico producido por hidrólisis a una mezcla de a) un álcali, b) un disolvente orgánico y c) agua, y luego se agrega una mezcla que comprende e) ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, f) un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, g) agua, para una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 50 0,0001-5 moles/litro después de la adición, y se deposita silicio sobre la superficie de las partículas del sol de óxido metálico para formar una película de sílice, fabricando así un sol de óxido metálico recubierto de sílice, y se trata luego la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con un agente hidrofobizante.

55 (21) Un proceso de acuerdo con (19) o (20) anteriormente, caracterizado porque el agente hidrofobizante es uno o más agentes hidrofobizantes seleccionados del grupo que consiste en aceites de silicona, alcoxisilanos orgánicos y sales de ácido graso superior.

(22) Un proceso de acuerdo con cualquiera de (19) a (21) anteriormente, caracterizado porque el alcoxisilano orgánico es un alquilalcoxisilano representado por la siguiente fórmula estructural:



5 donde R_1 es un grupo alquilo de 1-4 carbonos o fenilo, R_2 es un átomo de hidrógeno, grupo alquilo de 1-4 carbonos o fenilo, X es un grupo alcoxilo de 1-4 carbonos y n es un número entero de 0-2.

10 (23) Un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada que puede obtenerse mediante un proceso que comprende combinar a) un sol de óxido metálico producido por hidrólisis, b) ácido silícico o un precursor productor ácido silícico, c) un álcali, d) un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, e) agua, sin importar el orden, para una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro después de combinar, y depositar sílice sobre la superficie de las partículas de sol de óxido metálico para formar una película de sílice, fabricando así un sol de óxido metálico recubierto de sílice, y tratar luego adicionalmente la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con un agente hidrofobizante.

15 (24) Un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con (23) anteriormente, caracterizado porque la película de sílice, la relación I de las intensidades de los picos de absorción del espectro de absorción infrarroja a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ y $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ($I = I_1/I_2$: donde I_1 es la intensidad del pico máximo de absorción a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ e I_2 es la intensidad del pico máximo de absorción a $1000-1100\text{ cm}^{-1}$) es 0,2 o más, y el índice refractivo es 1,435 o más.

20 (25) Un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con (23) o (24) anteriormente, caracterizado porque el espesor de la película de sílice que recubre la superficie de las partículas de óxido metálico es 0,1-25 nm.

(26) Un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con cualquiera de (23) a (25) anteriormente, caracterizado porque el tamaño de partícula primaria promedio de las partículas de óxido metálico es 1-100 nm.

25 (27) Partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada derivadas de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas mediante separación de sólidos/líquidos, secado y, en caso de que sea necesario, pulverización de un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con (23) anteriormente.

30 El término "denso" de acuerdo con la presente invención significa que el índice refractivo de la película de sílice formada es 1,435 o más. Se considera generalmente que la densidad de una película de sílice y su índice refractivo tienen una correlación positiva (ver, por ejemplo, C. JEFFEREY BRINKER, Saul - GEL SCIENCE, 581-583, ACADEMIC PRESS (1990)), y a pesar de que las películas de sílice obtenidas mediante métodos de sol-gel comunes tienen un índice refractivo de 1,435 o más si se lleva a cabo cocimiento, la densidad está por debajo de 1,435 en ausencia de cocimiento. De acuerdo con la presente invención, sin embargo, este valor se logra sin cocimiento.

35 Asimismo, el término "práctico", de acuerdo con la invención, significa que la sílice tiene un fuerte poder de cobertura sobre la base de óxido metálico, básicamente sin desprendimiento del recubrimiento, y con un grado adecuado de hidrofilia.

40 La hidrofilia de la película de sílice se expresa como la relación I de las intensidades de los picos del espectro de absorción infrarroja a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ y $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ($I = I_1/I_2$: donde I_2 es la intensidad del pico máximo de absorción en el intervalo de $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ e I_2 es la intensidad del pico máximo de absorción en el intervalo de $1000-1100\text{ cm}^{-1}$), en otras palabras, I_2 es la absorción por vibración por deformación de SiOH, I_2 es la absorción debido a vibración por estiramiento de Si-O-Si, y una I_1/I_2 mayor representa mayor hidrofilia. La frase "grado adecuado de hidrofilia", de acuerdo con la invención, significa que el valor es al menos 0,2. Las películas de sílice obtenidas mediante métodos comunes de sol-gel tienen un valor I de 0,2 o más sin cocimiento, pero la densidad es más baja, como se explicó anteriormente. Por otro lado, si bien la densidad se mejora mediante cocimiento, el valor I cae por debajo de 0,2, lo cual representa hidrofilia más baja que deja de ser adecuado. Un recubrimiento de sílice de acuerdo con la invención, sin embargo, tiene hidrofilia adecuada para mantener propiedades de superficie satisfactorias (humedad, suavidad) cuando se agrega a materiales cosméticos, mientras que sirve también como un recubrimiento firme y denso que era imposible de lograr en el pasado sin cocimiento, de manera que es posible mantener una alta supresión de la actividad fotocatalítica del óxido metálico aun con un espesor de película muy fino de aproximadamente 0,1 nm.

50 Mejor modo de llevar a cabo la invención

La presente invención se explicará ahora en mayor detalle.

(Introducción)

Primero, de acuerdo con un aspecto de la invención, el material cosmético comprende partículas de óxido metálico recubiertas con superficie hidrofobizada cuya superficie se ha tratado con un agente hidrofobizante. Las

partículas de óxido metálico recubiertas con superficie hidrofobizada son lo suficientemente efectivas en la medida que las superficies se hidrofobicen. Los presentes inventores encontraron que un material cosmético con las propiedades deseadas puede obtenerse agregando partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada preparadas recubriendo partículas de óxido metálico con una película de sílice y luego hidrofobizando sus superficies.

5 Las partículas de óxido metálico utilizadas, sin embargo, preferiblemente están recubiertas con una película de sílice en la que la relación I de las intensidades de los picos del espectro de absorción infrarroja a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ y $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ($I = I_1/I_2$: donde I_1 es la intensidad del pico de absorción en el intervalo de $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ e I_2 es la intensidad del pico de absorción en el intervalo de $1000-1100\text{ cm}^{-1}$) es 0,2 o más y el índice refractivo es 1,435 o más, y la superficie de las partículas de óxido metálico es también tratada con un agente hidrofobizante para obtener partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.

10 Dichas partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada adecuadas pueden obtenerse poniendo en contacto partículas de óxido metálico con una composición formadora de recubrimiento de sílice que contiene a) ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, b) agua, c) un álcali y d) un disolvente orgánico, con una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro para depositar selectivamente silicio sobre la superficie de las partículas de óxido metálico, y luego tratando también la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice resultante con un agente hidrofobizante.

15 La presente invención se explicará ahora con énfasis particular en este proceso preferido para producir partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada, y la explicación estará acompañada por una explicación del recubrimiento de sílice de un sol de óxido metálico sin tratamiento hidrofobizante de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice de acuerdo con un segundo aspecto de la invención.

20 De acuerdo con el segundo aspecto de la invención, un sol de óxido metálico recubierto de sílice se produce mediante un proceso en el cual las partículas de óxido metálico se ponen en contacto con una composición formadora de recubrimiento de sílice que contiene ácido silícico o un precursor formador de ácido silícico, agua, un álcali y un disolvente orgánico, con una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 en términos de relación de volumen y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro, mediante el cual el silicio se deposita selectivamente sobre la superficie de las partículas de óxido metálico, en el cual el sol de óxido metálico producido mediante hidrólisis en la composición formadora de recubrimiento de sílice se utiliza para las partículas de óxido metálico. Es decir, el proceso para producir un sol de óxido metálico recubierto de sílice se caracteriza porque se combina a) un sol de óxido metálico producido por hidrólisis, b) ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, c) un álcali, d) un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, e) agua, sin importar el orden, para una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0-0001-5 moles/litro después de combinar, y se deposita sílice sobre la superficie de las partículas de sol de óxido metálico para formar una película de sílice.

35 De acuerdo con el segundo aspecto de la invención, el sol de óxido metálico recubierto de sílice resultante se somete a un tratamiento hidrofobizante de superficie.

40 El sol de óxido metálico de acuerdo con el segundo aspecto de la invención se produce utilizando un sol de óxido metálico como material de partida, solo mediante tratamiento de solución sin una etapa de secado y, por lo tanto, dado que se retiene la dispersabilidad suficiente y el tamaño de partícula primaria pequeño del sol de partida, es posible obtener un material cosmético con una textura más transparente. También es económico debido a su gran área de superficie, su función de alta detección ultravioleta por masa unitaria y su efecto mediante una menor cantidad de adición. La sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la presente invención puede obtenerse mediante tratamiento de superficie de finas partículas de óxido metálico recubiertas de sílice en el sol de óxido metálico recubierto de sílice antes mencionada con un agente hidrofobizante. Dichas soluciones coloidales son adecuadas cuando se incorporan en materiales cosméticos de base oleosa, materiales cosméticos de tipo de dispersión de agua/aceite o materiales cosméticos impermeables que son resistentes a la desintegración cosmética por transpiración y humedad. Dichas soluciones coloidales recubiertas de sílice o soluciones coloidales recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada han sido desconocidas hasta el momento.

(Ácido silícico)

50 De acuerdo con la invención, el ácido silícico utilizado en la composición formadora de recubrimiento de sílice es ácido orto-silícico o uno de sus polímeros, ácido meta-silícico, ácido meso-silícico, triácido meso-silícico, tetra ácido meso-silícico, etc., como se describe, por ejemplo, en "Ácido silícico" en Kagaku Daijiten (Diccionario Químico, 7ma. Edición, 15 de marzo de 1969, Editorial Kyoritsu). Es importante que dicho "ácido silícico" no contenga grupos orgánicos o grupos halógenos.

55 Una composición que contiene el ácido silícico puede obtenerse, por ejemplo, agregando agua, un álcali y un disolvente orgánico a un tetraalcoxilano ($\text{Si}(\text{OR})_4$, donde R es un grupo hidrocarburo, y específicamente tetrametoxisilano, tetraetoxisilano, tetra-n-propoxisilano, tetrakispropoxisilano, tetra-n-butoxisilano o similares) y

agitando la mezcla para promover una reacción por hidrólisis. Este proceso se prefiere debido a su practicidad, su facilidad de manejo y operación. El tetraetoxisilano es el material preferido.

5 Una composición que contiene ácido silícico también puede obtenerse utilizando un método de adición de agua, un álcali y un disolvente orgánico a un silano tetrahalogenado para hidrólisis, un método de adición de agua, un álcali y un disolvente orgánico a cristal de agua, o un método de tratamiento de cristal de agua con una resina de intercambio y agregación de un álcali y disolvente orgánico. El tetraalcoxisilano, el silano tetrahalogenado y el cristal de agua utilizados como materiales de partida para el ácido silícico, no están particularmente limitados y pueden ser cualquiera empleado industrialmente o de uso común como reactivos; sin embargo, preferiblemente son de alta pureza. La composición formadora de recubrimiento de sílice en esta composición también puede contener componentes sin reaccionar del material de partida de ácido silícico.

10 La cantidad de ácido silícico no está particularmente limitada, pero preferiblemente está en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro en términos de contenido de silicio. Si el contenido de silicio es menos de 0,0001 mol/litro, la velocidad de la formación de recubrimiento de sílice se disminuye considerablemente hasta una medida poco práctica. Si excede los 5 moles/litro, las partículas de sílice a veces se producen en la composición sin formar un recubrimiento.

15 El contenido de silicio puede calcularse a partir de la cantidad de material de partida de ácido silícico, tal como tetraetoxisilano, el cual se agrega, pero también puede medirse mediante espectrometría de absorción atómica de la composición. La medición puede realizarse utilizando la longitud de onda del espectro de silicio de 251,6 nm como la línea analítica, y una trama realizada de acetileno/óxido nitroso.

20 (Agua)

El agua utilizada en la composición formadora de recubrimiento de sílice no está particularmente limitada, pero preferiblemente es agua de la cual se han eliminado las partículas mediante filtración o similar. Cuando las partículas están presentes en el agua, se incluyen en el producto impurezas no deseadas.

25 El agua se utiliza preferiblemente en una cantidad en el intervalo de 0,1-10 en términos de relación de volumen de agua/disolvente orgánico. Fuera de este rango, puede no ser posible formar una película o la velocidad de la formación de película puede reducirse radicalmente. La relación de volumen de agua/disolvente orgánico está más preferiblemente en el intervalo de 0,1-0,5. El tipo de álcali utilizado no está limitado si la relación de agua/disolvente orgánico está en el intervalo de 0,1-0,5. Cuando la relación está fuera de este rango, es decir, con una relación de agua/disolvente orgánico de más de 0,5, se prefieren álcalis no alcalimetálicos tales como amoníaco, bicarbonato de amonio y carbonato de amonio para la formación de la película.

30 (Álcali)

35 El álcali utilizado para la composición formadora de recubrimiento de sílice no está particularmente limitado, y pueden utilizarse, por ejemplo, álcalis inorgánicos tales como amoníaco, hidróxido de sodio e hidróxido de potasio, sales alcalinas inorgánicas tales como carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, carbonato de sodio y bicarbonato de sodio, álcalis orgánicos tales como monometilamina, dimetilamina, trimetilamina, monoetilamina, dietilamina, trietilamina, piridina, anilina, colina, hidróxido de tetrametilamonio y guanidina, y sales de álcali de ácido orgánico tales como formato de amonio, acetato de amonio, formato de monometilamina, acetato de dimetilamina, lactato de piridina, ácido guanidinoacético y acetato de anilina. Entre estos, se prefiere particularmente el amoníaco, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, formato de amonio, acetato de amonio, carbonato de sodio y bicarbonato de sodio. El álcali utilizado puede ser cualquiera de estos o dos o más de los mismos en combinación.

40 No hay limitaciones particulares con respecto a la pureza del álcali utilizado para la composición, y puede utilizarse cualquiera empleado industrialmente o de uso común como reactivos; sin embargo, preferiblemente son de alta pureza.

45 Aumentar la temperatura durante la formación del recubrimiento es efectivo para aumentar la velocidad de la formación de película. En dichos casos se prefiere utilizar un álcali y un disolvente orgánico que no se evaporen fácilmente ni se descompongan en la temperatura de formación del recubrimiento.

50 Una película incluso puede formarse si se agrega el álcali en una cantidad pequeña, tal como 0,002 mol/litro en el caso de carbonato de sodio, por ejemplo, también puede agregarse en una cantidad mayor a aproximadamente 1 mol/litro. Sin embargo, preferiblemente no se agrega un álcali sólido que exceda su solubilidad, porque se incluirá como una impureza en las partículas de óxido metálico.

Mediante el uso de un álcali sin metal alcalino como el componente principal, es posible preparar partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con bajo contenido de metal alcalino.

Particularmente se prefieren amoníaco, carbonato de amonio y bicarbonato de amonio debido a su velocidad de formación de película y la fácil eliminación de residuos.

(Disolvente orgánico)

El disolvente orgánico utilizado en la composición formadora de recubrimiento es preferiblemente uno en el cual la composición forma una solución uniforme. Por ejemplo, puede haber alcoholes, tales como metanol, etanol, propanol y pentanol, éteres y acetales, tales como tetrahidrofurano y 1,4-dioxano, aldehídos, tales como acetaldehído, cetonas, tales como acetona, diacetona alcohol y metiletilcetona y derivados de alcohol polihídrico, tales como etilenglicol, propilenglicol y dietilenglicol.

Entre éstos se prefieren particularmente los alcoholes, siendo especialmente preferido el etanol. Puede utilizarse cualquiera de estos o una combinación de dos o más seleccionados de este grupo como el disolvente orgánico.

No hay limitaciones particulares con respecto a la pureza del disolvente orgánico utilizado para la composición, y puede utilizarse cualquier disolvente empleado industrialmente o de uso común como reactivo; sin embargo, preferiblemente son de alta pureza.

(Composición formadora de recubrimiento de sílice)

Puede aplicarse un método común de preparación de una solución para la preparación de la composición formadora de recubrimiento de sílice. Un posible método es la adición de cantidades prescritas del álcali y agua al disolvente orgánico y agitación, seguida de la adición de tetraetoxisilano y agitación, pero un recubrimiento puede formarse con los componentes combinados en cualquier orden. Cuando se combinan el agua y el tetraetoxisilano, se prefiere que ambos se diluyan con el disolvente orgánico, para mejor control de la reacción.

Una composición formadora de recubrimiento de sílice preparada de este modo, que cumple con las condiciones de comprender ácido silícico o un precursor formador de ácido silícico, c) un álcali y d) un disolvente orgánico, en la cual la relación de agua/disolvente orgánico está en el intervalo de 0,1-10 y el contenido de silicio está en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro es una composición estable que básicamente no sufre sedimentación o deposición antes de ponerse en contacto con las partículas de óxido metálico. Después de poner en contacto las partículas de óxido metálico con la composición, la sílice comienza a depositarse selectivamente sobre las superficies de las partículas de óxido metálico. La deposición selectiva de sílice sobre las superficies de las partículas de óxido metálico significa que cuando las partículas de óxido metálico están en un estado de contacto con la composición formadora de recubrimiento de sílice, el líquido actual de la composición formadora de recubrimiento de sílice es estable y básicamente no sufre sedimentación ni deposición (es decir, precipitación de sílice) y por lo tanto es transparente, pero dicho sílice se precipita selectivamente de la composición líquida solamente en los sitios de contacto con las superficies de las partículas de óxido metálico, formando un recubrimiento sólido de sílice en dichos sitios. En otras palabras, esto no sucede después de que se haya producido la sílice sólida (en forma de partículas, etc.) en el líquido de la composición formadora de recubrimiento de sílice, la sílice se mueve o acumula (adhiere) a las superficies de las partículas de óxido metálico, o la sílice sólida se adhiere a las superficies de las partículas de óxido metálico secando el gel de la composición formadora de recubrimiento de sílice que ha producido la sílice sólida.

El contacto entre la composición formadora de recubrimiento de sílice y las partículas de óxido metálico puede lograrse después de la preparación de la composición formadora de recubrimiento de sílice que cumple con las condiciones anteriores, o de otro modo, una porción de los componentes de la composición formadora de recubrimiento de sílice puede colocarse en contacto con las partículas de óxido metálico y los componentes restantes de la composición formadora de recubrimiento de sílice agregada a continuación, para preparar la composición formadora de recubrimiento de sílice que cumpla con las condiciones anteriores. Independientemente del método, la preparación de una composición que cumpla con las condiciones de la invención puede evitar la sedimentación o deposición de la composición formadora de recubrimiento de sílice o cualquiera de sus componentes (es decir, precipitación de sílice) en todas las secciones excepto las de contacto con las partículas de óxido metálico.

(Óxido metálico)

El óxido metálico como un material de partida para las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice (en toda la presente memoria descriptiva, una referencia simplemente a partículas de óxido metálico recubiertas de sílice incluirá como regla las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice que componen el sol de óxido metálico recubierto de sílice de acuerdo con el segundo aspecto de la invención, o las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas del sol de óxido metálico recubierto de sílice, y se hará mención especial cuando sea necesario explicar específicamente el sol de óxido metálico recubierto de sílice) es preferiblemente uno o más óxidos metálicos seleccionados del grupo que consiste en titanía, óxido de cinc, óxido de cerio, óxido de zirconia y óxido de hierro. No hay limitaciones particulares con respecto al proceso para producir las partículas de óxido metálico utilizadas como material de partida, y puede emplearse cualquier método. En el caso de polvo de titanía, por ejemplo, puede producirse mediante cualquier método de producción tal como una oxidación de fase de vapor de alta temperatura de $TiCl_4$, hidrólisis de fase de vapor de $TiCl_4$, método de ácido sulfúrico, método de cloro, etc.

La cristalinidad del óxido metálico puede ser cualquier forma de cristal. En el caso de titanía, por ejemplo, puede ser amorfa, rutilo, anatasa o buchita, o una mezcla de los mismos. Sin embargo, las partículas de óxido metálico

preferiblemente tienen un mínimo de impurezas, y preferiblemente un bajo grado de agregación para mejor control del tamaño de partícula secundario.

(Composición formadora de sol de óxido metálico recubierto de sílice)

5 También puede emplearse un método común de preparación de solución para preparar la composición formadora de sílice utilizada para producir el sol de óxido metálico recubierto de sílice. Un posible método, por ejemplo, es agregar álcali, agua y disolvente orgánico a una cantidad prescrita del sol de óxido metálico, agitando para la dispersión completa del sol de óxido metálico, y agregando luego tetraetoxisilano y agitación; sin embargo, puede formarse un recubrimiento con cualquier orden de combinación y con cualquier número de adiciones repetidas. Cuando se combina el agua y el tetraetoxisilano, se prefiere que ambos se diluyan con el disolvente orgánico, para mejor control de la reacción.

15 Una composición formadora de recubrimiento de sílice preparada de este modo es una composición estable, como la composición descrita anteriormente, que básicamente no sufre sedimentación o deposición antes del contacto con el sol de óxido metálico en la medida que cumpla con las mismas condiciones descritas anteriormente. Después de poner en contacto el sol de óxido metálico, la sílice comienza a depositarse selectivamente sobre las superficies del sol de óxido metálico.

20 La dispersión del sol de óxido metálico obtenida mediante el proceso descrito anteriormente puede utilizarse para la composición formadora de recubrimiento de sílice en estado directo, o en caso de que sea necesario después de la eliminación de las sustancias sin reaccionar, ajuste del pH, o administración de las concentraciones del sol de óxido metálico, agua y disolvente orgánico. La cristalinidad del sol de óxido metálico puede ser de cualquier forma de cristal. En el caso de un sol de titania, por ejemplo, puede ser amorfo, rutilo, anatasa o buchita o cualquier mezcla de los mismos. Sin embargo, el sol de óxido metálico preferiblemente tiene un mínimo de impurezas, y preferiblemente un bajo grado de agregación con el fin de lograr el objeto de la invención. Un sol de óxido metálico con un bajo grado de agregación puede obtenerse ajustando adecuadamente los electrolitos y las condiciones de pH. El tamaño de partícula primaria promedio de las partículas finas de óxido metálico que componen el sol de óxido metálico es preferiblemente 1-100 nm, y más preferiblemente 5-20 nm. El tamaño de partícula primaria promedio puede controlarse ajustando adecuadamente las condiciones de reacción incluida la temperatura, concentración, tiempo de cocimiento, etc.

30 De acuerdo con la invención, se utiliza un sol de óxido metálico recubierto de sílice en el cual la superficie de las partículas de óxido en el sol se recubren con una película de sílice en la cual la relación I de las intensidades de los picos de absorción del espectro de absorción infrarroja a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ y $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ($I = I_1/I_2$ donde I_2 es la intensidad del pico de absorción a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ e I_1 es la intensidad del pico máximo de absorción a $1000-1100\text{ cm}^{-1}$) es 0,2 o más, y el índice refractivo es 1,435 o más.

35 El sol de óxido metálico recubierto de sílice que puede utilizarse en un material cosmético se obtiene mediante un proceso por el cual se agrega ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, un álcali, un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, agua a un sol de óxido metálico producido por hidrólisis a una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro después de la adición, y la sílice se deposita sobre la superficie del sol de óxido metálico para formar una película de sílice.

40 Más preferiblemente, se obtiene mediante un proceso por el cual se agrega un sol de óxido metálico producido por hidrólisis a una mezcla que comprende un álcali, un disolvente orgánico y en caso de que sea necesario agua, y luego se agrega también una mezcla que comprende ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro después de adición, y la sílice se deposita sobre la superficie de las partículas del sol de óxido metálico para formar una película de sílice.

45 El sol de óxido metálico que sirve como material de partida para el sol de óxido metálico recubierto de sílice puede comprender como óxido metálico, cualquiera o más de uno seleccionado del grupo que consiste en óxido de titanio, óxido de cinc, óxido de cerio, óxido de zirconia y óxido de hierro.

50 El proceso para producir el sol de óxido metálico no está particularmente limitado, y el sol puede producirse mediante cualquier proceso, por ejemplo, un proceso en el cual se hidroliza un alcóxido, un acetilacetato, una sal orgánica, tal como un acetato u oxalato, o un compuesto inorgánico tal como cloruro, oxiclорuro o nitrato de un elemento metálico. Preferiblemente se produce mediante un proceso de hidrólisis de un alcóxido metálico o cloruro metálico.

(Método de formación de recubrimiento de sílice)

55 Básicamente, una película de sílice puede formarse sumergiendo las partículas de óxido metálico en la composición formadora de recubrimiento de sílice y manteniéndola a una temperatura prescrita para depositar selectivamente la sílice sobre la superficie del óxido metálico. La composición formadora de recubrimiento también puede prepararse con anticipación y las partículas de óxido metálico se cargan en ella para formar la película de sílice, o las partículas de óxido metálico pueden suspenderse en un disolvente con anticipación y luego agregarse los otros componentes de partida para preparar la composición formadora de recubrimiento para la formación de la película de

sílice. En otras palabras, no hay limitaciones particulares con respecto al orden de la carga de los materiales de partida para la composición formadora de recubrimiento o las partículas de óxido metálico, ya que el recubrimiento puede formarse con cualquier orden de adición.

5 De estos métodos, se prefiere la preparación de una suspensión con partículas de óxido metálico, disolvente orgánico, agua y álcali y luego la carga periódica de un tetraalcoxilano diluido con el disolvente orgánico debido a que puede formar una película de sílice densa y satisfactoria, y puede construirse un proceso continuo industrialmente útil. Aun cuando se utiliza un sol de óxido metálico, se prefiere la adición del sol de óxido metálico a una mezcla del disolvente orgánico, agua y álcali y luego la carga periódica de un tetraalcoxilano diluido con el disolvente orgánico, o a veces agua, debido a que puede formar una película de sílice densa y satisfactoria, y puede construirse un proceso continuo industrialmente útil.

10 De acuerdo tanto con el primer como con el segundo aspecto de la invención, la película de sílice crece por la deposición sobre la superficie de óxido metálico y, por lo tanto, un mayor tiempo de formación de película producirá una película de sílice más espesa. A pesar de que la velocidad de la formación de la película obviamente disminuirá cuando el ácido silícico en la composición formadora de recubrimiento se haya consumido en gran medida por la formación del recubrimiento, la adición sucesiva de ácido silícico en una cantidad que corresponde al consumo permitirá la formación del recubrimiento de sílice a una velocidad de formación de película continua práctica. En particular, al mantener las partículas de óxido metálico durante un período de tiempo prescrito en la composición formadora de recubrimiento que contiene ácido silícico en una cantidad que corresponde al espesor deseado de la película de sílice, formando la película de sílice para consumir el ácido silícico, eliminando del sistema las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y agregando luego también ácido silícico que corresponda a la cantidad consumida, es posible utilizar posteriormente la composición para la formación de un recubrimiento sobre un siguiente lote de partículas de óxido metálico, para establecer de este modo un proceso continuo económico y muy productivo.

15 No hay limitaciones particulares con respecto a la temperatura para la formación de recubrimiento, pero preferiblemente está en el intervalo de 10°C a 100°C, y más preferiblemente en el intervalo de 20°C a 50°C. La velocidad de formación de película aumenta al elevar la temperatura, pero si la temperatura es excesivamente alta, la vaporización de los componentes en la composición puede complicar los esfuerzos para mantener una composición de solución constante. Si la temperatura es excesivamente baja, la velocidad de la formación de película se reduce hasta un nivel poco práctico.

20 El pH durante la formación del recubrimiento puede ser cualquier pH alcalino. Sin embargo, cuando se forma el recubrimiento de sílice sobre un óxido metálico con una solubilidad positiva dependiente de pH, se prefiere controlar el pH de la composición pelculígena. Para la producción de partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice, se prefiere disminuir la cantidad de álcali que se agrega para controlar el pH hasta por debajo de 11 durante la formación de película. Si el pH está por encima de 11, puede reducirse el rendimiento del producto recubierto de sílice. Asimismo, dado que un contenido menor de álcali reduce la velocidad de formación de película, se prefiere aumentar la temperatura de formación de película o aumentar el contenido de silicio para mantener una velocidad práctica de formación de película.

25 Después de formar el recubrimiento de sílice sobre la superficie de las partículas de óxido metálico o después de formar el sol de óxido metálico recubierto de sílice, si se desea, la separación de sólidos/líquidos puede aislar las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice. El método utilizado puede ser cualquier método de separación común, tal como filtración, sedimentación centrífuga, separación centrífuga o similar.

30 La separación de sólidos/líquidos puede estar seguida por secado para obtener partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con un bajo contenido de humedad. El método utilizado puede ser cualquier método de secado común tal como secado natural, secado con aire cálido, secado en vacío, secado por pulverizador o similares.

35 El proceso para producir partículas de óxido metálico recubiertas de sílice utilizado para la invención no necesariamente requiere cocimiento.

40 La película de sílice obtenida mediante el proceso de producción descrito anteriormente sigue el contorno de la forma compleja de las partículas de óxido metálico como el sustrato, y exhibe propiedades satisfactorias de recubrimiento y un alto poder de supresión de la actividad fotocatalítica aun con una fina capa de aproximadamente 0,5 nm. Además, dado que el recubrimiento de sílice puede formarse con un contenido de metal alcalino muy bajo, la película de sílice no se disuelve y las propiedades de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice no se alteran aun en ambientes de alta temperatura/alta humedad.

45 Cuando se forma un sol de óxido metálico recubierto de sílice de acuerdo con el segundo aspecto de la invención, la formación de recubrimiento puede estar seguida por la eliminación de los materiales de partida sin reaccionar, disolvente alcalino y orgánico y, en caso de que sea necesario, concentración, para obtener el sol de óxido metálico recubierto de sílice. El método utilizado puede ser cualquier método de separación común, tal como evaporación, destilación, separación de membrana o similares.

El medio (o disolvente) del sol recubierto de sílice no está particularmente limitado, pero generalmente se selecciona de entre medios dermatológicamente inocuos. Por ejemplo, puede utilizarse agua, aceite mineral o aceite de silicona. El medio puede cambiarse de agua a otro medio mediante intercambio de disolventes común o separación de membrana.

5 Mediante la separación de sólidos/líquidos del sol de óxido metálico recubierto de sílice seguida de secado, es posible obtener partículas de óxido metálico recubiertas de sílice. El método utilizado para la separación de sólidos/líquidos puede ser cualquier método común de separación tal como filtración, sedimentación centrífuga, separación centrífuga o similar. El método de secado utilizado puede ser cualquier método común de secado tal como secado natural, secado con aire cálido, secado en vacío, secado con pulverizador o similares. Si ocurre agregación de
10 partículas debido al secado, pueden pulverizarse los agregados. El sol de óxido metálico recubierto de sílice tiene fuerte poder de cobertura sobre las bases de las partículas de óxido metálico y, por lo tanto, la pulverización no causará la destrucción del recubrimiento de sílice, y no disminuirá el efecto supresor de la actividad fotocatalítica ni alterará la textura durante el uso. El método de pulverización no está particularmente limitado y puede emplear un molino de chorro, un molino de tambor de alta velocidad o similares.

15 Si se utilizan partículas de óxido metálico o se utiliza un sol de óxido metálico, la película de sílice obtenida mediante el proceso de producción antes mencionado tiene una relación I de las intensidades de los picos de absorción del espectro de infrarrojo a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ y $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ($I = I_1/I_2$: donde I_2 es la intensidad del pico máximo de absorción a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ e I_1 es la intensidad del pico máximo de absorción a $1000-1100\text{ cm}^{-1}$) de 0,2 o más, y un índice refractivo de 1,435 o más. Es decir, es un recubrimiento de sílice denso y práctico que retiene las propiedades originales de la superficie de la película de sílice (humedad, suavidad), lo cual no se ha logrado hasta el
20 momento con cocimiento.

La película de sílice también sigue cuidadosamente el contorno de la forma compleja del material base de partículas de óxido metálico, y exhibe propiedades de recubrimiento satisfactorias y un gran poder de supresión de la actividad fotocatalítica aun con una capa fina de aproximadamente 0,1 nm. Además, dado que el recubrimiento de sílice
25 puede formarse con un contenido muy bajo de álcali, la película de sílice no se disuelve y las propiedades del sol de óxido metálico recubierto de sílice no se alteran aun en ambientes de alta temperatura/alta humedad. El espesor de la película de sílice es preferiblemente 0,1-100 nm y más preferiblemente 1-20 nm.

(Tratamiento hidrofobizante)

30 De acuerdo con la invención, y especialmente de acuerdo con el primer aspecto, la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice es tratada con un agente hidrofobizante, pero si se desea, también puede tratarse la superficie de un sol de óxido metálico recubierto de sílice obtenido de acuerdo con el segundo aspecto con un agente hidrofobizante.

El método de tratamiento de superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con el agente hidrofobizante puede ser cualquier método conocido públicamente en la medida en que sea aplicable. Pueden utilizarse
35 métodos secos, métodos húmedos y métodos de pulverizado comunes. En el caso de un método seco, por ejemplo, el método puede implicar agregar un agente hidrofobizante o una solución de disolvente orgánico de un agente hidrofobizante a las partículas de óxido metálico agitadas con una mezcla, tal como un mezclador con forma de V, mezclador Henschel o similares mediante un método tal como pulverizado, continuando la mezcla para la unión uniforme a la superficie del polvo, secado y, en caso de que sea necesario, calentamiento para lograr una unión firme. En el caso de un método húmedo, el método utilizado puede implicar la dispersión de las partículas de óxido metálico en
40 agua o un disolvente orgánico, la adición del agente hidrofobizante y el catalizador de reacción, etc., y también mezclado seguido de filtración y secado. En el caso de un método con pulverizador, el método puede implicar el pulverizado del agente hidrofobizante o su solución en las partículas de óxido metálico a alta temperatura, para el recubrimiento de las superficies.

45 También puede emplearse un método conocido públicamente del sol de óxido metálico recubierto de sílice con el agente hidrofobizante. De acuerdo con la invención, se prefiere un método húmedo desde el punto de vista de no alterar la dispersabilidad y el tamaño de partícula primaria pequeño del sol de partida. Por ejemplo, el método húmedo puede implicar la adición del agente hidrofobizante o su solución y un catalizador de reacción, etc. a una dispersión del sol de óxido metálico en agua, un disolvente orgánico o un disolvente mezclado, seguido de agitación para lograr un
50 tratamiento de superficie.

También puede utilizarse un método seco o un método con pulverizador para hidrofobización directa de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice. Dicho método puede ser cualquiera de métodos conocidos públicamente mencionados anteriormente.

(Agente hidrofobizante)

55 El agente hidrofobizante utilizado para la invención no está particularmente limitado, y por ejemplo, pueden utilizarse ácidos grasos superiores, alcoholes superiores y sus derivados, tales como ceras, triglicéridos de ácido graso superiores, ácidos grasos superiores, sales metálicas polivalentes de ácido graso superiores y sales de sulfato metálico

5 polivalente alifática superiores; compuestos que contienen flúor orgánico tales como ácidos grasos superiores perfluorinados o parcialmente fluorinados y alcoholes superiores; y compuestos de silicio orgánicos tales como aceites de silicona, alcoxisilanos orgánicos, clorosilanos orgánicos y silazanos. Preferiblemente se utilizan sales metálicas polivalentes de ácido graso superiores, aceites de silicona, agentes de acoplamiento de silano y alcoxisilanos, y particularmente se prefieren alcoxisilanos y agentes de acoplamiento de silano desde el punto de vista de lograr un efecto práctico.

10 Los aceites de silicona utilizados para la invención no están particularmente limitados, y pueden mencionarse dimetilpolisiloxano, metilhidrogenopolisiloxano, metilfenilpolisiloxano y polidimetilsiloxano cíclico. También pueden utilizarse aceites de silicona alquilo-modificados, poliéter-modificados, amino-modificados, mercapto-modificados, epoxi-modificados y flúor-modificados.

No hay limitaciones particulares con respecto a los clorosilanos que se utilizarán para la invención, y pueden mencionarse trimetilclorosilano, dimetildiclorosilano, metiltriclorosilano, metildiclorosilano, dimetilvinilclorosilano, metilvinildiclorosilano, trifenilclorosilano, metildifenilclorosilano, difenildiclorosilano, metilfenildiclorosilano y feniltriclorosilano.

15 No hay limitaciones particulares con respecto a los silazanos que se utilizarán para la invención, y pueden mencionarse hexametildisilazano, N,N'-bis(trimetilsilil)urea, N-trimetilsililacetamida, dimetiltrimetilsililamina, dietiltrimetilsililamina y trimetilsililimidazol.

20 No hay limitaciones particulares con respecto a los alcoxisilanos orgánicos que se utilizarán para la invención, y pueden mencionarse como ejemplos agentes acopladores de silano tales como viniltriclorosilano, viniltris(β -metoxietoxi)silano, viniltrimetoxisilano, viniltrietoxisilano, γ -(metacrilóloxipropil)trimetoxisilano, β -(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxisilano, γ -glicidiloxipropiltrimetoxisilano, γ -glicidiloxipropilmetildietoxisilano, N- β (aminoetil) γ -aminopropiltrimetoxisilano, N- β (aminoetil) γ -aminopropilmetildietoxisilano, γ -aminopropiltriethoxisilano, N-fenil- γ -aminopropiltrimetoxisilano, γ -mercaptopropiltrimetoxisilano y γ -cloropropiltrimetoxisilano, así como también metiltrimetoxisilano, dimetildietoxisilano, trimetiletetoxisilano, metiltrietoxisilano, dimetildietoxisilano, trimetiletetoxisilano, metildietoxisilano, metildietoxisilano, dimetiletetoxisilano, dimetilvinilmetoxisilano, dimetilviniletetoxisilano, feniltrimetoxisilano, feniltrietoxisilano, difenildietoxisilano y difenildietetoxisilano. También pueden utilizarse alcoxisilanos con grupos alquilo perfluorinados o parcialmente fluorinados.

(Tratamiento con alcoxisilano)

Se prefiere el uso de los alquilalcoxisilanos representados por la siguiente fórmula.

30 Fórmula: $R_1(R_2)_nSiX_{3-n}$

donde R_1 es un grupo alquilo de 1-4 carbonos o fenilo, R_2 es un átomo de hidrógeno, grupo alquilo de 1-4 carbonos o fenilo, X es un grupo alcoxilo de 1-4 carbonos y n un número entero de 0-2.

35 De acuerdo con la invención, el tratamiento de superficie con el alcoxisilano puede ser un método de fase líquida o un método seco, pero se prefiere un método de fase líquida desde el siguiente punto de vista. Específicamente, después de poner en contacto las partículas de óxido metálico con la composición formadora de recubrimiento de sílice para formar el recubrimiento de sílice, el agente hidrofobizante puede agregarse sin separar el polvo, o en caso de que sea necesario, puede agregarse el álcali, agua y disolvente y puede llevarse a cabo el tratamiento de superficie de óxido metálico recubierto de sílice continuamente con el agente hidrofobizante. Este método en un método industrialmente ventajoso que permite que se omitan las etapas intermedias de separación y purificación.

40 Particularmente se prefiere una fase líquida especialmente de acuerdo con el segundo aspecto de la invención, cuando se utiliza con alquilalcoxisilano como el agente hidrofobizante para tratamiento de superficie. Específicamente, después del recubrimiento de sílice de las partículas de óxido metálico en el sol mediante el método descrito anteriormente, el agente hidrofobizante puede agregarse sin separar las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice o, en caso de que sea necesario, puede agregarse el agua, disolvente orgánico y álcali para formar una composición con una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio derivado del alquilalcoxisilano de 0,0001-5 moles/litro, para deposición selectiva del producto de reacción del alquilalcoxisilano sobre la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice. Este método no implica una etapa de secado y, por lo tanto, es un método industrialmente ventajoso que permite que se omita la etapa intermedia de separación de sólidos, sin alterar la dispersabilidad y el tamaño de partícula primaria pequeño del sol de partida.

50 La composición hidrofobizante en el proceso para la producción de un sol metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada utilizando un alquilalcoxisilano tiene una relación de volumen de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio derivado de alquilalcoxisilano en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro. El contenido de silicio, agua, relación de agua/disolvente orgánico, álcali, disolvente orgánico, temperatura, pH y la etapa de separación/purificación para esta composición pueden ser las mismas que se describen para la composición formadora de recubrimiento de sílice. Asimismo, a pesar de que esta composición se obtiene agregando un alquilalcoxisilano en lugar de un precursor productor de ácido silícico a la composición formadora de recubrimiento de sílice antes mencionada después de que se forma el recubrimiento de sílice, la composición y las condiciones no deben

ser necesariamente idénticas. Por ejemplo, la velocidad de reacción del alquilalcoxilano difiere del precursor productor de ácido silícico, puede agregarse un álcali, agua o disolvente en caso de que sea necesario, y la relación de agua/disolvente orgánico, contenido de silicio, pH, temperatura y otras condiciones de reacción pueden seleccionarse para producir una velocidad de reacción práctica dentro de los rangos limitados antemencionados.

5 (Cobertura para el tratamiento con agente hidrofobizante)

La cobertura del agente hidrofobizante es suficiente en la medida en que sea la cobertura mínima que permita al agente hidrofobizante cubrir completamente las superficies de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice del material de partida. La cobertura puede calcularse mediante la siguiente fórmula:

$$10 \frac{\text{Masa de las partículas de óxido metálico (g)} \times \text{Área de superficie específica (m}^2\text{/g)}}{\text{Área mínima de recubrimiento del agente hidrofobizante (m}^2\text{/g)}}$$

El límite superior para la cantidad de agente hidrofobizante agregado no puede especificarse para todos los casos, pero un exceso no es económico porque resultará en deposición en cualquier otro lugar excepto sobre la superficie de las partículas de óxido metálico. Para las partículas de óxido metálico comunes recubiertas de sílice, preferiblemente no es más del 30 %p y más preferiblemente no más del 20 %p.

15 (Propiedades de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y sol)

20 El espesor de la película de sílice de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (incluida un sol de óxido metálico recubierto de sílice, la misma que se presenta más adelante) es 0,1-100 nm, y preferiblemente 0,5-25 nm. Por debajo de este rango, puede que no sea posible obtener un material cosmético con un efecto supresor adecuado sobre la actividad fotocatalítica, mientras que una cantidad por encima de este intervalo puede no dar un material cosmético con una función de detección ultravioleta adecuada, y no es económico.

25 La actividad fotocatalítica de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada, como se mide mediante el método de autooxidación de tetralina, es 60 Pa/min o menos. Por encima de este rango, puede que no sea posible lograr un efecto supresor de actividad fotocatalítica adecuada.

30 Las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada utilizadas para la invención tienen un tamaño de partícula primaria de 5-500 nm y preferiblemente 5-120 nm, y un tamaño de partícula secundario de 0,5-10 µm. Las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice del sol de óxido metálico recubierto de sílice de la invención tienen un tamaño de partícula primaria de 1-100 nm y preferiblemente 5-20 nm. Fuera de estos rangos, puede que no sea posible obtener un material cosmético con una textura satisfactoria durante el uso y una función de alta detección ultravioleta. Las partículas primarias y las partículas secundarias se definen en la invención de acuerdo con Kubo, K. et al., "Funtai (Particles)", páginas 56-66, 1979.

35 El coeficiente de fricción dinámica de polvo de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice de superficie hidrofobizada utilizadas para la invención, como se mide mediante el método de placa de vidrio, es preferiblemente no más de 0,54, y más preferiblemente no más de 0,49. Si excede 0,54, puede que no sea posible obtener un material cosmético con una textura satisfactoria durante el uso.

40 La velocidad de decoloración del pigmento de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada utilizadas para la invención, como se mide mediante el método Sunset Yellow, es preferiblemente no más de 0,06 y, aun más preferiblemente no más de 0,02. Si excede 0,06, el efecto supresor de la actividad fotocatalítica puede ser insuficiente, y puede no ser posible obtener un material cosmético con alta estabilidad de almacenamiento.

45 La velocidad de descomposición del absorbente de base orgánica mediante las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada utilizadas para la invención, como se mide mediante el método parasol, es preferiblemente no más de 0,02, y más preferiblemente no más de 0,01. Si es menos de 0,02, el efecto supresor de la actividad fotocatalítica puede ser insuficiente, y puede que no sea posible obtener un material cosmético con baja descomposición del absorbente ultravioleta de base orgánica.

50 Cuando se utilizan las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la invención, la alta transmitancia de luz visible con función de alta detección ultravioleta proporciona un cosmético altamente transparente.

Las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice utilizadas para la invención no requieren cocimiento particular. Sin embargo, pueden utilizarse con cocimiento.

Las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas del sol de óxido metálico recubierto de sílice de la invención tienen un tamaño de

partícula primaria pequeño, poca agregación y dispersabilidad satisfactoria y, por lo tanto, exhiben una función de alta detección ultravioleta y alta transmitancia de la luz visible. Más aun, dado que están cubiertas con un recubrimiento de sílice denso y práctico, exhiben un alto efecto supresor de actividad fotocatalítica, baja degeneración de otros componentes cosméticos agregados, y una textura satisfactoria durante el uso y suavidad. Por lo tanto, mediante la combinación de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas de un sol de óxido metálico recubierto de sílice y sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada, es posible obtener un material cosmético con detección ultravioleta con una capacidad satisfactoria de almacenamiento, seguridad y excelente transparencia y textura durante el uso. Preferiblemente se utiliza un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada y partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada en un cosmético de base oleosa, material cosmético de emulsión de agua/aceite o un material cosmético impermeable resistente a la desintegración cosmética por transpiración y humedad.

El material cosmético obtenido de un sol de óxido metálico recubierto de sílice, de acuerdo con la invención, comprende las antemencionadas partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas de un sol de óxido metálico recubierto de sílice y/o sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada o sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada, y puede producirse mediante un proceso común utilizando materiales de partida comunes que son compatibles con materiales cosméticos.

(Material cosmético)

El material cosmético de la invención puede producirse mediante un proceso de producción común que utiliza materiales de partida que son compatibles con los materiales cosméticos que comprenden partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada. (Este significado incluye sol de óxido metálico recubierto de sílice, el mismo que se presenta más adelante)

El material cosmético de la invención no está particularmente limitado en la medida que comprenda polvo y una porción de base oleosa, y el polvo también puede dispersarse en un disolvente o solución. Como ejemplos pueden mencionarse harina, base, polvo, colorete, sombra de ojos, lápiz labial, delineador de ojos, rímel, maquillaje para cejas, crema, esencia, loción, agua cosmética, emulsión, espuma y similares. Particularmente se prefieren materiales cosméticos de base oleosa, materiales cosméticos de emulsión de agua/aceite y materiales cosméticos impermeables resistentes a la desintegración cosmética por transpiración y humedad.

Los componentes en polvo y los componentes de aceite conforman el material cosmético de la invención. Los componentes en polvo incluyen, además de polvos de óxido metálico recubiertos de sílice y polvos de óxido metálico recubiertos de sílice con superficie hidrofobizada, también pigmentos constitucionales (por ejemplo, mica, talco, caolina, carbonato de calcio, carbonato de magnesio, anhídrido silícico, óxido de aluminio, sulfato de bario, etc.), pigmentos blancos (por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de cinc, etc.) y pigmentos de color (por ejemplo, rojo de óxido de hierro, amarillo de óxido de hierro, negro de óxido de hierro, óxido de cromo, ultramarino, azul de hierro, negro de carbón, etc.), y éstos pueden combinarse de manera adecuada. Además, pueden utilizarse polvos esféricos (por ejemplo, polvo de nylon, polvo de polimetilmetacrilato, etc.) para una mejor textura durante el uso.

Como componentes oleosos que se incluirán en el material cosmético pueden mencionarse parafina líquida, escualeno, aceite de ricino, gliceril diisostearato, gliceril triisostearato, gliceril tri-2-etilhexanoato, miristato de isopropilo, gliceril triisostearato, dimetilpolisiloxano, metilfenilpolisiloxano, vaselina, diisostearil malato y lanolina purificada.

La cantidad de componente oleoso combinado con el material cosmético en polvo sólido es preferiblemente 3 %p o más y más preferiblemente 10-90 %p.

El componente oleoso también puede incluir un absorbente ultravioleta de base orgánica. Un absorbente ultravioleta de base orgánica es un compuesto orgánico con una función de protección de la piel mediante la absorción de los rayos ultravioletas y su conversión en energía tal como calor, vibración, fluorescencia, radicales o similares. Como absorbentes ultravioletas que pueden utilizarse en el material cosmético de la invención pueden mencionarse, sin limitaciones particulares, absorbentes ultravioletas en base a benzofenona, en base a ácido salicílico, en base a PABA, en base a ácido cinámico, en base a dibenzoilmetano y en base a ácido urocánico. La cantidad de adición está en el intervalo de 0,1-10 %p, pero la cantidad de determina preferiblemente como apropiada dependiendo de la capacidad de absorción ultravioleta del absorbente. Las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice utilizadas para la invención tienen un efecto supresor de la actividad fotocatalítica y, por lo tanto, aun cuando se utilizan en combinación con absorbentes ultravioletas de base orgánica, la descomposición del absorbente se inhibe y puede obtenerse un material cosmético con una alta función de detección ultravioleta.

Los emulsionantes existentes también pueden agregarse en cantidades comunes al material cosmético de la invención. Por ejemplo, puede utilizarse cualquiera de las emulsiones descritas en "Cosmetic Material Standards, 2da Edición, Comentada" editado por Nihon Koteisho Kyokai, 1984 (Editorial Yakuji Nippo), "Cosmetic Material Standards: Standardized Mixing Components", editado por el Ministerio de Salud y Bienestar, Departamento de Asuntos

Farmacéuticos, 1993 (Editora Yakuji Nippo), "Supplementary Cosmetic Material Standards: Standardized Mixing Components", editado por el Ministerio de Salud y Bienestar, Departamento de Asuntos Farmacéuticos, 1993 (Editorial Yakuji Nippo), "Cosmetic Classification and Approval Standards", editado por el Ministerio de Salud y Bienestar, Departamento de Asuntos Farmacéuticos, 1993 (Editorial Yakuji Nippo) y "Encyclopedia of Cosmetic Material Terms", 1991, Nikko Chemicals. También pueden utilizarse ésteres de tocoferilfosfato como emulsionantes.

El material cosmético de la invención utilizado en combinación con, o mezclado con, componentes antiinflamatorios conocidos o componentes antiflogísticos para ayudar a evitar la inflamación mediante rayos ultravioletas. No hay limitaciones particulares con respecto a los componentes antiflogísticos que pueden agregarse al material cosmético de la invención, y pueden mencionarse antiflogísticos en base a derivados de anilina, antiflogísticos en base a derivados de ácido salicílico, antiflogísticos en base a derivados de pirazolona, antiflogísticos en base a indometacina, antiflogísticos en base a ácido mefenámico, antipodágricos, antiespasmódicos, expectorantes, broncodilatadores, potenciadores respiratorios, antihistaminas, agentes antialérgicos y agentes enzimáticos antiinflamatorios.

Cuando se combina un antioxidante, como una sustancia con un efecto antioxidante, con un material cosmético que comprende partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la invención, es posible también minimizar la actividad fotocatalítica de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice inhibiendo la generación de radicales libres mediante rayos ultravioletas, proporcionando así un material cosmético con fototoxicidad muy baja. Como antioxidantes que pueden utilizarse para un efecto de minimización de la actividad fotocatalítica en materiales cosméticos de acuerdo con la invención se pueden mencionar, sin limitaciones particulares, vitamina A, β -caroteno, astaxantina, vitamina B, vitamina C, L-ascorbato-2-fosfato de magnesio, L-ascorbato-2-fosfato de sodio, L-ascorbato-2-fosfato de magnesio de sodio, L-ascorbato-2-glucósido, L-ascorbato-2-fosfato-5,6-bencilideno, vitamina E natural, dl- α -tocoferol, éster dl- α -tocoferilacetato, dl- α -tocoferilfosfato de sodio, ubiquinonas y sus derivados de vitaminas, cisteína, glutatión, glutatión peróxidasa, SOD, catalasa, ácido cítrico, ácido fosfórico, polifenoles, catequinas, extracto de té, ácido kójico, ácido nucleico, hidroquinona y albutina. Cualquiera de estos antioxidantes o una combinación de dos o más de ellos puede seleccionarse de entre este grupo.

Un material cosmético de acuerdo con la invención también puede contener otros componentes que comúnmente se agregan a cosméticos y otras composiciones, tales como aceites y grasas, ceras, hidrocarburos, ácidos grasos, alcoholes, alcoholes polihídricos, azúcares, ésteres, jabones de metal, compuestos poliméricos solubles en agua, surfactantes, antioxidantes, agentes antimicrobianos y antisépticos, vitaminas, hormonas, agentes colorantes y similares.

La cantidad de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada en un material cosmético de la invención está preferiblemente en el intervalo de 1-50 %p y más preferiblemente 5-30 %p con respecto al material cosmético.

En términos generales, para las partículas de titanía recubiertas de sílice se prefiere utilizar titanía con una alta proporción de un tipo de rutilo fotocatalítico en lugar de un tipo anatasa. Sin embargo, las partículas de titanía recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada utilizadas en un material cosmético de acuerdo con la invención pueden minimizar la generación de radicales libres mediante rayos ultravioletas, y por lo tanto proporcionan un material cosmético con baja fototoxicidad independientemente del tipo de cristal.

Un material cosmético que comprende las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la invención no solamente tiene una función de alta detección ultravioleta, sino que también tiene una excelente textura durante el uso sin una mala textura o poca extensión cuando las partículas de óxido metálico están presentes a una alta concentración. El material cosmético de la invención tiene alta transparencia y no exhibe palidez en la terminación cosmética como cuando se utilizan las partículas de titanía convencionales. Asimismo, dado que la actividad fotocatalítica mediante el óxido metálico se suprime adecuadamente, no se promueve la degeneración de los otros componentes agregados en la composición y se logra excelente estabilidad de almacenamiento. También pueden incluirse absorbentes ultravioletas de base orgánica para lograr una función de alta detección ultravioleta. Además, al agregarse antioxidantes con efectos antioxidantes, es posible reducir en gran medida la generación de oxígeno activo y similares y, por lo tanto, aumentar la seguridad para el uso humano.

El espesor de la película y el índice refractivo de la película de sílice de la invención puede medirse para una película de sílice sobre una oblea de silicio acumulada en el sistema durante la síntesis de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice. La oblea de silicio tiene el mismo recubrimiento de sílice que aquel que se forma sobre las partículas de óxido metálico. El índice refractivo de la película de sílice puede medirse con un elipsómetro (ELIPSÓMETRO LASSER ESM-1A, de ULVAC). El espesor de la película puede medirse utilizando un instrumento de medida de nivel. El espectro de absorción infrarroja de transmisión de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (FT-IR-8000 de JASCO Corp.) puede medirse utilizando el método KBr.

El tamaño de partícula primaria y el espesor de la película de sílice de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada pueden determinarse a partir de una imagen de microscopía electrónica de transmisión. El tamaño de partícula secundaria puede medirse mediante el método de dispersión de luz láser (MICROTRACK MK-II,

Nikkiso Corp.). El contenido total de metal alcalino puede medirse mediante el análisis de llama después de disolver las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice/partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada en ácido sulfúrico.

5 La actividad fotocatalítica o la velocidad inicial del consumo de oxígeno de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada puede medirse mediante el método de autooxidación de tetralina (Seino, M., "Titanium Oxide — Properties and Application Techniques", Editora Gihodo, páginas 196-197, 1991). Las condiciones de medición son una temperatura de 40°C, 20 ml de tetralina y 0,02 g de las partículas de óxido metálico.

10 La transmitancia de luz, la velocidad de descomposición del absorbente ultravioleta de base orgánica, el coeficiente de fricción dinámica de polvo, la velocidad de decoloración del pigmento, y la impermeabilidad de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada de la invención pueden medirse mediante el método COSMAL, el método parasol, el método de placa de vidrio, el método Sunset Yellow y el método de solución de metanol, como se describe en la presente memoria descriptiva.

Ejemplos

15 Los ejemplos de la presente invención se explicarán ahora en detalle comprendiendo que la invención no está limitada a estos ejemplos.

(Ejemplo de Producción Comparativo 1a) Producción de las partículas de titania recubiertas de sílice.

20 La suspensión 1 se preparó mezclando 7,07 kg de agua desionizada, 25,43 kg de etanol (Junsei Chemical Co., Ltd.) y 1,143 kg de 25 %p de agua de amoníaco (Taisei Kako Co.) en un reactor de 30 L y dispersando luego en la misma 1,765 kg de partículas de titania (Titania F-4 de Showa Titanium Co., tamaño de partícula primaria: 30 nm). A continuación, se combinaron 1,53 kg de tetraetoxisilano (Nacalai Tesque, Inc.) y 659 g de etanol para preparar la Solución 1. Después de agregar la Solución 1 a una velocidad fija en un período de 9 horas a la Suspensión 1 mientras se agitaba con una paleta de agitación, la mezcla se dejó madurar o endurecerse por envejecimiento durante 12 horas. La formación del recubrimiento de sílice y la maduración o endurecimiento por envejecimiento se llevó a cabo a 25°C.

25 La porción sólida se filtró luego mediante filtración centrífuga y se secó al vacío a 50°C durante 12 horas para obtener partículas de titania recubiertas de sílice.

(Ejemplo de Producción 1b) Producción de las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.

30 Se llevó a cabo el mismo procedimiento hasta la formación y la maduración de la película de sílice del mismo modo que el Ejemplo de Producción 1a. La Suspensión 2 se preparó agregando 430 g de 25 %p de agua de amoníaco con las partículas de titania recubiertas de sílice aún presentes en la solución de reacción, y agitando. A continuación, se agregaron a la misma 330 g de dimetildietoxisilano (TSL8122, Toshiba Silicon) y 330 g de etanol para preparar la Solución 2. Después de agregar la Solución 2 a una velocidad fija en un período de 9 horas a la Suspensión 2 mientras se agitaba, la mezcla se dejó madurar durante 12 horas. El recubrimiento de superficie y la maduración se llevaron a cabo a 45°C.

35 La porción sólida se filtró mediante filtración centrífuga y se secó al vacío a 50°C durante 12 horas para obtener partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.

(Ejemplo de Producción Comparativo 2a) Producción de partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice

40 La Suspensión 3 se preparó mezclando 20,19 kg de agua desionizada, 19,8 kg de etanol (Junsei Chemical Co., Ltd.) y 204 mL de 25 %p de agua de amoníaco (Taisei Kako Co.) en un reactor de 50 L y luego dispersando en la misma 1,914 kg de partículas de óxido de cinc (MZ0350 de Sumitomo Osaka Cement, tamaño de partícula primaria: 37 nm). A continuación, se agregaron a la misma 740 kg de tetraetoxisilano (Nacalai Tesque, Inc.) y 488 g de etanol para preparar la Solución 3.

45 Después de agregar la Solución 3 a una velocidad fija en un período de 9 horas a la Suspensión 3 mientras se agitaba con una paleta de agitación, la mezcla se dejó madurar durante 12 horas. La formación y maduración del recubrimiento de sílice se llevó a cabo a 45°C. A continuación, se filtró la porción sólida mediante filtración centrífuga y se secó al vacío a 50°C durante 12 horas para obtener las partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice.

(Ejemplo de Producción 2b) Producción de partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.

50 Se llevó a cabo el mismo procedimiento hasta la formación de sílice y maduración del mismo modo que el Ejemplo de Producción 2a. La Suspensión 4 se preparó agregando 136 mL de 25 %p de agua de amoníaco y 200 mL de agua desionizada con las partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice aún presentes en la solución de reacción, y agitación. A continuación, se agregaron a la misma 400 g de dimetildietoxisilano (8122, Toshiba Silicon) y 400 g de

etanol para preparar la Solución 4. Después de agregar la Solución 4 a una velocidad fija en un período de 12 horas a la Suspensión 4 mientras se agitó con una paleta de agitación, la mezcla se dejó madurar durante 12 horas. El recubrimiento de superficie y la maduración se llevaron a cabo a 45°C.

5 La porción sólida se filtró luego mediante filtración centrífuga y se secó al vacío a 50°C durante 12 horas para obtener partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.

(Ejemplos de Producción Comparativos 3a-5a) Producción de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice

10 Se utilizaron partículas de óxido de cerio, partículas de óxido de zirconia y las partículas rojas de óxido de hierro en lugar de titanía en el Ejemplo de Producción 1, en las mismas condiciones de producción, para obtener partículas de óxido de cerio recubiertas de sílice, partículas de óxido de zirconia recubiertas de sílice y partículas rojas de óxido de hierro recubiertas de sílice.

(Ejemplos de Producción 3b-5b) Producción de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada

15 Se utilizaron partículas de óxido de cerio, partículas de óxido de zirconia y partículas rojas de óxido de hierro en lugar de titanía en el Ejemplo de Producción 1b, en las mismas condiciones de producción, para obtener partículas de óxido de cerio recubiertas de sílice, partículas de óxido de zirconia recubiertas de sílice y partículas rojas de óxido de hierro recubiertas de sílice.

20 Tras medir los espectros de absorción infrarroja de transmisión para las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas en los Ejemplos Comparativos 1a-5a mediante el método KBr, se observó absorción atribuida a vibración por estiramiento de Si-O-Si a 1000-1200 cm⁻¹ en todos los casos, mientras que no se observó absorción de la vibración por estiramiento de C-H a 2800-3000 cm⁻¹ y, por lo tanto, el recubrimiento producido se identificó como sílice.

Se midió el tamaño de partícula primaria, tamaño de partícula secundaria, espesor de película de sílice, relación I del pico de la intensidad pico del espectro de absorción infrarroja, índice refractivo de la película de sílice, actividad fotocatalítica mediante el método de autooxidación de tetralina, impermeabilidad y concentración total de metal alcalino.

25 Se midió el tamaño de partícula primaria, tamaño de partícula secundaria, espesor de la película de sílice, actividad fotocatalítica mediante el método de autooxidación de tetralina y impermeabilidad para las partículas de titanía recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada de los Ejemplos de Producción 1b-5b. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1 Propiedades de las partículas de óxido metálico (1)

Partículas de óxido metálico	Tamaño de partícula primaria nm	Tamaño de partícula secundaria μm	Espesor de película nm	Valor I	Índice refractivo	Actividad fotocatalítica mmH ₂ O/min	Impermeabilidad
Ej. de Prod. 1a*	30	2,6	2	0,5	1,447	4,9	-
Ej. de Prod. 2a*	37	3,5	4	0,5	1,445	4,1	-
Ej. de Prod. 3a*	95	8,3	12	0,4	1,450	3,8	-
Ej. de Prod. 4a*	80	4,0	10	0,4	1,444	3,4	-
Ej. de Prod. 5a*	90	9,1	11	0,4	1,442	3,2	-
Ej. de Prod. 1b	30	1,8	2			4,9	+
Ej. de Prod. 2b	37	2,4	4			4,0	+
Ej. de Prod. 3b	95	3,6	12			3,8	+
Ej. de Prod. 4b	80	2,9	10			3,4	+
Ej. de Prod. 5b	90	4,6	11			3,2	+

30 +: Impermeabilidad, sin sedimentación de partículas

-: Sin impermeabilidad, sedimentación de partículas en solución, turbidez de la solución

*Ejemplo Comparativo

5 (Ejemplo de Producción 6) Producción de sol de titania recubierto de sílice (no pertenece al alcance de la presente invención)

10 La Suspensión 1 se preparó mezclando 25,10 kg de etanol (Junsei Chemical Co., Ltd.) y 1,14 kg de 25 %p de agua de amoníaco (Taisei Kako Co.) en un reactor de 50 L y dispersando en el mismo 8,83 kg de un sol de titania acuosa (concentración de titania: 20,0 %p, tamaño de partícula primaria: 16 nm, área de superficie: 136 g/m²). A continuación, se agregaron a la misma 2,30 kg de tetraetoxisilano (Nacalai Tesque, Inc.) y 990 g de etanol para preparar la Solución 2. Después de agregar la Solución 2 a una velocidad fija en un período de 9 horas a la Suspensión 1 mientras se agitaba con una paleta de agitación, la mezcla se dejó madurar durante 12 horas. La formación y maduración del recubrimiento de sílice se llevaron a cabo a 25°C. El amoníaco y etanol se extrajeron por destilación para obtener un sol de titania recubierto de sílice.

15 (Ejemplo de Producción 7) Producción de sol de cinc recubierto de sílice (no pertenece al alcance de la presente invención)

20 La Suspensión 1 se preparó mezclando 2,96 kg de agua desionizada, 19,00 kg de etanol (Junsei Chemical Co., Ltd.) y 210 mL de 25 %p de agua de amoníaco (Taisei Kako Co.) en un reactor de 50 L y dispersando allí 19,14 kg de un sol de óxido de cinc acuosa (concentración de óxido de cinc: 10,0 %p, tamaño de partícula primaria: 19 nm, área de superficie: 122 g/m²). A continuación, se agregaron a la misma 1,92 kg de tetraetoxisilano (Nacalai Tesque, Inc.) y 1,28 kg de etanol para preparar la Solución 2. Después de agregar la Solución 2 a una velocidad fija en un período de 9 horas a la Suspensión 1 mientras que se agitaba con una paleta de agitación, la mezcla se dejó madurar durante 12 horas. La formación y maduración del recubrimiento de sílice se llevaron a cabo a 45°C. El amoníaco y etanol se extrajeron luego por destilación para obtener un sol de óxido de cinc recubierto de sílice.

25 (Ejemplos de Producción 8-10) Producción de sol de óxido metálico recubierto de sílice (no pertenece al alcance de la presente invención)

Se utilizó sol de óxido de cerio, sol de óxido de zirconia y sol rojo de óxido de hierro en lugar del sol de titania en el Ejemplo de Producción 6, en las mismas condiciones de producción, para obtener sol de óxido de cerio recubierto de sílice, sol de óxido de zirconia recubierto de sílice y sol rojo de óxido de hierro recubierto de sílice.

30 También se midió el tamaño promedio de partícula primaria, el espesor de la película de sílice, la relación I de la de intensidad pico del espectro de absorción infrarroja (valor I), índice refractivo de la película de sílice y el área de superficie de BET. Los resultados se resumen en la Tabla 2.

(Ejemplo de Producción 11) Producción de sol de titania recubierto de sílice con superficie hidrofobizada

35 Después de llevar a cabo el mismo procedimiento hasta la formación y maduración de la película de sílice del mismo modo que el Ejemplo de Producción 6, la Suspensión 1 se preparó agregando 880 g de 25 %p de agua de amoníaco sin separar el sol de titania recubierto de sílice, y agitando. A continuación, se agregaron a la misma 680 g de dimetildietoxisilano (TSL8122, Toshiba Silicon) y 680 g de etanol para preparar la Solución 2. La cantidad de dimetildietoxisilano agregada fue 1,5 veces la cobertura mínima como se calculó por medio de la fórmula presentada anteriormente. Después de agregar la Solución 2 a una velocidad fija en un período de 9 horas a la Suspensión 1 mientras se agitaba, la mezcla se dejó madurar durante 12 horas. El recubrimiento y la maduración de superficie se llevaron a cabo a 65°C. El amoníaco y etanol luego se extrajeron por destilación para obtener un sol de titania recubierto de sílice con superficie hidrofobizada.

(Ejemplo de Producción 12) Producción de sol de óxido de cinc recubierto de sílice con superficie hidrofobizada

45 Después de llevar a cabo el mismo procedimiento hasta la formación y maduración de la película de sílice del mismo modo que el Ejemplo de Producción 7, la Suspensión 1 se preparó agregando 330 g de agua desionizada y 225 g de 25 %p de agua de amoníaco sin separar el sol de óxido de cinc recubierto de sílice aún presente en la solución de reacción y agitando. A continuación, se agregaron a la misma 660 g de dimetildietoxisilano (TSL8122, Toshiba Silicon) y 660 g de etanol para preparar la Solución 2. La cantidad de dimetildietoxisilano agregada fue 1,5 veces la cobertura mínima como se calculó mediante la fórmula presentada anteriormente. Después de agregar la Solución 2 a una velocidad fija en un período de 9 horas a la Suspensión 1 mientras se agitaba, la mezcla se agitaba hasta madurar durante 12 horas. El recubrimiento de superficie y la maduración se llevaron a cabo a 45°C. El amoníaco y el etanol se eliminaron por destilación para obtener un sol de óxido de cinc recubierto de sílice con superficie hidrofobizada.

(Ejemplos de Producción 13-15) Producción de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada.

Después de llevar a cabo el mismo procedimiento hasta la formación y maduración de la película de sílice del mismo modo que los Ejemplos de Producción 8 a 10, la Suspensión 1 se preparó agregando 650 g de 25 %p de agua de amoníaco con el sol de óxido metálico recubierto de sílice aún presente en la solución de reacción, y agitando. A continuación, la Solución 2 se preparó mezclando dimetildietoxisilano (TSL8122, Toshiba Silicon) en una cantidad de 1,5 veces la cobertura mínima y una cantidad equivalente de etanol. Después de agregar la Solución 2 a una velocidad fija en un período de 9 horas a la Suspensión 1 mientras se agitaba, la mezcla se dejó madurar durante 12 horas. El recubrimiento y la maduración de superficie se llevaron a cabo a 45°C. El amoníaco y el etanol se eliminaron luego mediante destilación para obtener un sol de óxido de cerio recubierto de sílice con superficie hidrofobizada, sol de óxido de zirconia recubierto de sílice con superficie hidrofobizada y sol roja de óxido de hierro recubierto de sílice con superficie hidrofobizada.

La impermeabilidad de las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en los Ejemplos de Producción 11 a 15 se midió mediante el método de metanol. Específicamente, se colocaron 10 g de metanol acuoso al 20% en un tubo de ensayo, la sustancia de prueba se agregó a 1 %p y se agitó vigorosamente, luego de lo cual la mezcla se dejó reposar y se juzgó la impermeabilidad después de una hora. Todas las soluciones coloidales exhibieron impermeabilidad satisfactoria. Luego se midió el tamaño de partícula primaria, el espesor de la película de sílice y el área de superficie de BET. Los resultados se resumen en la Tabla 2.

Tabla 2 Propiedades de soluciones coloidales de óxido metálico (1)

Ejemplo	Tamaño de partícula primaria nm	Área de superficie m ² /g	Espesor de película de sílice nm	Valor I	Índice refractivo
Ej. de Prod. 6*	16	136	1	0,5	1,452
Ej. de Prod. 7*	19	122	1	0,5	1,453
Ej. de Prod. 8*	20	116	1,4	0,5	1,446
Ej. de Prod. 9 *	22	110	1,5	0,4	1,450
Ej. de Prod. 10*	27	80	2	0,4	1,445
Ej. de Prod. 11	17	130	1		
Ej. de Prod. 12	20	119	1		
Ej. de Prod. 13	20	111	1,4		
Ej. de Prod. 14	22	104	1,5		
Ej. de Prod. 15	27	78	2		

20

*no pertenece al alcance de la presente invención

(Ejemplos de Producción 16-25) Producción de partículas de óxido metálico derivadas de soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada

Las porciones sólidas de las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas en los Ejemplos de Producción 6-10 y las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en los Ejemplos de Producción 11-15 se separaron mediante filtración centrífuga, se secaron al vacío a 50°C durante 12 horas, y luego se pulverizaron con un molino de chorro para obtener partículas de óxido metálico derivadas de soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice y soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.

30 (Medición de la impermeabilidad: Método de metanol)

Se utilizaron cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 1b-5b y cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas en los Ejemplos de Producción 1a-5a como sustancias de prueba para la medición de la impermeabilidad mediante el método de metanol.

Específicamente, se colocaron 10 g de metanol acuoso al 20% en un tubo de ensayo, se agregó una sustancia de prueba a 1 %p y se agitó vigorosamente, y luego se dejó reposar. Después de una hora, la impermeabilidad se evaluó de acuerdo con el siguiente estándar de medición. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

5 Las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada de la invención exhibieron impermeabilidad satisfactoria. En contraste, las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice de la técnica anterior no exhibieron impermeabilidad.

(Medición de transmitancia de luz: método COSMAL)

10 Se utilizaron partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ejemplo de Producción 1b), partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ejemplo de Producción 2b), partículas de titania recubiertas de sílice (Ejemplo de Producción 1a), partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice (Ejemplo de Producción 2a) y dos tipos de partículas de titania convencionales con superficie hidrofobizada (MT100T de Teika Co. y TTO-55A de Ishihara Sangyo) como sustancias de prueba para medir la transmitancia de luz mediante el método COSMAL.

15 Se utilizaron los dos tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 6 y 7 y los dos tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 11 y 12 como sustancias de prueba para medir la transmitancia de luz mediante el método COSMAL.

20 Específicamente, la sustancia de prueba se dispersó en triioestearato de poliglicerilo (COSMAL 43) para preparar una suspensión de concentración al 1%, y la suspensión se colocó en una celda de vidrio de cuarzo con un espesor de 0,1 mm para medir la transmitancia de luz con un espectrómetro (SHIMADZU UV-160). Las absorbancias a una longitud de onda de 360 nm (A360), las absorbancias a una longitud de onda de 530 nm (A530) y la relación de ambas (A360/A530) se muestran en las Tablas 3 y 4.

25 Las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice de la invención tienen mejores propiedades de dispersión de solución y, por lo tanto, exhibieron funciones de detección más alta en la región ultravioleta (A360) y mayor transmitancia en la región de luz visible (1/A530), en comparación con las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice convencionales. Por consiguiente, se prevé que los materiales cosméticos de la invención que comprenden estas partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice ofrecerán una función de alta detección ultravioleta y transparencia visible de luz (A360/A530).

30 Tabla 3 Transmitancia de luz de las partículas de óxido metálico

Partículas de óxido metálico	A360	A530	A360/A530
Ej. de Prod. 1a*	1,390	0,708	1,96
Ej. de Prod. 1b	1,422	0,562	2,53
Ej. de Prod. 2a*	0,930	0,202	4,60
Ej. de Prod. 2b	0,932	0,185	5,03

*Ejemplo Comparativo

Tabla 4 Transmitancia de luz de las soluciones coloidales de óxido metálico

Sol de óxido metálico	A360	A530	A360/A530
Ej. de Prod. 6*	1,543	0,504	3,1
Ej. de Prod. 11	1,572	0,481	3,3
Ej. de Prod. 7*	0,987	0,162	6,1
Ej. de Prod. 12	1,019	0,160	6,4

*no pertenece al alcance de la presente invención

(Medición de generación de radical hidroxilo)

35 Se preparó una mezcla de antioxidante (mezcla de β-caroteno al 5%, astaxantina al 5%, L-ascorbato-2-fosfato de

magnesio al 20%, L-ascorbato-2-fosfato de sodio al 10%, L-ascorbato-2-glucósido al 10%, L-ascorbato-2-fosfato-5,6-bencilideno al 10%, vitamina E natural al 10%, dl- α -tocoferol al 5%, éster de ácido acético de dl- α -tocoferilo al 5%, dl- α -tocoferilfosfato de sodio al 5%, ácido cítrico al 5%, ácido fosfórico al 5% y epigallocatequinas al 5%: proporciones en porcentaje en peso).

5 Se utilizó una combinación de esta mezcla de antioxidante con las partículas de titania recubiertas de sílice del Ejemplo de Producción 1 en una relación de peso de 1:1, las partículas de titania recubiertas de sílice del Ejemplo de Producción 1 solas y el polvo de titania sin recubrimiento solo, para preparar suspensiones acuosas con la misma concentración de titania (0,5%), y se midió la generación de radical de hidroxilo bajo irradiación de luz and mediante resonancia de espín de electrón utilizando DMPO como el agente atrapado de radical.

10 La generación de radical hidroxilo más baja fue cuando los antioxidantes se combinaron con las partículas de titania recubiertas de sílice, la siguiente más baja fue con las partículas de titania recubiertas de sílice solas, y la más alta con las partículas de titania sin recubrir.

(Medición de actividad fotocatalítica: Método de autooxidación de tetralina)

15 Se utilizaron cinco tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 6-10 y cinco tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 11-15 como sustancias de prueba para medir la actividad fotocatalítica mediante el método de autooxidación de tetralina. Los resultados se resumen en la Tabla 6. Todas las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice y las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada tuvieron valores de 60 Pa/min o menos, exhibiendo, por lo tanto, una supresión de la actividad fotocatalítica equivalente a la del polvo de 20 óxido metálico recubierto de sílice convencional.

(Medición de la velocidad de descomposición del absorbente ultravioleta de base orgánica: método Parasol)

25 Se utilizaron cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 1b-5b y cinco tipos de partículas de óxido metálico sin recubrir que corresponden a cada uno de los cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 1a-5a, y dos tipos de partículas de titania con superficie convencionalmente tratada (MT100T de Teika Co. y TTO-55A de Ishihara Sangyo) como sustancias de prueba para medir la velocidad de descomposición del absorbente ultravioleta de base orgánica mediante el método parasol.

30 Asimismo, se utilizaron cinco tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 6-10 y los cinco tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 11-15 como sustancias de prueba para medir la velocidad de descomposición del absorbente ultravioleta de base orgánica mediante el método parasol.

35 Específicamente, cada sustancia de prueba se dispersó en una solución de polietilenglicol 300 que contenía 4-tert-butil-4-metoxidibenzoilmetano (Parasol 1789) (0,045 %p de concentración de Parasol 1789), para preparar suspensiones a 1 %p. Se colocó una porción de 1,5 g de cada suspensión en un recipiente de vidrio, y después de irradiación ultravioleta (1,65 mW/cm²), se muestreó 1 g y 2 mL de alcohol isopropílico, 2 mL de hexano y se agregaron 3 mL de agua destilada en ese orden. La mezcla se agitó, se extrajo el Parasol 1789 en la fase de hexano, y se midió periódicamente la absorbancia (340 nm) de la fase de hexano con un camino óptico de 1 mm con un espectrofotómetro (SHIMADZU UV-160) (irradiación ultravioleta en 3 puntos de tiempo después de 0,5 y 10 horas). Se determinó la velocidad de reducción en la absorbancia a 340 nm ($\Delta A_{340}/h$). Los resultados se muestran en las Tablas 5 y 6.

40 Todas las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice de acuerdo con la invención tuvieron valores de 0,01 ($\Delta A_{340}/h$) o menos, exhibiendo así propiedades de descomposición equivalentes a las de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice convencionales. Por consiguiente, los materiales cosméticos que comprenden estas partículas de 45 óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice pueden utilizarse claramente en combinación con sustancias de detección ultravioleta de base orgánica. Puede concluirse que aun con tratamiento de superficie mediante agentes hidrofobizantes, no hay alteración de las propiedades de baja descomposición de los absorbentes ultravioletas en partículas de óxido metálico con superficie tratada recubiertas de sílice.

(Medición del coeficiente de fricción dinámica de polvo: Método de placa de vidrio)

50 Se utilizaron cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 1b-5b y cinco tipos de partículas de óxido metálico sin recubrir que correspondían a cada uno de los cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 1a-5a, y dos tipos de partículas de titania con superficie convencionalmente tratada (MT100T de Teika Co. y TTO-55A de Ishihara Sangyo) como sustancias de prueba para medir el coeficiente de fricción dinámica 55 de polvo mediante el método de placa de vidrio.

Además, se utilizaron partículas de óxido metálico derivadas de los cinco tipos de sol de óxido metálico

recubierto de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 16-20 y partículas de óxido metálico derivadas de los cinco tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 21-25 como sustancias de prueba para medir el coeficiente de fricción dinámica de polvo mediante el método de placa de vidrio.

5 Específicamente, cada polvo de prueba se dispersó en una placa de vidrio de 100 x 200 mm a 10 mg/cm², y la placa de vidrio se montó sobre un soporte de prueba de un instrumento de medición de propiedad de superficie (HEIDON), para medir el coeficiente de fricción con una carga de 22,2 g/cm², una velocidad de movimiento de 200 mm/min. y una distancia de movimiento de 20 mm. Los resultados se muestran en las Tablas 5 y 6.

10 Todas las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y los polvos de óxido metálico derivados de las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la invención tuvieron coeficientes de fricción de 0,550 o menos, exhibiendo así coeficientes de fricción equivalentes a aquellos de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice convencionales. Los coeficientes de fricción de las partículas de óxido metálico sin recubrir y de las partículas de titanía con superficie convencionalmente tratadas fueron mucho mayores a 0,550. Es decir, se puede concluir que aun con tratamiento hidrofobizante, no hay efecto adverso en los coeficientes de fricción bajos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie tratada convencionales. Esto también sugiere que los materiales cosméticos que comprenden partículas de óxido metálico derivados de soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la invención proporcionan una textura aun más excelente durante el uso que la técnica anterior.

(Medición de la velocidad de decoloración del pigmento: Método Sunset Yellow)

20 Se utilizaron cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 1b-5b y cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 1a-5a, cuatro tipos de partículas de óxido metálico sin recubrir correspondientes a cada uno de los cuatro tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas en los Ejemplos de Producción 2-4 y 6, y dos tipos de partículas de titanía con superficie convencionalmente tratada (MT100T de Teika Co. y TTO-55A de Ishihara Sangyo) como sustancias de prueba para medir la velocidad de decoloración del pigmento mediante el método Sunset Yellow.

25 Además, se utilizaron cinco tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 6-10 y cinco tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 11-15 como sustancias de prueba para medir la velocidad de decoloración del pigmento mediante el método Sunset Yellow.

30 Específicamente, el pigmento cosmético Sunset Yellow se disolvió en 98 %p de glicerina hasta una concentración de pigmento de 0,02 %p. Cada sustancia de prueba se dispersó hasta 0,067 %p y la dispersión se expuso a irradiación ultravioleta (intensidad de rayos ultravioletas: 1,65 mW/cm²). La absorbancia a 490 nm que es la longitud de onda de absorción máxima de Sunset Yellow con un camino óptico de 1 mm se midió periódicamente con un espectrofotómetro (SHIMADZU UV-160), y se calculó la velocidad de reducción en la absorbancia ($\Delta A_{490}/h$). Los resultados también se muestran en las Tablas 5 y 6.

35 Todas las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y el sol de óxido metálico recubierto de sílice de acuerdo con la invención tuvieron velocidades de decoloración de pigmento de 0,060 ($\Delta A_{490}/h$) o menos, exhibiendo así velocidades de decoloración de pigmento equivalentes a la de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice. Esto fue aproximadamente 1/1000 con respecto a las partículas de óxido metálico sin recubrir y aproximadamente 1/100 con respecto a las partículas de titanía con superficie convencionalmente tratada y, por lo tanto, se minimizó la descomposición del pigmento.

40 Las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice derivadas de sol de óxido metálico recubierto de sílice de acuerdo con la invención, mantuvieron claramente las propiedades bajas de descomposición del pigmento de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice convencionales aun después de la superficie con un agente hidrofobizante y, por lo tanto, pueden proporcionar materiales cosméticos con alta estabilidad de almacenamiento.

Tabla 5 Propiedades de las partículas de óxido metálico (2)

Partículas de óxido metálico	Velocidad de descomposición del absorbente ultravioleta ($\Delta A_{340}/h$)	Coefficiente de fricción dinámica de polvo	Velocidad de decoloración del pigmento ($\Delta A_{490}/h$)
Ej. de Prod. 1a*	0,001	0,487	0,018
Ej. de Prod. 2a*	0,001	0,403	0,006
Ej. de Prod. 3a*	0,002	0,428	0,013
Ej. de Prod. 4a*	0,002	0,413	0,008
Ej. de Prod. 5a*	0,001	0,456	0,009
Ej. de Prod. 1b	0,001	0,490	0,019
Ej. de Prod. 2b	0,001	0,408	0,008
Ej. de Prod. 3b	0,002	0,432	0,012
Ej. de Prod. 4b	0,002	0,425	0,010
Ej. de Prod. 5b	0,001	0,478	0,011

*Ejemplo Comparativo

Tabla 6 Propiedades de las soluciones coloidales de óxido metálico (2)

Sol/polvo de óxido metálico	Actividad fotocatalítica a mmH ₂ O/min.	Velocidad de descomposición del absorbente ultravioleta (ΔA340/h)	Coefficiente de fricción dinámica de polvo	Velocidad de decoloración del pigmento (ΔA490/h)
Ej. de Prod. 6*	48	0,001	-	0,019
Ej. de Prod. 7*	41	0,001	-	0,006
Ej. de Prod. 8*	38	0,002	-	0,009
Ej. de Prod. 9*	37	0,002	-	0,010
Ej. de Prod. 10*	37	0,001	-	0,009
Ej. de Prod. 11	46	0,001	-	0,013
Ej. de Prod. 12	40	0,001	-	0,006
Ej. de Prod. 13	35	0,001	-	0,008
Ej. de Prod. 14	36	0,001	-	0,009
Ej. de Prod. 15	36	0,001	-	0,009
Ej. de Prod. 16*	-	-	0,465	-
Ej. de Prod. 17*	-	-	0,398	-
Ej. de Prod. 18*	-	-	0,402	-
Ej. de Prod. 19*	-	-	0,401	-
Ej. de Prod. 20*	-	-	0,465	-
Ej. de Prod. 21	-	0,466	-	-
Ej. de Prod. 22	-	0,400	-	-
Ej. de Prod. 23	-	0,403	-	-
Ej. de Prod. 24	-	0,401	-	-
Ej. de Prod. 25	36	0,001	0,457	0,009

*no pertenece al alcance de la presente invención

(Ejemplos Cosméticos 1-4) Bases de combinación

- 5 Se utilizaron cuatro tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 1b-4b para preparar bases de combinación que tienen la fórmula que se presenta a continuación, de acuerdo con un método establecido. Todas las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de la base de combinación

Partículas de óxido metálico recubiertas de sílice

10	con superficie hidrofobizada	6,0 %p
	Talco tratado con silicona	19,0 %p
	Mica tratada con silicona	40,0 %p
	Óxido de hierro tratado con silicona (rojo)	1,0 %p
	Óxido de hierro tratado con silicona (amarillo)	3,0 %p

	Óxido de hierro tratado con silicona (negro)	0,3 %p
	Titania tratada con silicona	15,0 %p
	Estearato de cinc	0,2 %p
	Polvo de nylon	2,0 %p
5	Escualeno	4,0 %p
	Parafina sólida	0,5 %p
	Dimetilpolisiloxano	4,0 %p
	Triisooctanoato de glicerina	5,0 %p
	Antioxidante	c.s.
10	Conservante	c.s.
	Aroma	c.s.

(Ejemplos Cosméticos de comparación 1-4) Bases de combinación

15 En los Ejemplos Cosméticos 1-4, se utilizaron las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice convencionales obtenidas en los Ejemplos de Producción 1a-4a en lugar de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada, para preparar bases de combinación.

20 Las bases de los Ejemplos Cosméticos 1-4 y los Ejemplos Cosméticos de Comparación 1-4 se sometieron a una prueba organoléptica para evaluar la textura durante el uso. Los resultados se muestran en la Tabla 7. Todas las bases que contenían partículas de óxido metálico recubiertas de sílice de acuerdo con la invención exhibieron una textura satisfactoria durante el uso. Por otro lado, las bases que contenían partículas de óxido metálico sin recubrir y partículas de titania con superficie convencionalmente tratada exhibieron una textura común o inferior a la común durante el uso. También se encontró una correlación entre los coeficientes de fricción dinámica de las partículas de óxido metálico agregadas y la textura durante el uso de las bases.

Tabla 7 Textura de las partículas de óxido metálico durante el uso

Material cosmético	Partículas de óxido metálico	Textura durante el uso
Ejemplo cosmético de comparación 1	Ej. de Prod. 1a	mala
Ejemplo cosmético de comparación 2	Ej. de Prod. 2a	regular
Ejemplo cosmético de comparación 3	Ej. de Prod. 3a	mala
Ejemplo cosmético de comparación 4	Ej. de Prod. 4a	regular
Ejemplo cosmético 1	Ej. de Prod. 1b	buena
Ejemplo cosmético 2	Ej. de Prod. 2b	muy buena
Ejemplo cosmético 3	Ej. de Prod. 3b	muy buena
Ejemplo cosmético 4	Ej. de Prod. 4b	muy buena

(Ejemplos Cosméticos 5-7) Bases

- 5 Las bases que tienen la siguiente formulación se prepararon de acuerdo con un método establecido. Se utilizaron los tres tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 2b-4b como partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada. Todas las partículas de titanio recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada y otras partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de base

10	Partículas de titanio recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 1b)	10,0 %p
	Partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada	5,0 %p
	Talco	17,8 %p
15	Caolina	15,0 %p
	Flor de cinc	15,0 %p
	Óxido de hierro (rojo)	1,0 %p
	Óxido de hierro (amarillo)	3,0 %p
	Óxido de hierro (negro)	0,2 %p
20	Parafina sólida	3,0 %p
	Cera microcristalina	6,0 %p
	Cera de abejas	2,0 %p
	Vaselina	12,0 %p
	Acetato de lanolina	1,0 %p
25	Escualeno	6,0 %p
	Palmitato de isopropilo	18,0 %p
	Antioxidante	c.s
	Aroma	c.s

Tras las pruebas organolépticas de las bases, todas las bases tuvieron una textura satisfactoria durante el uso.

(Ejemplo cosmético 8) Base de emulsión de agua/aceite

5 Se utilizaron las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 1b para preparar una base de emulsión de agua/aceite que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de base de emulsión de agua/aceite

	Partículas de titania recubiertas de sílice	
	con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 1b)	9,5 %p
	Sericita	5,4 %p
10	Caolina	4,0 %p
	Óxido de hierro (rojo)	0,4 %p
	Óxido de hierro (negro)	0,2 %p
	Óxido de hierro (amarillo)	0,8 %p
	Parafina líquida	5,0 %p
15	Decametilciclopentanodioxano	12,0 %p
	Dimetilpolisiloxano modificado con polioxietileno	4,0 %p
	1,3 butilenglicol	5,0 %p
	Agua purificada	51,6 %p
	Agente de dispersión	0,1 %p
20	Estabilizante	2,0 %p
	Conservante	c.s
	Aroma	c.s

Tras las pruebas organolépticas, la base tuvo una textura muy satisfactoria durante el uso.

(Ejemplo Cosmético 9) Protector solar

25 Se utilizaron las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 1b para preparar un protector solar que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de protector solar

30	Partículas de titania recubiertas de sílice	
	con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 1b)	5,0 %p
	Octil parametoxicinamato	5,0 %p
	Oxibenzona	3,0 %p
	4-tertbutil-4'-metoxibenzoilmetano	1,0 %p
35	Escualeno	39,0 %p
	Diisoestearato de glicerina	3,0 %p
	Parafina líquida	10,0 %p
	Montmorillonita modificada orgánica	1,5 %p
	1,3-butilenglicol	5,0 %p

Agua purificada	37,5 %p
Aroma	c.s
Conservante	c.s

Tras las pruebas organolépticas, el protector solar tuvo una textura muy satisfactoria durante el uso.

5 (Ejemplo Cosmético 10) Aceite solar

Se utilizaron partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 2b para preparar un aceite solar que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

10 Formulación de aceite solar

Partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice	
con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 2b)	1,0 %p
Parametoxicinamato de isopropilo	0,5 %p
Parafina líquida	56,5 %p
15 Miristato de isopropilo	10,0 %p
Aceite de silicona	30,0 %p
Resina de silicona	2,0 %p
Aroma	c.s
Antioxidante	c.s

20 Tras las pruebas organolépticas, el aceite solar tuvo una textura satisfactoria durante el uso.

(Ejemplo Cosmético 11) Emulsión de agua/aceite

Se utilizaron partículas de titanía recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 1b para preparar una emulsión que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de titanía recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

25 Formulación de emulsión

Partículas de titanía recubiertas de sílice	
con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 1b)	3,0 %p
Cera microcristalina	1,0 %p
30 Cera de abejas	2,0 %p
Lanolina	2,0 %p
Parafina líquida	18,0 %p
Escualeno	10,0 %p
Éster de ácido graso de Polioxietilensorbitán	1,0 %p
35 Éster de ácido sesquioleico de sorbitán	4,0 %p
Propilenglicol	7,0 %p
Agua purificada	52,0 %p
Aroma	c.s
Conservante	c.s

Tras las pruebas organolépticas, la emulsión tuvo una textura muy satisfactoria durante el uso.

(Ejemplo Cosmético 12) Crema de agua/aceite

5 Se utilizaron las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 1b para preparar una crema que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de la crema de agua/aceite

	Partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 1b)	7,0 %p
10	Cera microcristalina	8,5 %p
	Parafina sólida	2,0 %p
	Cera de abejas	3,0 %p
	Vaselina	5,0 %p
	Lanolina reducida	5,0 %p
15	Escualeno	30,0 %p
	Éster de ácido hexadeciladípico	10,0 %p
	Monooleato de glicerina	3,5 %p
	Éster de ácido monooleico de polioxietilensorbitán	1,0 %p
	Propilenglicol	5,0 %p
20	Agua purificada	20,0 %p
	Aroma	c.s
	Antioxidante	c.s
	Conservante	c.s

Tras las pruebas organolépticas, la crema tuvo una textura muy satisfactoria durante el uso.

25 (Ejemplo Cosmético 13) Crema

30 Se utilizaron las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 1b y las partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 2b para preparar una crema que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de titania recubiertas con sílice con superficie hidrofobizada y las partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 2b se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de la crema

	Partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 1)	7,0 %p
35	Partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 2)	7,0 %p
	Escualeno	17,0 %p
	Cetil isooctanoato	7,5 %p
	Cera microcristalina	1,0 %p
40	Montmorillonita modificada orgánica	1,3 %p

	Éster de ácido triisosteárico de polioxietilenglicerol	0,2 %p
	Glicerina	8,5 %p
	Agua purificada	50,5 %p
	Aroma	c.s
5	Conservante	c.s

Tras las pruebas organolépticas, la crema tuvo una textura muy satisfactoria durante el uso.

(Ejemplo Cosmético 14) Crema de base oleosa

10 Se utilizaron partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 1b para preparar una crema que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de crema de base oleosa

	Partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizante (Ej. de Prod.1b)	5,0 %p
15	Ceresina	7,5 %p
	Cera microcristalina	5,0 %p
	Vaselina	33,0 %p
	Parafina líquida	47,5 %p
	Polietileno de bajo peso molecular	2,0 %p
20	Aroma	c.s

Tras las pruebas organolépticas, la crema tuvo una textura muy satisfactoria durante el uso.

(Ejemplo Cosmético 15) Mascarilla

25 Se utilizaron las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 1b para preparar una mascarilla que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de la mascarilla

	Partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 1b)	5,0 %p
30	Talco	10,0 %p
	Emulsión de acetato polivinílico	15,0 %p
	Alcohol polivinílico	10,0 %p
	Sorbitol	5,0 %p
	PEG400	5,0 %p
35	Aceite de jojoba	2,9 %p
	Escualeno	2,0 %p
	Éster de ácido monoesteárico de polioxietilensorbitán	1,0 %p
	Alcohol etílico	8,0 %p
	Agua purificada	37,7 %p

Aroma c.s

Conservante c.s

Tras las pruebas organolépticas, la mascarilla tuvo una textura muy satisfactoria durante el uso.

(Ejemplo Cosmético 16) Lápiz labial

- 5 Se utilizaron las partículas de titanio recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en el Ejemplo de Producción 1b para preparar un lápiz labial que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las partículas de titanio recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación del lápiz labial

10	Partículas de titanio recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 1b)	4,5 %p
	Aceite de ricino	30,0 %p
	Ceresina	4,0 %p
	Cera de candelilla	8,0 %p
15	Cera de carnauba	2,0 %p
	Propilenglicol	1,0 %p
	Glicerina	2,0 %p
	Diglicérido isoesteárico	40,0 %p
	Éter de polioxietileno/polioxipropileno-2-tetradecilo	1,0 %p
20	Colorante rojo	2,5 %p
	Agua purificada	5,0 %p
	Aroma	c.s Antioxidante c.s

Tras las pruebas organolépticas, el lápiz labial tuvo una textura muy satisfactoria durante el uso.

- 25 (Ejemplos Cosméticos 17-20) Bases para prueba organoléptica

Se prepararon las bases que tienen la siguiente formulación, de acuerdo con un método común. Las sustancias de prueba utilizadas fueron cuatro tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas en los Ejemplos de Producción 1b-4b.

Formulación de base para prueba organoléptica

	Sustancia de prueba	6,0 %p
	Talco tratado con sílice	18,0 %p
	Mica tratada con sílice	39,0 %p
	Óxido de hierro tratado con sílice (rojo)	1,0 %p
	Óxido de hierro tratado con sílice (amarillo)	3,0 %p
	Óxido de hierro tratado con sílice (negro)	0,3 %p
	Titanio tratado con sílice	15,0 %p
	Estearato de cinc	0,2 %p
	Polvo de nylon	2,0 %p
	Escualeno	4,0 %p

Parafina sólida	0,5 %p
Dimetilpolisiloxano	4,0 %p
Triisooctanoato de glicerina	5,0 %p
Mezcla de antioxidante	2,0 %p
Conservante	c.s
Aroma	c.s

5 Como mezcla antioxidante se utilizó una mezcla de β -caroteno al 5%, astaxantina al 5%, L-ascorbato-2-fosfato de magnesio al 20%, L-ascorbato-2-fosfato de sodio al 10%, L-ascorbato-2-glucósido al 10%, 5,6-bencilideno L-ascorbato-2-fosfato al 10%, vitamina E natural al 10%, dl- α -tocoferol al 5%, éster de ácido acético de dl- α -tocoferilo al 5%, dl- α -tocoferilfosfato de sodio al 5%, ácido cítrico al 5%, ácido fosfórico al 5% y epigallocatequina al 5% (proporciones en porcentaje en peso).

(Ejemplos Cosméticos de Comparación 5-8) Bases para prueba organoléptica

Las sustancias de prueba utilizadas fueron bases que tienen la misma formulación que los Ejemplos Cosméticos 17-20, salvo que se hayan utilizado los cuatro tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 1a-4a.

10 (Prueba organoléptica)

La textura durante el uso de las bases preparadas en los Ejemplos Cosméticos 17-20 y los Ejemplos Cosméticos de Comparación 5-8 se evaluó mediante una prueba organoléptica con 50 evaluadores femeninos entre 20 y 49. Se asignó puntaje a la textura durante el uso de cada base por cada uno de los 50 evaluadores de acuerdo con la siguiente escala:

15 Muy buena: 5
Buena: 3
Regular: 2
Mala: 1
Muy mala: 0

20 A continuación, se sumaron los puntos de evaluación de 50 evaluadores para determinar la textura durante el uso en la siguiente escala de 5 niveles.

250-200: muy buena (++)

200-150: buena (+)

150-100: regular (+-)

25 100-50: mala (-)

50-0; muy mala (--)

30 Los resultados se muestran en la Tabla 8. La textura durante el uso de las bases que contienen las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice de acuerdo con la invención fueron todas muy buenas (++). Por otro lado, a las bases que contienen las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice convencionales se les proporcionó una evaluación de regular (+-).

Tabla 8 Resultados de la prueba organoléptica

Muestra	Partículas de óxido metálico utilizadas	Evaluación
Ej. cosmético 17	Partículas de titania recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada(Ej. de Prod. 1b)	++
Ej. cosmético 18	Partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 2b)	++
Ej. cosmético 19	Partículas de óxido de cerio recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 3b)	++
Ej. cosmético 20	Partículas de zirconia recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 4b)	++
Ej. cosm. de comp. 5	Partículas de titania recubiertas de sílice (Ej. de Prod.1a)	++
	Partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice (Ej. de Prod. .2a)	-
Ej. cosm. de comp. 6	Partículas de óxido de cerio recubiertas de sílice (Ej. de Prod. 3a)	+ -
Ej. cosm. de comp. 7	Partículas de zirconia recubiertas de sílice (Ej. de Prod. 4a)	-
Ej. cosm. de comp. 8		+ -

Los ejemplos de producción para óxidos metálicos recubiertos de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la invención se explicarán más detalladamente a continuación.

5 (Ejemplos Cosméticos 21-28)

Las partículas de titania recubiertas de sílice se obtuvieron en las mismas condiciones que en el Ejemplo de Producción 1b, salvo que se hayan utilizado los alquilalcoxisilanos presentados en la Tabla 9 en lugar de dimetildietoxisilano.

Tabla 9

Ejemplo No.	Alquilalcoxisilano	Tamaño de partícula secundaria μm	Transmitancia de luz Abs360/Abs530	Impermeabilidad	Coefficiente de fricción dinámica de polvo
21	Dimetildimetoxisilano	1,5	2,9	+	0,48
22	Dietildietoxisilano	1,9	2,5	+	0,49
23	Difenildietoxisilano	1,9	2,4	+	0,50
24	Metiltrietoxisilano	1,9	2,3	+	0,50
25	Feniltrietoxisilano	1,6	2,5	+	0,50
26	Fenildietoxisilano	1,8	2,5	+	0,49
27	Metildietoxisilano	1,8	2,7	+	0,48
28	Metiletildimetoxisilano	1,9	2,8	+	0,49

10

(Ejemplos Cosméticos 29-36)

La superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas en los Ejemplos de Producción 1a-5a se trató mediante un método seco. Específicamente, se colocaron 100 g de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice en un mezclador de agitación Henschel (LFS-GS-1J, producto de Fukae Kogyo Co.) y los agentes

hidrofobizantes enumerados en la Tabla 10 o sus soluciones se pulverizaron en una cantidad que corresponde al 10 %p de las partículas de óxido metálico mientras que se rotaba el mezclador a 3000 rpm para adherirlos uniformemente a las superficies de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice, después de lo cual se llevó a cabo el secado a 80-105°C. Los resultados se muestran en la Tabla 10.

5

Tabla 10

Ejemplo No.	Partículas de óxido metálico (material de partida)	Agente hidrofobizante	Tamaño de partícula secundaria μm	Transmitancia de luz A360/A530	Impermeabilidad	Coefficiente de fricción dinámica de polvo
29	Ej. de Prod. 1a	Dimetildiclorosilano	1,7	2,9	+	0,48
30	Ej. de Prod. 2a	Dimetildietoxisilano	2,3	2,5	+	0,49
31	Ej. de Prod. 3a	Hexametildisilazano	3,9	2,4	+	0,50
32	Ej. de Prod. 4a	Difenilpolisiloxano	2,9	2,3	+	0,50
33	Ej. de Prod. 5a	γ -aminopropiltrietoxisilano	3,6	2,5	+	0,50
34	Ej. de Prod. 1a	Dimetilpolisiloxano	3,2	2,6	+	0,49
35	Ej. de Prod. 1a	Estearato de magnesio	3,5	2,5	+	0,50
36	Ej. de Prod. 1a	Viniltrimetoxisilano	3,0	2,6	+	0,51

(Ejemplos Cosméticos 37-39) Emulsiones de protección solar

10 Se prepararon emulsiones de protección solar que tienen la siguiente formulación, mediante un método establecido. Específicamente, se agregó polietilenglicol a agua purificada, y después de calentar hasta su disolución, se agregó la sustancia de prueba y Veegum y se utilizó un homomezclador para obtener una dispersión uniforme que se mantuvo a 70°C (fase acuosa). Se agregaron los otros componentes y la mezcla se calentó hasta disolverse y se mantuvo a 70°C (fase oleosa). Se agregó la fase oleosa a la fase acuosa y la mezcla se emulsionó y se dispersó uniformemente con homomezclador, y luego se enfrió hasta 35°C mientras se mezclaba. Las sustancias de prueba utilizadas fueron los tres tipos de sol de óxido metálico recubierto de sílice preparados en los Ejemplos de Producción 6-15 8, ajustadas hasta una porción sólida de 10%.

Formulación de emulsión de protección solar

Sustancia de prueba	70,0 %p
Ácido esteárico	2,0 %p
Alcohol cetílico	1,0 %p
Vaselina	5,0 %p
Aceite de silicona	2,0 %p
Parafina líquida	10,0 %p
Éster de ácido glicerínmonoesteárico (autoemulsionante)	1,0 %p
Éster de ácido monooleico de Polioxietileno (25 moles)	1,0 %p
Polietilenglicol 1500	5,0 %p
Veegum	0,5 %p
Agua purificada	2,2 %p
Aroma	0,1 %p
Conservante	0,2 %p

(Prueba organoléptica)

5 La textura durante el uso y la textura transparente terminada de las emulsiones de protección solar preparadas en los ejemplos cosméticos 37-39 se evaluaron mediante una prueba organoléptica con 50 evaluadores femeninos entre las edades de 20 y 49. Se asignó puntaje a la textura durante el uso de cada emulsión de protección solar por parte de cada uno de los 50 evaluadores de acuerdo con la siguiente escala:

Muy buena: 5

Buena: 3

Regular: 2

Mala: 1

10 Muy mala: 0

A continuación, se sumaron los puntos de evaluación de los 50 evaluadores para determinar la textura durante el uso sobre la siguiente escala de 5 niveles.

250-200: muy buena (++)

200-150: buena (+)

15 150-100: regular (+-)

100-50: mala (-)

50-0: muy mala (--)

20 Los resultados se muestran en la Tabla 11. La textura durante el uso y la textura transparente de las emulsiones de protección solar que contienen las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice de acuerdo con la invención fueron todas muy buenas (++) . Por otro lado, a las emulsiones de protección solar que contienen el polvo de óxido metálico recubierto de sílice convencional se les proporcionó una evaluación de muy buena (++) o buena (+) para la textura durante el uso pero una evaluación de regular (+-) o buena (+) para la textura de transparencia.

25 Las emulsiones de protección solar que contienen las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice de acuerdo con la invención exhiben claramente una textura transparente particularmente mejorada en comparación con emulsiones solares que contienen polvo de óxido metálico recubierto de sílice convencional.

Tabla 11 Resultados de la prueba organoléptica (emulsiones de protección solar)

Ejemplo cosmético	Textura durante el uso	Textura transparente
Ejemplo cosmético 37	Muy buena (++)	Muy buena (++)
Ejemplo cosmético 38	Muy buena (++)	Muy buena (++)
Ejemplo cosmético 39	Muy buena (++)	Muy buena (++)

(Ejemplos cosméticos 40-41) Bases

30 Las bases se prepararon con la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Las sustancias de prueba utilizadas también fueron los dos tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice derivadas de soles de óxido metálico de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 16 y 17.

Formulación de base

Sustancia de prueba	15,0 %p
Mica	15,0 %p
Talco	10,0 %p
Flor de cinc	15,0 %p
Óxido de hierro (rojo)	1,5 %p

Óxido de hierro (amarillo)	3,4 %p
Glicerina	10,0 %p
Agua purificada	30,0 %p
Aroma	0,1 %p

(Prueba organoléptica)

La textura durante el uso y la textura transparente final de las bases preparadas en los ejemplos cosméticos 40 y 41 se evaluaron mediante una prueba organoléptica del modo descrito anteriormente.

5 Los resultados se muestran en la Tabla 12. La textura durante el uso y la textura transparente de las bases que contienen los polvos de óxido metálico derivados de sol de óxido metálico recubierto de sílice de acuerdo con la invención fueron todos muy buenos (++) . Por otro lado, a las bases que contienen los polvos de óxido metálico recubiertos de sílice convencional se les proporcionó una evaluación de muy buena (++) o buena (+) para la textura durante el uso pero una evaluación de regular (+-) o buena (+) para la textura transparente.

10 Las bases que contienen las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice derivadas de sol de óxido metálico recubierto de sílice de acuerdo con la invención exhiben claramente una textura transparente particularmente mejorada en comparación con las bases que contienen polvo de óxido metálico recubierto de sílice.

Tabla 12 Resultados de la prueba organoléptica (bases)

Ejemplo cosmético	Textura durante el uso	Textura transparente
Ejemplo cosmético 40	muy buena (++)	muy buena (++)
Ejemplo cosmético 40	muy buena (++)	muy buena (++)

(Ejemplos cosméticos 42-45) Bases (no pertenecen al alcance de la presente invención)

15 Las bases se prepararon con la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Cada una de las soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice utilizadas fueron uno de los cuatros tipos de polvos de óxido metálico recubiertos de sílice derivados de sol de óxido metálico recubierto de sílice obtenidos en los Ejemplos de Producción 17-20.

Formulación de base

Polvo de titanía derivada de sol recubierto de sílice (Ej. de Prod. 16)	10,0 %p
Partículas de óxido metálico recubiertas de sílice derivadas de sol de óxido metálico recubierto de sílice	5,0 %p
Mica	15,0 %p
Talco	10,0 %p
Flor de cinc	15,0 %p
Óxido de hierro (rojo)	1,5 %p
Óxido de hierro (amarillo)	3,5 %p
Glicerina	10,0 %p
Agua purificada	29,9 %p
Aroma	0,1 %p

20 Tras las pruebas organolépticas de las bases anteriores, todas las bases exhibieron una muy buena textura durante el uso y una muy buena textura transparente.

(Ejemplo cosmético 46) Agua cosmética (no pertenece al alcance de la presente invención)

Se preparó agua cosmética con la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido.

Formulación de agua cosmética

Sol de óxido de cinc recubierto de sílice (Ej. de Prod. 7)	30,0 %p
Alcohol etílico	39,6 %p
1-3-butilenglicol	9,5 %p
Aceite de ricino	4,9 %p
Metilparabeno	0,2 %p
Agua purificada	15,8 %p

Tras las pruebas organolépticas del agua cosmética anterior, se recibió una evaluación de buena textura durante el uso y una buena textura transparente.

(Ejemplo cosmético 47) Emulsión (no pertenece al alcance de la presente invención)

Se preparó una emulsión que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido

5

Formulación de emulsión

Sol de titania recubierto de sílice (Ej. de Prod. 6)	30,0 %p
Aceite de palta	11,0 %p
Alcohol behenílico	0,6 %p
Ácido esteárico	0,4 %p
Éster de ácido graso de glicerina	0,9 %p
Éster de ácido graso de polioxietilensorbitán	1,1 %p
Éter polioxietilenaquilo	0,4 %p
1-3-butilenglicol	10,1 %p
Metilparabeno	0,2 %p
Aroma	0,4 %p
Agua purificada	44,9 %p

Tras las pruebas organolépticas de la emulsión anterior, se recibió una evaluación de muy buena textura durante el uso y una muy buena textura transparente.

(Ejemplo cosmético 48) Crema (no pertenece al alcance la presente invención)

Se preparó una crema que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido.

10

Formulación de la crema

Sol de óxido de cerio recubierto de sílice (Ej. de Prod. 8)	35,0 %p
Escualeno	11,1 %p
Ácido esteárico	7,8 %p
Alcohol estearílico	6,0 %p
Cera de abejas	1,9 %p
Monoestearato de propilenglicol	3,1 %p
Éter cetílico de polioxietileno	1,1 %p
1-3-butilenglicol	11,9 %p
Metilparabeno	0,2 %p

Aroma	0,4 %p
Agua purificada	12,5 %p

Tras las pruebas organolépticas de la crema anterior, se recibió una evaluación de buena textura durante el uso y una muy buena textura transparente.

(Ejemplo cosmético 49) Crema (no pertenece al alcance de la presente invención)

Se preparó una crema que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido.

5

Formulación de la crema

Sol de óxido de cinc recubierto de sílice (Ej. de Prod. 7)	35,0 %p
Escualeno	15,2 %p
Ácido esteárico	7,8 %p
Alcohol estearílico	6,0 %p
Cera de abejas	1,9 %p
Monoestearato de propilenglicol	3,1 %p
Éter cetílico de polioxietileno	1,1 %p
1-3-butilenglicol	11,9 %p
Metilparabeno	0,2 %p
Aroma	0,4 %p
Agua purificada	10,4 %p

Tras las pruebas organolépticas de la crema anterior, se recibió una evaluación de una muy buena textura durante el uso y una muy buena textura transparente.

(Ejemplo cosmético 50) Crema (no pertenece al alcance de la presente invención)

Se preparó una crema que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido.

10

Formulación de la crema

Sol de óxido de zirconia recubierto de sílice (Ej. de Prod. 9)	15,0 %p
Escualeno	40,0 %p
Diisoestearato de glicerilo	3,0 %p
Oxibenceno	3,0 %p
Montmorillonita modificada orgánica	1,5 %p
1-3-butilenglicol	5,0 %p
Octil p-metoxicinamato	5,0 %p
4-tercbutil-4'-metoxidibenzoilmetano	1,0 %p
Metilparabeno	0,2 %p
Aroma	0,4 %p
Agua purificada	25,9 %p

Tras las pruebas organolépticas de la crema anterior, se recibió una evaluación de una muy buena textura durante el uso y textura transparente.

(Ejemplo cosmético 51) Mascarilla (no pertenece al alcance de la presente invención)

Se preparó una mascarilla que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido, utilizando el polvo de titania derivado de sol de titania recubierto de sílice obtenido en el Ejemplo de Producción 16 como la sustancia de prueba.

5 Formulación de la mascarilla

Sustancia de prueba	7,0 %p
Alcohol polivinílico	14,5 %p
Sodio de carboximetilcelulosa	4,8 %p
1-3-butilenglicol	2,9 %p
Alcohol etílico	10,0 %p
Metilparabeno	0,1 %p
Agua purificada	60,7 %p

Tras las pruebas organolépticas de la mascarilla anterior, se recibió una evaluación de buena textura durante el uso y textura transparente.

(Ejemplo cosmético 52) Lápiz labial (no pertenece al alcance de la presente invención)

10 Se preparó un lápiz labial que tiene la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido, utilizando como sustancia de prueba, el sol de óxido de cinc recubierto de sílice con superficie hidrofobizada del Ejemplo de Producción 7, con aceite de silicona sustituido como medio.

Formulación del lápiz labial

Sustancia de prueba	30,0 %p
Aceite de ricino	18,3 %p
Alcohol hexadecílico	25,2 %p
Lanolina	3,9 %p
Cera de abejas	4,8 %p
Ozoquerita	3,4 %p
Cera de candelilla	6,2 %p
Cera de carnauba	2,1 %p
Metilparabeno	0,1 %p
Pigmento rojo	4,8 %p
Aroma	0,1 %p
Agua purificada	1,1 %p

Tras las pruebas organolépticas del lápiz labial anterior, se recibió una evaluación de una muy buena textura durante el uso y textura transparente.

15 (Ejemplos cosméticos 53-57) Base de combinación

20 Se prepararon bases de combinación que tienen la siguiente formulación y de acuerdo con un método establecido, utilizando como las sustancias de prueba, los cinco tipos de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice derivadas de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en los Ejemplos de Producción 21-25. Todas las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación.

Formulación de base de combinación

Sustancia de prueba	6,0 %p
Talco tratado con silicona	19,0 %p
Mica tratada con silicona	39,6 %p
Óxido de hierro tratado con silicona (rojo)	1,0 %p
Óxido de hierro tratado con silicona (amarillo)	3,0 %p
Óxido de hierro tratado con silicona (negro)	0,3 %p
Titania tratada con silicona	15,0 %p
Estearato de cinc	0,2 %p
Polvo de nylon	2,0 %p
Escualeno	4,0 %p
Parafina sólida	0,5 %p
Dimetilpolisiloxano	4,0 %p
Triisooctanoato de glicerina	5,0 %p
Antioxidante	0,2 %p
Conservante	0,1 %p
Aroma	0,1 %p

5 La textura durante el uso y la textura transparente de las bases de combinación preparadas en los ejemplos cosméticos 53-57 se evaluaron mediante prueba organoléptica. Los resultados se muestran en la Tabla 13. Se demostró que las bases que comprenden partículas de óxido metálico recubiertas de sílice derivadas de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la invención exhiben todas una muy buena textura durante el uso y una muy buena textura transparente.

Tabla 13 Resultados de la prueba organoléptica
(bases de combinación)

Ejemplo cosmético	Textura durante el uso	Textura transparente
Ejemplo cosmético 53	muy buena (++)	muy buena (++)
Ejemplo cosmético 54	muy buena (++)	muy buena (++)
Ejemplo cosmético 55	muy buena (++)	muy buena (++)
Ejemplo cosmético 56	muy buena (++)	muy buena (++)
Ejemplo cosmético 57	muy buena (++)	muy buena (++)

(Ejemplo cosmético 58) Bases

10 Se prepararon las bases que tienen la siguiente formulación, de acuerdo con un método establecido. Se utilizaron los cuatro tipos de soluciones coloidales de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidos en los Ejemplos de Producción 17-20 como las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice derivadas de sol de óxido de cinc y de sol de titania recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas en cada uno de los
15 Ejemplos de Producción 21 y 22. Todas las partículas de titania recubiertas de sílice y las partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice se dispersaron satisfactoriamente durante la preparación

Formulación de la base

Partículas de titania recubiertas de sílice derivadas de sol de titania recubierto de sílice con superficie hidrogenizada (Ej. de Prod. 21)	10,0 %p
Partículas de óxido de cinc recubiertas de sílice derivadas de sol de óxido de cinc recubierto de sílice con superficie hidrogenizada (Ej. de Prod. 22)	5,0 %p
Talco	17,5 %p
Caolina	15,0 %p
Flor de cinc	15,0 %p
Óxido de hierro (rojo)	1,0 %p
Óxido de hierro (amarillo)	3,0 %p
Óxido de hierro (negro)	0,2 %p
Parafina sólida	3,0 %p
Cera microcristalina	6,0 %p
Cera de abejas	2,0 %p
Vaselina	12,0 %p
Acetato de lanolina	1,0 %p
Escualeno	6,0 %p
Palmitato de isopropilo	18,0 %p
Antioxidante	0,2 %p
Aroma	0,1 %p

Tras las pruebas organolépticas de las bases anteriores, todas las bases recibieron una evaluación de una muy buena textura y una muy buena textura transparente.

(Ejemplo cosmético 59) Base de emulsión de agua/aceite

- 5 Se preparó una base de emulsión de agua/aceite con la siguiente fórmula, de acuerdo con un método establecido utilizando el sol de titania recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenida en el Ejemplo de Producción 11.

Formulación de la base de emulsión de agua/aceite

Sol de titania recubierto de sílice con superficie hidrofobizada (Ej. de Prod. 11)	47,5 %p
Sericita	5,4 %p
Caolina	4,0 %p
Óxido de hierro (rojo)	0,4 %p
Óxido de hierro (negro)	0,2 %p
Óxido de hierro (amarillo)	0,8 %p
Parafina líquida	5,0 %p
Decametilciclopentanodioxano	12,0 %p
Dimetilpolisiloxano modificado por polioxietileno	4,0 %p

1,3-butilenglicol	5,0 %p
Agua purificada	13,3 %p
Agente de dispersión	0,1 %p
Estabilizante	2,0 %p
Conservante	0,2 %p
Aroma	0,1 %p

Tras las pruebas organolépticas de la formulación anterior, se recibió una evaluación de una muy buena textura durante el uso y una muy buena textura transparente.

Aplicabilidad industrial

5 De acuerdo con la presente invención se proporcionan materiales cosméticos que comprenden partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas utilizando un agente hidrofobizante para el tratamiento de la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas con una película de sílice que tiene un espesor de 0,1-100 nm, en las cuales la relación de las intensidades de los picos del espectro de absorción infrarroja a 1150-1250 cm^{-1} y 1000-1100 cm^{-1} ($I = I_1/I_2$: donde I_1 es la intensidad del pico de absorción a 1150-1250 cm^{-1} e I_2 es la intensidad del pico de absorción a 1000-1100 cm^{-1}) es 0,2 o más, y el índice refractivo es 1,435 o más, y que tienen una actividad fotocatalítica de no más de 60 Pa/min como se midió mediante el método de autooxidación de tetralina.

10 Dichos materiales cosméticos exhiben dispersión satisfactoria de las partículas de óxido metálico en bases cosméticas, una función de alta detección ultravioleta, una textura muy transparente para terminación cosmética y excelente capacidad de almacenamiento y, por lo tanto, son útiles como materiales cosméticos prácticos. La presente invención también proporciona un proceso de producción económico para el sol de óxido metálico recubierto de sílice, y también

15 proporciona sol de óxido metálico con mejores propiedades de dispersión y transparencia que están recubiertas con películas de sílice densas y prácticas, así como también los materiales cosméticos con detección ultravioleta con una textura particularmente excelente en los cuales las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice se dispersan satisfactoriamente.

REIVINDICACIONES

1. Un material cosmético que comprende partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada en el cual la relación I de las intensidades de los picos de absorción del espectro de absorción infrarroja a 1150-1250 cm^{-1} y 1000-1100 cm^{-1} ($I = I_1/I_2$: donde I_1 es la intensidad del pico de absorción a 1150-1250 cm^{-1} e I_2 es la intensidad del pico de absorción a 1000-1100 cm^{-1}) es 0,2 o más y el índice refractivo es 1,435 o más, caracterizado porque las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada pueden obtenerse mediante tratamiento adicional de las partículas de óxido metálico recubiertas con una película de sílice con un agente hidrofobizante, mediante el cual se hidrofobiza la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas con una película de sílice.
2. Un material cosmético de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque comprende partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada con un espesor de película de sílice de 0,1-100 nm, y una actividad fotocatalítica de no más de 60 Pa/min como se mide mediante el método de autooxidación de tetralina.
3. Un material cosmético de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el agente hidrofobizante es uno o más agentes hidrofobizantes seleccionados del grupo que consiste en los aceites de silicona, alcoxisilanos orgánicos y sales de ácido graso superiores.
4. Un material cosmético de acuerdo con la reivindicación 1 o 3, caracterizado porque comprende partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada con una actividad fotocatalítica de no más de 60 Pa/min como se mide mediante el método de autooxidación de tetralina.
5. Un material cosmético de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada tienen un tamaño de partícula primaria de 5-500 nm y un tamaño de partícula primaria de 0,5-10 μm .
6. Un material cosmético de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque el tamaño de partícula primaria de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada es 5-120 nm y el espesor de la película de sílice es 0,5-25 nm.
7. Un material cosmético de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el óxido metálico es uno o más óxidos metálicos seleccionados del grupo que consiste en óxido de titanio, óxido de cinc, óxido de cerio, óxido de zirconia y óxido de hierro.
8. Un material cosmético de acuerdo con la reivindicación 7, en el cual el óxido metálico es óxido de titanio.
9. Un material cosmético de acuerdo con la reivindicación 7, en el cual el óxido metálico es óxido de cinc.
10. Un material cosmético de acuerdo con la reivindicación 7, en el cual el óxido metálico es óxido de cerio.
11. Un material cosmético de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 caracterizado porque comprende un antioxidante además de partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.
12. Un material cosmético de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque comprende un absorbente ultravioleta de base orgánica además de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada.
13. Un proceso para producir partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada depositando selectivamente sílice sobre la superficie de las partículas de óxido metálico, caracterizado porque el proceso comprende poner en contacto las partículas de óxido metálico con una composición formadora de recubrimiento de sílice que contiene a) ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, b) agua, c) un álcali y d) un disolvente orgánico, con una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro para depositar selectivamente sobre la superficie de las partículas de óxido metálico, y también tratar la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice obtenidas con un agente hidrofobizante.
14. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13, caracterizado porque el agente hidrofobizante utilizado para el tratamiento de superficie con agente hidrofobizante es uno o más agentes hidrofobizantes seleccionados del grupo que consiste en aceites de silicona, alcoxisilanos orgánicos y ácidos grasos superiores.
15. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13 o 14, caracterizado porque el agente hidrofobizante es un alquilalcoxisilano representado por la siguiente fórmula [1]:
- Formula [1] : $R_x(R_2)_n\text{SiX}_{3-n}$ donde R_1 es un grupo alquilo de 1-3 carbonos o fenilo, R_2 es un átomo de hidrógeno, grupo alquilo de 1-3 carbonos o fenilo, X es un grupo alcoxilo de 1-4 carbonos y n es un número entero de 1-2.

16. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 a 15, en el cual un alquilalcoxisilano se utiliza para el tratamiento de superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice, caracterizándose el procedimiento porque después de poner en contacto las partículas de óxido metálico con la composición formadora de recubrimiento de sílice, se agrega el alquilalcoxisilano para realizar una composición con una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro derivado de alquilalcoxisilano, y la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice se trata con un producto de la reacción del alquilalcoxisilano, para lograr continuamente un tratamiento de superficie con el recubrimiento de sílice y alquilalcoxisilano.

17. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 a 16, caracterizado porque el álcali es al menos uno seleccionado de entre amoníaco, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, formato de amonio y acetato de amonio.

18. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 a 17, caracterizado porque el disolvente orgánico es al menos uno seleccionado de entre metanol, etanol, propanol, pentanol, tetrahidrofurano, 1,4-dioxano y acetona.

19. Un proceso para producir un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada, que comprende combinar a) un sol de óxido metálico producido por hidrólisis, b) ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, c) un álcali, d) un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, e) agua, sin importar el orden, para una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro después de combinar y depositar sílice sobre la superficie de las partículas de sol de óxido metálico para formar una película de sílice, fabricando así un sol de óxido metálico recubierto de sílice, caracterizado porque luego se trata la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con un agente hidrofobizante.

20. Un proceso para producir un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la reivindicación 19, caracterizado porque se agrega a) un sol de óxido metálico producido por hidrólisis a una mezcla de a) un álcali, b) un disolvente orgánico y c) agua, agregando luego una mezcla que comprende e) ácido silícico o un precursor productor de ácido silícico, f) un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, g) agua, para una relación de agua/disolvente orgánico en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro después de la adición, y se deposita sílice sobre la superficie de las partículas de sol de óxido metálico para formar una película de sílice, fabricando así un sol de óxido metálico recubierto de sílice, y tratando luego la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con un agente hidrofobizante.

21. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 19 o 20, caracterizado porque el agente hidrofobizante es uno o más agentes hidrofobizantes seleccionados del grupo que consiste en aceites de silicona, alcoxisilanos orgánicos y sales de ácidos grasos superiores.

22. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 19 a 21, caracterizado porque el alcoxisilano orgánico es un alquilalcoxisilano representado por la siguiente fórmula estructural:



donde R_1 es un grupo alquilo de 1-4 carbonos o fenilo, R_2 es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de 1-4 carbonos o fenilo, X es un grupo alcoxilo de 1-4 carbonos y n es un número entero de 0-2.

23. Un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada que puede obtenerse mediante un proceso que comprende combinar a) un sol de óxido metálico producido por hidrólisis, b) ácido silícico o un ácido precursor productor de ácido silícico, c) un álcali, d) un disolvente orgánico y, en caso de que sea necesario, e) agua, sin importar el orden, para una relación de agua/disolvente en el intervalo de 0,1-10 y un contenido de silicio en el intervalo de 0,0001-5 moles/litro después de combinar y depositar sílice sobre la superficie de las partículas de óxido metálico del sol para formar una película de sílice, fabricando así un sol de óxido metálico recubierto de sílice, y tratando luego la superficie de las partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con un agente hidrofobizante.

24. Un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la reivindicación 23, caracterizado porque la película de sílice, la relación I de las intensidades de los picos de absorción del espectro de absorción infrarroja a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ y $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ($I = I_1/I_2$: donde I_1 es la intensidad del pico máximo de absorción a $1150-1250\text{ cm}^{-1}$ e I_2 es la intensidad del pico máximo de absorción a $1000-1100\text{ cm}^{-1}$) es 0,2 o más, y el índice refractivo es 1,435 o más.

25. Un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con las reivindicaciones 23 o 24, caracterizado porque el espesor de la película de sílice que recubre la superficie de las partículas de óxido metálico es 0,1-25 nm.

26. Un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 23 a 25, caracterizado porque el tamaño de partícula primaria promedio de las partículas de óxido metálico es 1-100 nm.

27. Partículas de óxido metálico recubiertas de sílice con superficie hidrofobizada derivadas de sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada obtenidas mediante separación de sólidos/líquidos, secado y, en caso de que sea necesario, pulverización de un sol de óxido metálico recubierto de sílice con superficie hidrofobizada de acuerdo con la reivindicación 23.