

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 738 725**

51 Int. Cl.:

A61K 8/02	(2006.01)
A61K 8/19	(2006.01)
A61K 8/27	(2006.01)
A61K 8/29	(2006.01)
A61Q 17/04	(2006.01)
C01G 9/00	(2006.01)
C01G 9/02	(2006.01)
C08K 3/22	(2006.01)
C09C 1/04	(2006.01)
B05D 3/02	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.12.2014** **PCT/JP2014/084205**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **02.07.2015** **WO15098992**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.12.2014** **E 14873873 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2019** **EP 3088363**

54 Título: **Partículas de óxido de zinc, procedimiento de producción de las mismas, agente de protección ultravioleta y material cosmético**

30 Prioridad:

27.12.2013 JP 2013271568

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.01.2020

73 Titular/es:

SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. (100.0%)
2, Ebisujimacho 5-cho Sakai-ku
Sakai-shi, Osaka 590-8502, JP

72 Inventor/es:

SUEDA, SATORU;
HASHIMOTO, MITSUO y
WADA, MIZUHO

74 Agente/Representante:

SALVÀ FERRER, Joan

ES 2 738 725 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).

DESCRIPCIÓN

Partículas de óxido de zinc, procedimiento de producción de las mismas, agente de protección ultravioleta y material cosmético

5

CAMPO TÉCNICO

[0001] La presente descripción se refiere a una partícula de óxido de zinc que contiene una solución sólida representada por Zn_2TiO_4 o ZnFe_2O_4 en al menos una porción de la misma, un procedimiento de producción de la misma, un agente de protección ultravioleta que comprende dicha partícula de óxido de zinc, y un producto cosmético que comprende dicha partícula de zinc.

10

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[0002] Una radiación ultravioleta contenida en la luz solar se divide en radiación UV-A de 400 a 320 nm, radiación UV-B de 320 a 290 nm y radiación UV-C de 290 a 100 nm por la longitud de onda. La radiación UV-A ocupa poco más del 97 % de la cantidad total de radiación ultravioleta solar que llega al suelo, y se transmite a través de un vidrio o una nube y penetra en el segmento dérmico en la parte posterior de la piel para causar el fotoenvejecimiento, tal como arrugas, y aflojamiento.

20

[0003] Convencionalmente, una respuesta a la radiación UV-B que tiene un fuerte efecto sobre las quemaduras solares se ha valorado como protección UV. Sin embargo, en los últimos años se han realizado investigaciones adicionales sobre el fotoenvejecimiento, y la respuesta a la radiación UV-A capta la atención del consumidor.

[0004] Para proteger eficazmente de la radiación UV-A, es necesario combinar una gran cantidad de agentes de absorción ultravioleta orgánicos y/o agentes de protección ultravioleta inorgánicos en los productos. Por otro lado, el agente de absorción ultravioleta orgánico se reconoce como un material de seguridad suficiente, pero algunos agentes de absorción ultravioleta específicos se usan en cantidades limitadas para fines cosméticos. Por lo anterior, es necesario proteger suficientemente de la radiación UV-A utilizando solo los agentes de protección ultravioleta inorgánicos.

30

[0005] Los agentes de protección ultravioleta inorgánicos tales como el óxido de zinc y el óxido de titanio que se usarán en un producto de protección solar pueden poner de manifiesto el rendimiento de protección ultravioleta por el efecto de dispersión de la radiación ultravioleta sobre la superficie del polvo y el efecto de absorber la radiación ultravioleta en la partícula de polvo. El efecto de dispersión depende del factor de reflexión de la partícula y del tamaño de la partícula, y el efecto de absorción depende de la energía de banda prohibida (E_g) de la partícula de polvo. La E_g del óxido de zinc es de 3,2 eV y la excitación electrónica del mismo es una transición directa, de modo que el óxido de zinc puede absorber de manera efectiva la luz en la longitud de onda de 388 nm o menos correspondiente sustancialmente al valor de E_g . Por otro lado, el óxido de titanio de tipo rutilo que se usa ampliamente en uso cosmético tiene la E_g de 3,0 eV, pero la excitación electrónica del óxido de titanio es una transición indirecta, de modo que la luz en la longitud de onda de aproximadamente 320 nm o menos que es más pequeña que 413 nm correspondiente al valor original de E_g puede absorberse de manera efectiva.

35

40

[0006] Además, la E_g del óxido de hierro (hematita) es de 2,2 eV, y la longitud de onda correspondiente a la E_g es de 564 nm. Por lo tanto, se piensa que el óxido de hierro absorbe la luz en la longitud de onda de 400 a 564 nm, que es un rayo visible no solo la radiación UV-A.

45

[0007] Los inventores de la presente descripción completaron la invención de una partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal y un procedimiento de producción de la misma (documento de patente 1). La partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal descrita en el documento de patente 1 tiene una buena suavidad, un efecto de enfoque suave, una propiedad de protección ultravioleta y una transparencia a la luz visible, y se puede usar adecuadamente como un agente de protección ultravioleta para un producto cosmético. Las partículas de óxido de zinc tienen un rendimiento de protección ultravioleta más excelente que las partículas de óxido de zinc convencionales, y se pueden usar como un componente protector de luz ultravioleta de un producto cosmético. Sin embargo, es más preferido obtener un rendimiento de protección ultravioleta más excelente.

50

55

[0008] En los documentos de patente 2 a 5 se describe un agente de protección ultravioleta compuesto de partículas finas de zinc de ácido titánico y un agente de protección ultravioleta compuesto de partículas de óxido de zinc que contiene hierro. Sin embargo, estas partículas no tienen la forma de placa hexagonal, por lo que las partículas son no partículas que tienen los diversos tipos de rendimientos derivados de la forma de placa hexagonal mencionada anteriormente.

60

DOCUMENTOS DE LA TÉCNICA ANTERIOR

65 DOCUMENTOS DE PATENTE

[0009]

[Documento de patente 1] WO 2012/147886

5 [Documento de patente 2] publicación japonesa de Kokai Sho63-265819

[Documento de patente 3] publicación japonesa de Kokai Hei9-188517

[Documento de patente 4] publicación japonesa de Kokai Hei5-222317

[Documento de patente 5] publicación japonesa de Kokai Sho62-275182

10 **[0010]** El documento JP2002/226826 describe partículas absorbentes de UV en forma de placa hexagonal que contienen una solución sólida de Al, Fe, Ce y/o Ti en ZnO.

RESUMEN DE LA INVENCION

15 PROBLEMAS A RESOLVER POR LA INVENCION

[0011] Uno de los objetivos de la presente descripción es proporcionar partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal que tengan rendimientos adecuados derivados de su forma, es decir, partículas de óxido de zinc que tengan una relación de protección ultravioleta mejorada a la longitud de onda de 400 nm o menos sin perjudicar la
20 propiedades de transición directa de la excitación electrónica de las mismas y que tengan una relación de protección ultravioleta notablemente mejorada para la radiación UV-B y la radiación UV-A.

MEDIOS PARA RESOLVER EL OBJETIVO

25 **[0012]** La presente descripción se refiere a una partícula de óxido de zinc que contiene una solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn en al menos una porción de la misma, y que tiene una forma de placa hexagonal, en la que la solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn forman una capa que cubre una superficie de la partícula de óxido de zinc como un material de base.

30 **[0013]** La partícula de óxido de zinc contiene preferentemente Zn_2TiO_4 o ZnFe_2O_4 y tiene un diámetro de partícula primaria de 0,01 μm o más.

[0014] En la partícula de óxido de zinc, una cantidad de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe es preferentemente del 5 % en peso o más y del 30 % en peso o menos relativa al 100 % en peso de la partícula de óxido
35 de zinc en términos de TiO_2 y/o Fe_2O_3 .

[0015] La presente descripción se refiere a un procedimiento para producir la partícula de óxido de zinc que comprende una etapa (1-1) de añadir una solución acuosa de una sal de titanio y/o una sal de hierro y una solución acuosa alcalina a una suspensión acuosa de partículas de óxido de zinc sin procesar que tienen una forma de placa
40 hexagonal a una temperatura de 10 °C a 90 °C mientras se mantiene un pH de 9 ± 3 , y una etapa (1-2) de cocer la partícula de óxido de zinc recubierta obtenida en la etapa (1-1).

[0016] La presente descripción se refiere a un procedimiento para producir la partícula de óxido de zinc que comprende una etapa (2-1) de añadir partículas de óxido de zinc sin procesar a una solución acuosa de una sal de
45 zinc obtenida mediante la disolución de una sal de titanio y/o una sal de hierro y el envejecimiento por calor de las partículas de óxido de zinc sin procesar, y una etapa (2-2) de cocer la partícula de óxido de zinc que contiene hidróxido de titanio y/o la partícula de óxido de zinc que contiene hidróxido de hierro obtenida en la etapa (2-1).

[0017] La presente descripción se refiere a una partícula de óxido de zinc obtenida por el procedimiento.

50 **[0018]** La presente descripción se refiere a un agente de protección ultravioleta que comprende la partícula de óxido de zinc.

[0019] La presente descripción se refiere a un producto cosmético que comprende la partícula de óxido de zinc.

55

EFFECTOS DE LA INVENCION

[0020] La partícula de óxido de zinc de la presente descripción es una partícula que tiene una relación de protección ultravioleta mejorada en la longitud de onda de 400 nm o menos sin afectar las propiedades de transición
60 directa de la excitación electrónica del óxido de zinc en forma de placa hexagonal y que tiene una relación de protección ultravioleta notablemente mejorada para UV -B radiación y radiación UV-A.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

65 **[0021]**

La figura 1 es una fotografía de microscopio electrónico de transmisión de partículas de óxido de zinc recubiertas con Zn_2TiO_4 obtenidas en el ejemplo 1.

La figura 2 es un espectro de difracción de rayos X de partículas de óxido de zinc recubiertas con Zn_2TiO_4 obtenidas en el ejemplo 1.

5 La figura 3 es una fotografía de microscopio electrónico de transmisión de partículas de óxido de zinc recubiertas con ZnFe_2O_4 obtenidas en el ejemplo 2.

La figura 4 un espectro de difracción de rayos X de partículas de óxido de zinc recubiertas con ZnFe_2O_4 obtenidas en el ejemplo 2.

La figura 5 es una fotografía de microscopio electrónico de transmisión de partículas de óxido de zinc recubiertas con $\text{Zn}_2\text{TiO}_4 + \text{ZnFe}_2\text{O}_4$ obtenidas en el ejemplo 3.

10 La figura 6 un espectro de difracción de rayos X de partículas de óxido de zinc recubiertas con $\text{Zn}_2\text{TiO}_4 + \text{ZnFe}_2\text{O}_4$ obtenidas en el ejemplo 3.

La figura 7 es una fotografía de microscopio electrónico de transmisión de partículas de óxido de zinc que contienen ZnFe_2O_4 obtenidas en el ejemplo 4.

15 La figura 8 un espectro de difracción de rayos X de partículas de óxido de zinc que contienen ZnFe_2O_4 obtenidas en el ejemplo 4.

La figura 9 es una fotografía de microscopio electrónico de transmisión de partículas de matriz de óxido de zinc en forma de placa hexagonal en el ejemplo comparativo 1.

La figura 10 es una fotografía de microscopio electrónico de transmisión de partículas de matriz de óxido de zinc de forma indefinida en el ejemplo comparativo 2.

La figura 11 es una fotografía de microscopio electrónico de transmisión de partículas de óxido de zinc recubiertas con Zn_2TiO_4 obtenidas en el ejemplo comparativo 3.

La figura 12 es un espectro de difracción de rayos X de partículas de óxido de zinc recubiertas con Zn_2TiO_4 obtenidas en el ejemplo comparativo 3.

25 La figura 13 es una fotografía de microscopio electrónico de transmisión de partículas de óxido de zinc recubiertas con ZnFe_2O_4 obtenidas en el ejemplo comparativo 4.

La figura 14 es un espectro de difracción de rayos X de partículas de óxido de zinc recubiertas con ZnFe_2O_4 obtenidas en el ejemplo comparativo 4.

La figura 15 muestra curvas de transmitancia de luz total en la región de longitud de onda ultravioleta de 300 a 400 nm definida por una relación de protección ultravioleta de una película de recubrimiento que contiene partículas de óxido de zinc recubiertas con Zn_2TiO_4 del ejemplo 1, una relación de protección ultravioleta de una película de recubrimiento que contiene partículas de óxido de zinc recubiertas con ZnFe_2O_4 del ejemplo 2, y una relación de protección ultravioleta de una película de recubrimiento que contiene partículas de óxido de zinc del ejemplo comparativo 1.

35 La figura 16 es una vista esquemática que ilustra un procedimiento para medir un diámetro de partícula primaria de partículas de óxido de zinc en los ejemplos y ejemplos comparativos.

La figura 17 es una vista esquemática que ilustra un procedimiento para medir una relación de aspecto de partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal.

La figura 18 es una vista esquemática que ilustra un procedimiento para medir una relación de aspecto de partículas de óxido de zinc de forma indefinida.

40 La figura 19 es una vista explicativa de la relación de protección ultravioleta 1 (%) y la relación de protección ultravioleta 2 (%).

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

45 **[0022]** La presente descripción se describirá en detalle en lo sucesivo.

[0023] La presente descripción se refiere a una partícula de óxido de zinc que contiene una solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn en al menos una porción de la misma, y que tiene una forma de placa hexagonal, en la que la solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn forman una capa que cubre una superficie de la partícula de óxido de zinc como un material de base. Es decir, en cuanto a la partícula de óxido de zinc que tiene un excelente rendimiento como se describe en el documento de patente 1, el rendimiento de absorción ultravioleta de la misma se puede cambiar para obtener partículas de óxido de zinc que tienen un rendimiento de protección ultravioleta más mejorado al contener una solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn en al menos una porción de la misma. La partícula de óxido de zinc de la presente descripción es una nueva partícula de óxido de zinc, que está cubierta por la solución sólida, que tiene el rendimiento de transición directa de la excitación electrónica de óxido de zinc y el rendimiento de protección ultravioleta de Zn_2TiO_4 o ZnFe_2O_4 .

60 (Solución sólida de elemento de Ti y/o elemento de Fe y elemento de Zn)

[0024] La partícula de óxido de zinc de la presente descripción contiene una solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn en al menos una porción de la misma, en la que la solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn forma una capa que cubre una superficie de la partícula de óxido de zinc como un material de base. Es decir, la superficie de la partícula de óxido de zinc está cubierta por

Zn_2TiO_4 y/o ZnFe_2O_4 . Se prefiere una partícula de óxido de zinc cuya superficie está cubierta por Zn_2TiO_4 y/o ZnFe_2O_4 porque su transmitancia de luz visible es alta, de modo que se puede lograr una transmitancia más mejorada cuando está contenida en un producto cosmético.

5 **[0025]** La partícula de óxido de zinc de la presente descripción puede contener tanto un elemento de Ti como un elemento de Fe. Una cantidad de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe es preferentemente del 5 % en peso o más y del 30 % en peso o menos relativa al 100 % en peso de la partícula de óxido de zinc en términos de TiO_2 y/o Fe_2O_3 , y más preferentemente del 7 % en peso o más y del 25 % en peso o menos. Cuando es inferior al 5 % en peso, no se prefiere porque el rendimiento de absorción ultravioleta en la longitud de onda de 400 nm o menos no se puede
10 obtener de manera eficiente. Cuando es superior al 30 % en peso, no se prefiere porque la propiedad de transición directa de la excitación electrónica de la partícula de óxido de zinc se libera. La cantidad relativa a la partícula de óxido de zinc en términos de TiO_2 y/o Fe_2O_3 es un valor medido con un analizador de fluorescencia de rayos X ZSX Primus II (fabricado por Rigaku Corporation), y el software utilizado es la exploración EZ (SQX).

15 **[0026]** En la presente descripción, el elemento de Ti y/o el elemento de Fe forman una solución sólida con un elemento de Zn. Es más preferido que la solución sólida exista dentro de la partícula de óxido de zinc o en la superficie de la misma en un estado representado por una fórmula general Zn_2TiO_4 o ZnFe_2O_4 .

[0027] La formación de la solución sólida representada por Zn_2TiO_4 y/o ZnFe_2O_4 puede confirmarse por
20 difracción de rayos X. Como se describe en detalle en el ejemplo, la partícula de óxido de zinc de la presente descripción se mide por difracción de rayos X, luego se pueden observar los espectros de difracción derivados de ZnO y Zn_2TiO_4 y/o ZnFe_2O_4 . Por lo tanto, se puede confirmar que el elemento de Ti y/o el elemento de Fe existen en un estado de solución sólida como se mencionó anteriormente. La difracción de rayos X se mide con un difractómetro de rayos X Ultima III (fabricado por Rigaku Corporation) que tiene un tubo de rayos X con cobre.

25 **[0028]** La partícula de óxido de zinc de la presente descripción tiene preferentemente una relación de protección ultravioleta más alta que una partícula de óxido de zinc sin procesar como matriz cuando la solución sólida representada por Zn_2TiO_4 o ZnFe_2O_4 se forma cubriendo la partícula de óxido de zinc sin procesar en forma de placa hexagonal como matriz. El ultravioleta comprende la radiación UV-A y la radiación UV-B, y se prefiere que la partícula
30 de óxido de zinc recubierta tenga una mayor relación de protección ultravioleta para una o ambas de las radiaciones mencionadas anteriormente que la partícula de óxido de zinc sin procesar como matriz. Específicamente, la relación de (la relación de protección ultravioleta de la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta de la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es preferentemente de 1,1 o más.

35 **[0029]** En la memoria descriptiva, la relación de protección ultravioleta es un valor calculado basado en la transmitancia de luz total medida según las siguientes condiciones en cuanto a una película de recubrimiento que se prepara mediante el procedimiento descrito en el ejemplo.

40 (Transmitancia de luz total 1, transmitancia de luz total 2)

[0030] En la memoria descriptiva, la transmitancia de luz total 1 (%) y la transmitancia de luz total 2 (%) son valores determinados al medir una película de recubrimiento preparada con el uso de un espectrofotómetro V-570 (fabricado por JASCO Corporation). La transmitancia de luz total 1 (%) es un valor de la transmitancia de luz total a la
45 longitud de onda de 300 nm, y la transmitancia de luz total 2 (%) es un valor de la transmitancia de luz total a la longitud de onda de 360 nm. Cuanto menor sea la transmitancia de luz total 1 (%), mayor será el efecto de protección ultravioleta frente a la radiación ultravioleta en UV-B, y cuanto menor sea la transmitancia de luz total 2 (%), mayor será el efecto de protección ultravioleta frente a la radiación ultravioleta en UV-A.

50 (Relación de protección ultravioleta 1, relación de protección ultravioleta 2)

[0031] En la memoria descriptiva, la relación de protección ultravioleta se calcula según las siguientes fórmulas utilizando la transmitancia de luz total mencionada anteriormente.

55 Relación de protección ultravioleta 1 (%) = 100 % - la transmitancia de luz total 1 (%)

Relación de protección ultravioleta 2 (%) = 100 % - la transmitancia de luz total 2 (%)

60 **[0032]** Es decir, el valor de la relación de protección ultravioleta 1 (%) significa una relación de protección frente a la radiación ultravioleta en la longitud de onda de 300 nm, y cuanto mayor sea este valor, mayor será la propiedad de protección ultravioleta frente a la radiación UV-B.

[0033] El valor de la relación de protección ultravioleta 2 (%) significa una relación de protección frente a la radiación ultravioleta en la longitud de onda de 360 nm, y cuanto mayor sea este valor, mayor será la propiedad de protección ultravioleta frente a la radiación UV-A.

5

[0034] Se adjunta un dibujo de explicación 19 para facilitar la comprensión de las relaciones entre la transmitancia de luz total 1 (%), la transmitancia de luz total 2 (%), la relación de protección ultravioleta 1 (%) y la relación de protección ultravioleta 2 (%).

- 10 **[0035]** (La relación de (la relación de protección ultravioleta 1 de la película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 1 de la película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)))
En la partícula de óxido de zinc de la presente descripción, en la que la solución sólida representada por Zn_2TiO_4 y/o ZnFe_2O_4 se forma por recubrimiento, la relación de (la relación de protección ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) para la radiación UV-B es preferentemente de 1,1 o más.
- 15

- [0036]** (La relación de (la relación de protección ultravioleta 2 de la película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 2 de la película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)))
En la partícula de óxido de zinc de la presente descripción, en la que la solución sólida representada por Zn_2TiO_4 y/o ZnFe_2O_4 se forma por recubrimiento, la relación de (la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) para la radiación UV-B es preferentemente de 1,1 o más.
- 20
- 25

(Forma de la partícula de óxido de zinc)

- 30 **[0037]** La partícula de óxido de zinc de la presente descripción tiene una forma de placa hexagonal. Con respecto a la partícula de óxido de zinc que tiene dicha forma, se puede mostrar un rendimiento de protección ultravioleta superior y, además, se puede expresar una función excelente como un componente para un producto cosmético por el efecto físico derivado de la forma específica de la partícula como se describe en el documento de patente 1. Más específicamente, la partícula de óxido de zinc tiene una sensación suave derivada de la forma de placa hexagonal y una propiedad de enfoque suave superior. La partícula de óxido de zinc de la presente descripción es la partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal que tiene tales efectos excelentes, de modo que la partícula de óxido de zinc tiene una capacidad de absorción ultravioleta más mejorada en la región de 400 nm o menos.
- 35

- [0038]** La partícula de óxido de zinc que tiene una forma de placa hexagonal no está particularmente limitada, pero es preferentemente una como se describe más adelante en detalle.
- 40

- [0039]** Las partículas de óxido de zinc de la presente descripción tienen preferentemente un diámetro de partícula primaria de 0,01 μm o más. Al controlar adecuadamente el diámetro de partícula primaria de las partículas de óxido de zinc, se pueden transmitir selectivamente diversos tipos de rendimiento, tales como un deslizamiento adecuado, un efecto de enfoque suave, una propiedad de protección ultravioleta y una transparencia a la luz visible. El diámetro de partícula primaria es más preferentemente de 0,02 μm o más, y aún más preferentemente de 0,03 μm o más.
- 45

- [0040]** El límite superior del diámetro de partícula primaria no está particularmente limitado pero es preferentemente de 100 μm , más preferentemente de 50 μm , y aún más preferentemente de 25 μm .
- 50

- [0041]** En la memoria descriptiva, el diámetro de partícula primaria es un diámetro de partícula (μm) definido por un diámetro unidireccional en un campo visual de 2000 a 50000 aumentos en una fotografía de microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.)(distancia entre dos líneas paralelas en una dirección fija con una partícula mantenida entre ellas; las mediciones se realizan en una dirección fija sin importar las formas de las partículas en la imagen), y se obtienen midiendo los diámetros unidireccionales de 250 partículas primarias en la fotografía TEM y determinando un valor promedio de una distribución acumulada de las mismas. La figura 16 se adjunta para ilustrar el procedimiento de medición del diámetro de partícula primaria.
- 55

- [0042]** La relación de aspecto de las partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal de la presente descripción es preferentemente de 2,5 o más. Es decir, las partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal son partículas de óxido de zinc que tienen forma de placa hexagonal, y particularmente cuando se usan para un producto cosmético, se puede lograr un buen deslizamiento y un excelente confort de uso debido a la forma mencionada anteriormente. En la presente descripción, la relación de aspecto de la partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal es un valor determinado como una relación de L/T, en la que L es un valor promedio de los
- 60
- 65

diámetros de partículas medidos (μm) de 250 partículas, el diámetro de partícula definido por un diámetro unidireccional para partículas en las cuales la superficie en forma hexagonal de la partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal se orienta hacia el frente (distancia entre dos líneas paralelas en una dirección fija con una partícula mantenida entre ellas; las mediciones se realizan en una dirección para las partículas en las cuales la superficie en forma hexagonal de la imagen se orienta hacia el frente), y T es un valor promedio de los espesores medidos (μm) (longitud del lado más corto del rectángulo) de 250 partículas para partículas en las cuales la superficie lateral de las partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal orientadas hacia el frente (partículas que aparecen rectangulares), en un campo visual de 2000 a 50000 aumentos en una fotografía de microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.). Para el procedimiento de medición de una relación de aspecto, se adjunta la figura 17. La relación de aspecto es más preferentemente de 2,7 o más, y aún más preferentemente de 3,0 o más.

[0043] Para la relación de aspecto de las partículas que tienen una forma de partículas indefinida en los ejemplos comparativos de la memoria descriptiva, el eje mayor de cada una de las 250 partículas de óxido de zinc de forma indefinida y el eje menor que pasa por el centro del eje mayor se miden en un campo visual de 2000 a 50000 aumentos en una fotografía de microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.), y se determina una relación entre las longitudes del eje mayor y el eje menor: eje mayor/eje menor. A continuación, se determina un valor promedio de una distribución acumulada de las mismas como una relación de aspecto. El procedimiento para medir una relación de aspecto de las partículas de óxido de zinc de forma indefinida se muestra en la figura 18.

(Procedimiento de producción)

[0044] Un procedimiento para producir la partícula de óxido de zinc de la presente descripción no está particularmente limitado, pero incluye un procedimiento para tratar la partícula de óxido de zinc sin procesar obtenida según el procedimiento del documento de patente 1 con un compuesto que contiene Fe y/o Ti, un procedimiento para realizar una reacción del procedimiento de producción de la partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal descrita en el documento de patente 1 (procedimiento para producir óxido de zinc que comprende una etapa de envejecimiento de partículas finas de óxido de zinc en una solución acuosa de sal de zinc) en presencia de ion Fe e/ó ion titanio, por ejemplo.

[0045] Más específicamente, el procedimiento es especialmente preferente de uno de los siguientes procedimientos:

- 35 un procedimiento de producción que comprende una etapa (1-1) de añadir una solución acuosa de una sal de titanio y/o una sal de hierro y una solución acuosa alcalina a una suspensión acuosa de partículas de óxido de zinc sin procesar que tiene forma de placa hexagonal mientras se mantiene el pH y las condiciones de temperatura y una etapa (1-2) de cocer las partículas de óxido de zinc recubiertas obtenidas en la etapa (1-1) (procedimiento de producción 1), y
- 40 un procedimiento de producción que comprende una etapa (2-1) de añadir las partículas de óxido de zinc a una solución acuosa de sal de zinc obtenida mediante la disolución de una sal de titanio y/o una sal de hierro y el envejecimiento por calor de la mezcla, y una etapa (2-2) de cocer la partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal que contiene hidróxido obtenida en la etapa (2-1) (procedimiento de producción 2).

45 (Procedimiento de producción 1)

[0046] El procedimiento de producción comprende las etapas de añadir la partícula de óxido de zinc sin procesar que tiene una forma de placa hexagonal a un medio líquido para preparar una suspensión acuosa, formando un recubrimiento de superficie precipitando una sal de titanio y/o sal de hierro sobre la superficie de la partícula de óxido de zinc sin procesar en la suspensión acuosa, y cocer para obtener un recubrimiento. El análisis de rayos X de la partícula de óxido de zinc recubierta obtenida por este procedimiento de producción ha puesto de manifiesto que se forma el recubrimiento de solución sólida que consiste en un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn no un recubrimiento de óxido de titanio y/u óxido de hierro.

55 **[0047]** Como partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal que se usa en la etapa mencionada anteriormente como la partícula de óxido de zinc sin procesar, se usan preferentemente las partículas obtenidas por el procedimiento de producción descrito en el documento de patente 1.

[0048] El procedimiento de producción de partículas de óxido de zinc descrito en el documento de patente 1 comprende una reacción en una suspensión. Una vez completada la reacción, las partículas obtenidas pueden someterse al procedimiento de producción de la presente descripción, o pueden someterse a una etapa tal como filtración, lavado con agua, secado y coacción, y luego dispersarse en un medio acuoso para preparar una suspensión acuosa, de nuevo.

65 **[0049]** Una concentración de las partículas de óxido de zinc sin procesar que tienen una forma de placa

hexagonal es preferentemente de 10 a 500 g/l en la suspensión.

[0050] El medio líquido que compone la suspensión es preferentemente agua o un líquido mixto de agua y un disolvente orgánico soluble en agua, y lo más preferentemente agua. Cuando se usa el líquido mixto de agua y un disolvente orgánico soluble en agua, se pueden usar disolventes que se pueden mezclar con agua en una relación arbitraria como el disolvente orgánico soluble en agua, por ejemplo, alcoholes inferiores que incluyen metanol y etanol, y acetona. Una cantidad del disolvente orgánico soluble en agua que se va a usar es preferentemente de 1 a 30 % en peso relativa a la cantidad total del disolvente mixto.

10 **[0051]** Se puede usar un dispersante según la necesidad en la preparación de la suspensión.

[0052] La sal de titanio no está particularmente limitada, pero incluye sulfato de titanio, tetraalcóxido de titanio tal como tetraisopropóxido de titanio y tetracloruro de titanio, por ejemplo.

15 **[0053]** La sal de hierro no está particularmente limitada, pero incluye acetato ferroso, ácido triacético, cloruro ferroso, cloruro férrico, sulfato ferroso, sulfato férrico, nitrato ferroso y nitrato férrico, por ejemplo.

[0054] Una concentración de la sal de titanio y/o la sal de hierro en la solución acuosa de sal de titanio y/o sal de hierro es preferentemente de 50 a 300 g/l. Se prefiere usar la solución acuosa con el intervalo de concentración mencionado anteriormente porque se puede formar una capa de cobertura uniforme sobre la superficie de las partículas de óxido de zinc sin procesar como matriz para reducir la productividad.

[0055] No se necesita un componente distinto de la sal de titanio y/o la sal de hierro y el agua en la solución acuosa de la sal de titanio y/o la sal de hierro, pero puede combinarse de manera que el efecto de la presente descripción no se vea afectado.

[0056] Un compuesto alcalino en la solución acuosa alcalina no está particularmente limitado, pero puede incluir hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o amoníaco. Una concentración de la solución acuosa alcalina no está particularmente limitada, pero puede ser del 5 al 30 % en peso, por ejemplo.

30 **[0057]** En la etapa (1-1), la solución acuosa de la sal de titanio y/o la sal de hierro y la solución acuosa alcalina se añaden mientras se mantienen las condiciones de pH y temperatura. Al hacer esta etapa, el titanio y/o el hierro se precipitan uniformemente para lograr el objetivo adecuadamente.

35 **[0058]** Cuando se añaden la solución acuosa de sal de titanio y/o sal de hierro y la solución acuosa alcalina, las condiciones de pH y temperatura son preferentemente que el pH es de 9 ± 3 y la temperatura es de 10 °C a 90 °C. Un tiempo de reacción no está particularmente limitado, pero puede ser de 10 a 360 minutos.

[0059] La solución acuosa de sal de titanio y/o sal de hierro y la solución acuosa alcalina se añaden preferentemente simultáneamente en las diferentes posiciones de la superficie de la suspensión que es el objetivo de la adición. Las partículas de hidróxido de titanio que tienen una forma uniforme y un diámetro de partícula uniforme y/o las partículas de hidróxido de hierro que tienen una forma uniforme y un diámetro de partícula uniforme se pueden depositar para cubrir la superficie de las partículas de óxido de zinc como matriz añadiéndolas al mismo tiempo. Un procedimiento de adición no está particularmente limitado, pero incluye un procedimiento de añadir una cantidad constante de manera continua mediante una bomba. La cantidad de adición de la solución acuosa es preferentemente una cantidad correspondiente a la cantidad de titanio y/o hierro en la partícula de óxido de zinc que se desea. En el caso de añadir la solución acuosa de sal de titanio y/o sal de hierro y la solución acuosa alcalina simultáneamente a la suspensión, la suspensión se agita preferentemente. Al hacer esto, se puede formar una capa uniforme de partícula de hidróxido de titanio y/o partícula de hidróxido de hierro sobre la superficie de la partícula de óxido de zinc. La suspensión se puede agitar mediante un procedimiento habitual, por ejemplo, un procedimiento que usa un agitador.

[0060] La suspensión obtenida mediante la etapa (1-1) mencionada anteriormente puede someterse a una etapa de filtrado y, si es necesario, lavado con agua y secado, luego se pueden obtener partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido. Las partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido obtenidas se cuecen en la etapa (1-2). Al hacer esto, se puede formar una solución sólida compuesta de elementos de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn.

[0061] En la etapa (1-2), la temperatura de cocción es preferentemente de 400 a 900 °C. Se prefiere que la temperatura sea de 500 °C o más porque la cristalinidad y el efecto de protección ultravioleta de las partículas se pueden mejorar. La atmósfera de cocción en la etapa (1-2) no está particularmente limitada, pero incluye aire, oxígeno, nitrógeno, dióxido de carbono, hidrógeno, argón y metano. El tiempo de cocción es preferentemente de 1 a 50 horas, aunque depende de la temperatura de cocción.

(Procedimiento de producción 2)

65

[0062] El procedimiento de producción 2 comprende una etapa (2-1) de envejecer por calor partículas de óxido de zinc sin procesar en una solución acuosa de sal de zinc obtenida mediante la disolución de una sal de titanio y/o una sal de hierro.

5 **[0063]** La sal de titanio y/o la sal de hierro que se pueden usar en la etapa (2-1) pueden incluir los compuestos mencionados anteriormente. La sal de zinc no está particularmente limitada, pero incluye sulfato de zinc, nitrato de zinc, acetato de zinc, cloruro de zinc, formiato de zinc, etc.

10 **[0064]** Una concentración de la sal de zinc en la solución acuosa de sal de zinc es preferentemente de 0,005 a 4,0 mol/l. La concentración de sal de titanio y/o sal de hierro en la solución acuosa de sal de zinc es preferentemente de 50 a 300 g/l.

15 **[0065]** El medio líquido que compone la solución acuosa de sal de zinc es preferentemente agua o un líquido mixto de agua y un disolvente orgánico soluble en agua, y lo más preferentemente el agua. Cuando se usa el líquido mixto de agua y un disolvente orgánico soluble en agua, se pueden usar disolventes que se pueden mezclar con agua en una relación arbitraria como el disolvente orgánico soluble en agua, por ejemplo, alcoholes inferiores que incluyen metanol y etanol, y acetona. La cantidad del disolvente orgánico soluble en agua que se va a usar es preferentemente de 1 a 30 % en peso relativa a la cantidad total del disolvente mixto.

20 **[0066]** Se puede añadir un dispersante según la necesidad, cuando se prepara la suspensión.

[0067] La forma de la partícula de óxido de zinc sin procesar en el procedimiento de producción 2 está limitada a una forma de placa hexagonal. Las partículas de óxido de zinc sin procesar se añaden a la solución acuosa de sal de zinc, se agitan y dispersan para obtener una suspensión. La reacción se puede hacer en la suspensión.

25 **[0068]** Una concentración de la partícula de óxido de zinc sin procesar es preferentemente de 10 a 500 g/l relativa a la cantidad total de la suspensión. Una temperatura de reacción es preferentemente de 10 a 110 °C, y un tiempo de reacción es preferentemente de 0,5 a 24 horas. Un pH de la suspensión al realizar la etapa (2-1) es preferentemente de 5,5 a 13,5.

30 **[0069]** La suspensión obtenida en la etapa (2-1) mencionada anteriormente puede someterse a una etapa de filtrado y, si es necesario, lavado con agua y secado, luego se pueden obtener partículas de óxido de zinc que contienen hidróxido. Las partículas de óxido de zinc que contienen hidróxido obtenidas se cuecen en la etapa (2-2). Al hacer esto, se puede formar una solución sólida compuesta de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento
35 de Zn.

[0070] En la etapa (2-2), la temperatura de cocción es preferentemente de 400 a 900 °C. Se prefiere que la temperatura sea de 500 °C o más porque la cristalinidad y el efecto de protección ultravioleta de las partículas se pueden mejorar. La atmósfera de cocción en la etapa (2-2) no está particularmente limitada, pero incluye aire, oxígeno, nitrógeno, dióxido de carbono, hidrógeno, argón y metano. El tiempo de cocción es preferentemente de 1 a 5 horas, aunque depende de la temperatura de cocción.

(Tratamiento de la superficie)

45 **[0071]** La partícula de óxido de zinc de la presente descripción puede someterse a un tratamiento de superficie. El tratamiento de la superficie no está particularmente limitado, pero incluye un tratamiento de la superficie para formar una capa de al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en óxidos de silicio, hidratos de óxido de silicio, óxidos de aluminio e hidróxidos de aluminio, un tratamiento de superficie que utiliza un compuesto orgánico repelente al agua y un tratamiento de superficie que utiliza un agente de acoplamiento tal como agentes de
50 acoplamiento de silano y agentes de acoplamiento de titanio. Estos tratamientos de superficie se pueden utilizar en combinación.

[0072] La formación de una capa que utiliza al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en óxidos de silicio, hidratos de óxido de silicio, óxidos de aluminio e hidróxidos de aluminio se puede realizar mediante
55 un procedimiento para depositar un compuesto de fuente de Si y/o un compuesto de fuente de Al sobre una superficie del polvo mediante hidrólisis o termólisis. El compuesto de fuente de Si y/o el compuesto de fuente de Al incluyen compuestos que pueden convertirse fácilmente en SiO₂, Al(OH)₃, o Al₂O₃, tales como tetralcoxisilano y el condensado de hidrólisis del mismo, silicato de sodio, silicato de potasio, alcóxido de aluminio y el condensado de hidrólisis del mismo, y aluminato de sodio.

60 **[0073]** La reacción de hidrólisis no está particularmente limitada, pero se puede usar un procedimiento que use un ácido tal como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido acético y ácido nítrico. Un procedimiento de neutralización en el procedimiento de tratamiento que utiliza la dispersión en agua puede ser cualquiera de los procedimientos de adición del compuesto de fuente de Si y/o el compuesto de fuente de Al después de añadir el ácido a la dispersión, un
65 procedimiento de adición del ácido después de añadir el compuesto de fuente de Si y/o el compuesto de fuente de Al

a la dispersión, y un procedimiento de adición del ácido y el compuesto de fuente de Si y/o el compuesto de fuente de Al al mismo tiempo a la dispersión.

[0074] El tratamiento con el compuesto orgánico repelente al agua no está particularmente limitado, pero incluye un tratamiento que utiliza aceites de silicona, alquilsilanos, alquiltitanatos, alquilaluminatos, poliolefinas, poliésteres, jabones metálicos, aminoácidos o sales de aminoácidos. Entre ellos, se prefieren los aceites de silicona debido a la buena estabilidad química. El ejemplo específico del aceite de silicona incluye dimetilpolisiloxano (por ejemplo, KF-96A-100cs fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., DM10 fabricado por wacker asahikasei silicone co., Ltd.), metil hidrógeno polisiloxano (por ejemplo, KF-99P fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., SH1107C fabricado por Dow corning Toray), copolímero de (dimeticona/meticona) (por ejemplo, KF-9901 fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), metil fenil silicona (por ejemplo, KF-50-100cs fabricada por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), silicona modificada con amina (por ejemplo, KF-8015 fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., JP-8500 agente de acondicionamiento fabricado por Dow corning Toray, ADM6060 fabricado por wacker asahikasei silicone co., Ltd.), trietoxisililetil polidimetilsiloxietil dimeticona (por ejemplo, KF-9908 fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), y trietoxisililetil polidimetilsiloxietil hexil dimeticona (por ejemplo, KF-9909 fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.).

[0075] El agente de acoplamiento de silano incluye viniltris(2-metoxietoxi)silano, viniltriclorosilano, viniltrimetoxisilano, viniltriethoxisilano, 2-(3,4 epoxi ciclohexil)etiltrimetoxisilano, 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano, 3-glicidoxipropilmetildietoxisilano, 3-glicidoxipropiltriethoxisilano, p-estiriltrimetoxisilano, 3-metacriloxipropil metildietoxisilano, 3-metacriloxipropil trimetoxisilano, 3-metacriloxipropil metildietoxisilano, 3-metacriloxipropil triethoxisilano, 3-acriloxipropil trimetoxisilano, N-2(aminoetil) 3-aminopropilmetildietoxisilano, N-2(aminoetil) 3-aminopropiltrimetoxisilano, N-2(aminoetil) 3-aminopropiltriethoxisilano, 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminotriethoxisilano, 3-trietoxisilil-N-(1,3 dimetil-butiliden)propilamina, N-fenil-3-aminopropiltrimetoxisilano, hidrocloreto de N-(vinilbencil)-2-aminoetil-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-ureidopropiltriethoxisilano, 3-cloropropiltrimetoxisilano, 3-mercaptopropilmetildietoxisilano, 3-mercaptopropiltrimetoxisilano, bis(trietoxisililpropil) tetrasulfuro, 3-isocianatopropiltriethoxisilano, tetrametoxisilano, tetraetoxisilano, metiltrimetoxisilano, metiltriethoxisilano, metiltriethoxisilano, feniltriethoxisilano, hexametildisilazano, hexiltrimetoxisilano y deciltrimetoxisilano.

[0076] El agente de acoplamiento de titanio incluye titanato de tetraisopropilo, tetra-n-butiltitanato, dímero de butiltitanato, titanato de tetra (2-etilhexilo), titanato de tetrametilo, acetilacetato de titanio, tetraacetilacetato de titanio, etilacetato de titanio, octanodioleato de titanio, lactato de titanio, trietanolaminato de titanio y polihidroxi estearato de titanio.

[0077] El tratamiento de la superficie se realiza preferentemente de modo que la cantidad de tratamiento de la superficie sea del 1 al 10 % en peso relativo al polvo tratado en su totalidad. Se prefiere ajustar la cantidad de tratamiento dentro del intervalo mencionado anteriormente porque la suavidad y la resistencia a la humedad pueden mejorarse para aumentar la dispersabilidad en una resina.

(Objetivo)

[0078] La partícula de óxido de zinc de la presente descripción se puede usar para un producto cosmético, una tinta, un recubrimiento y un plástico en combinación o mezclado con otros componentes. La partícula de óxido de zinc tiene especialmente las propiedades mencionadas anteriormente de modo que se puede obtener preferentemente el producto cosmético que contiene la misma que muestra una excelente estabilidad y un efecto de protección ultravioleta.

(Uso en el campo de productos cosméticos)

[0079] El producto cosmético no está particularmente limitado. Se pueden obtener productos cosméticos para la prevención de la radiación ultravioleta, tal como un agente de protección solar; productos cosméticos para maquillaje de base tal como una base; y productos cosméticos para maquillaje de punto, tal como una barra de labios, mezclando el polvo compuesto con cualquier materia prima cosmética, según sea necesario. Cuando se usa en productos cosméticos, se pueden lograr excelentes rendimientos porque los polvos compuestos tienen el rendimiento de protección ultravioleta.

[0080] El producto cosmético puede estar en cualquier forma, por ejemplo, una forma de un producto cosmético oleoso, un producto cosmético acuoso, un producto cosmético tipo O/W, o un producto cosmético tipo W/O.

[0081] El producto cosmético puede contener cualquier componente acuoso o un componente oleoso que pueda usarse en el campo cosmético. El componente acuoso y el componente oleoso pueden contener cualquier componente, que incluyen, pero no se limitan a, una solución de aceite, un tensioactivo, un humectante, un alcohol superior, un agente secuestrante, un polímero natural o sintético, un polímero soluble en agua o soluble en aceite, un agente de protección ultravioleta, diversos extractos, un agente colorante tal como un colorante orgánico, un conservante, un antioxidante, un colorante, un espesante, un ajustador de pH, un perfume, un agente de sensación refrescante, un antitranspirante, un agente bactericida, un agente activador de la piel y diversos polvos.

- [0082]** Los ejemplos de la solución de aceite incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, grasas naturales de animales y plantas (por ejemplo, aceite de oliva, aceite de visón, aceite de ricino, aceite de palma, sebo de res, aceite de onagra, aceite de coco, aceite de ricino, aceite de cacao y aceite de nuez de macadamia); ceras (por ejemplo, 5 aceite de jojoba, cera de abejas, lanolina, cera de carnauba y cera de candelilla); alcoholes superiores (por ejemplo, alcohol laurílico, alcohol estearílico, alcohol cetílico y alcohol oleílico); ácidos grasos superiores (por ejemplo, ácido láurico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido behénico y ácido graso lanolínico); hidrocarburos alifáticos superiores (por ejemplo, parafina líquida, parafina sólida, escualano, vaselina, ceresina y cera microcristalina); aceites de ésteres sintéticos (por ejemplo, estearato de butilo, laurato de hexilo, adipato de diisopropilo, sebacato de 10 diisopropilo, miristato de octildodecilo, miristato de isopropilo, palmitato de isopropilo, miristato de isopropilo, isooctanoato de cetilo y dicaprato de neopentilglicol); y derivados de silicona (por ejemplo, aceites de silicona tales como metil silicona y metil fenil silicona). Además, se puede mezclar una vitamina soluble en aceite, un conservante o un agente blanqueador.
- 15 **[0083]** Los ejemplos del tensioactivo incluyen un tensioactivo no iónico lipófilo y un tensioactivo no iónico hidrófilo. Los ejemplos del tensioactivo no iónico lipófilo incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, monooleato de sorbitán, monoisostearato de sorbitán, monolaurato de sorbitán, monopalmitato de sorbitán, monoestearato de sorbitán, sesquioleato de sorbitán, trioleato de sorbitán, ésteres de ácidos grasos de sorbitán tales como penta-2-etilhexilato de diglicerol sorbitán, tetra-2-etilhexilato de diglicerol sorbitán, ácidos grasos de glicerina tal como el ácido 20 graso mono de glicerol aceite de semilla de algodón, monoerucato de glicerol, sesquioleato de glicerol, monoestearato de glicerol, α,α' -glicerol oleato piroglutamato y monoestearato malato de glicerol; ésteres de ácidos grasos de propilenglicol tales como monoestearato de propilenglicol; derivados de aceite de ricino hidrogenado; y glicerol alquil éteres.
- 25 **[0084]** Los ejemplos del tensioactivo no iónico hidrófilo incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, ésteres de ácidos grasos de POE sorbitán tales como monooleato de POE sorbitán, monoestearato de POE sorbitán y tetraoleato de POE sorbitán; ésteres de ácidos grasos de POE-sorbit, tales como monolaurato de POE-sorbit, monooleato de POE-sorbit, pentaoleato de POE-sorbit y monoestearato de POE-sorbit; ésteres de ácidos grasos de POE glicerina, tales como monoestearato de POE glicerina, monoisoestearato de POE glicerina, y triisoestearato de POE glicerina; 30 ésteres de ácidos grasos de POE tales como monooleato de POE, diestearato de POE, monodioleato de POE y etilenglicol de ácido diesteárico; POE alquil éteres tales como POE lauril éter, POE oleil éter, POE estearil éter, POE behenil éter, POE 2-octil dodecil éter y POE colestanol éter; POE alquil fenil éteres tales como POE octil fenil éter, POE nonil fenil éter y POE dinonil fenil éter; tipos pluarónicos tales como Pluronic; POE/POP alquil éteres tales como POE/POP cetil éter, POE/POP2 deciltetradecil éter, POE/POP monobutil éter, POE/POP lanolina hidrogenada y 35 POE/POP glicerina éter; productos de condensación de tetra POE/tetra POP etilendiamina tales como Tetronic; derivados de POE aceite de ricino hidrogenado aceite de ricino tales como, POE aceite de ricino, POE aceite de ricino hidrogenado, monoisoestearato de POE aceite de ricino hidrogenado, triisoestearato de POE aceite de ricino hidrogenado, diéster de ácido monoisoesteárico de ácido POE aceite de ricino hidrogenado monopiroglutámico, ácido maleico de POE aceite de ricino hidrogenado; derivados de POE cera de abejas/lanolina tales como la cera de abejas 40 POE sorbit; alcanolamidas tales como dietanolamida de ácido graso de aceite de coco, monoetanolamida de ácido láurico e isopropanolamida de ácido graso; ésteres de ácidos grasos de POE propilenglicol, POE alquilaminas, amidas de ácidos grasos POE, ésteres de ácidos grasos de sacarosa, productos de condensación de POE nonil fenil formaldehído, óxidos de alquil etoxidimetilamina y fosfatos de trioleilo.
- 45 **[0085]** Se puede mezclar cualquier otro tensioactivo, incluidos, por ejemplo, tensioactivos aniónicos tales como jabones de ácidos grasos, sales de éster de alquil sulfato superior, POE lauril sulfato trietanolamina y sales de éster de alquil éter sulfato; tensioactivos catiónicos tales como sales de alquil trimetil amonio, sales de alquil piridinio, sales de alquil amonio cuaternizado, sales de alquil dimetil bencilamonio, POE alquilaminas, sales de alquilamina y derivados de ácidos grasos de poliamina; y tensioactivos anfóteros, tales como un tensioactivo anfótero a base de 50 imidazolina y un tensioactivo a base de betaína, siempre que el tensioactivo no afecte la estabilidad y la irritación de la piel.
- [0086]** Los ejemplos de los humectantes incluyen, pero no se limitan a, xilitol, sorbitol, maltitol, sulfato de condroitina, ácido hialurónico, ácido mucoitisulfúrico, ácido carónico, atelocolágeno, colesteril-12-hidroxiestearato, 55 lactato de sodio, sal biliar, dl-pirrolidona sales de carboxilato, colágeno soluble de cadena corta, aductos (EO)PO de diglicerina, extracto de Rosa Roxburghii Fruit, extracto de milenrama y extracto de meliloto.
- [0087]** Los ejemplos del alcohol superior incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, alcoholes lineales tales como alcohol laurílico, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol behenílico, alcohol miristílico, alcohol oleílico y 60 alcohol cetioestearílico; y alcoholes ramificados tales como monoestearil glicerina éter (alcohol batílico), 2-decil tetradecinol, alcohol lanolínico, colesterol, fitosterol, hexildodecanol, alcohol isoestearílico y octilododanol.
- [0088]** Los ejemplos del agente secuestrante incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, sal tetrasódica del ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico, ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico, citrato de sodio, polifosfato de sodio, 65 metafosfato de sodio, ácido glucónico, ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido ascórbico, ácido succínico y ácido edético.

[0089] Los ejemplos del polímero natural soluble en agua incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, polímeros de plantas tales como goma arábica, goma de tragacanto, galactano, goma guar, goma de algarroba, goma de karaya, carragenina, pectina, agar, semilla de membrillo (*Cydonia oblonga*), algas coloides (extracto de alga parda), almidón (arroz, maíz, patata, trigo) y ácido glicirricínico; polímeros microbianos tales como goma de xantano, dextrano, succinoglicano y pululano; y polímeros animales tales como colágeno, caseína, albúmina y gelatina.

[0090] Los ejemplos del polímero semisintético soluble en agua incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, polímeros de almidón tales como carboximetil almidón y metil hidroxipropil almidón; polímeros de celulosa tales como metilcelulosa, nitrocelulosa, etilcelulosa, metil hidroxipropilcelulosa, hidroxietilcelulosa, celulosa sulfato de sodio, hidroxipropilcelulosa, carboximetilcelulosa sódica (CMC), celulosa cristalina y polvo de celulosa; y polímeros de alginato tales como alginato de sodio y éster de propilenglicol del ácido algínico.

[0091] Los ejemplos del polímero sintético soluble en agua incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, polímeros de vinilo tales como alcohol polivinílico, polivinil metil éter y polivinilpirrolidona; polímeros de polioxi-etileno tales como polietilenglicol 20.000, 40.000 y 60.000; copolímeros tales como un copolímero de polioxi-etileno polioxi-propileno; polímeros acrílicos tales como poli-acrilato de sodio, acrilato de polietilo y poli-acrilamida; poliglicerina, polietilenimina, polímero catiónico, polímero de carboxivinilo, polímero de carboxivinilo modificado con alquilo, copolímero de (acrilato de hidroxietilo/acrilato dimetil taurina Na), copolímero de (acrilato Na/acrilato dimetil taurina Na) copolímero de (acrilato dimetil taurina amonio/vinilpirrolidona), copolímero cruzado de (metacrilato de acrilato dimetil taurina amonio beheneth-25).

[0092] Los ejemplos del polímero inorgánico soluble en agua incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, bentonita, silicato de magnesio y aluminio (Veegum), laponita, hectorita y anhídrido silícico.

[0093] Los ejemplos del agente de protección ultravioleta incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, agentes de protección ultravioleta a base de ácido benzoico tales como ácido p-aminobenzoico (en lo sucesivo abreviado como PABA), éster de monoglicerina PABA, éster etílico de N,N-dipropoxi PABA, éster etílico de N,N-dietoxi PABA, éster etílico de N,N-dimetil PABA y éster butílico de N,N-dimetil PABA; agentes de protección ultravioleta a base de ácido antranílico, tales como antranilato de homomentil-N-acetilo; agentes de protección ultravioleta a base de ácido salicílico tales como salicilato de amilo, salicilato de mentilo, salicilato de homomentilo, salicilato de octilo, salicilato de fenilo, salicilato de bencilo y salicilato de fenilo de p-isopropanol; agentes de protección ultravioleta a base de ácido cinámico, tales como octil cinamato, etil-4-isopropil cinamato, metil-2,5-diisopropil cinamato, etil-2,4-diisopropil cinamato, metil-2,4-diisopropil cinamato, propil-p-metoxi cinamato, isopropil-p-metoxi cinamato, isoamil-p-metoxi cinamato, 2-etoxietil-p-metoxi cinamato, ciclohexil-p-metoxi cinamato, etil- α -ciano- β -fenil cinamato, 2-etilhexil- α -ciano- β -fenil cinamato, y mono-2-etilhexanoil-diparametoxi cinamato de glicerilo; agentes de protección ultravioleta a base de benzofenona, tales como 2,4-dihidroxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4-metoxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona, 2,2',4,4'-tetrahidroxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxi-4'-metilbenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona-5-sulfonato, 4-fenil benzofenona, 2-etilhexil-4'-fenil-benzofenona-2-carboxilato, 2-hidroxi-4-n-octoxibenzofenona y 4-hidroxi-3-carboxibenzofenona; 3-(4'-metilbenciliden)-d, l-alcanfor, 3-benziliden-d, l-alcanfor, ácido urocánico, éster etílico del ácido urocánico, 2-fenil-5-metil benzoxazol, 2,2'-hidroxi-5-metil fenil benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-5'-t- octilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-5'-metilfenil benzotriazol, dibenzalazina, dianisilmetano, 4-metoxi- 4'-t-butildibenzoilmetano y 5-(3,3-dimetil-2-norborniliden)-3-pentan-2-ona.

[0094] Los ejemplos del otro componente químico incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, vitaminas tales como aceite de vitamina A, retinol, palmitato de retinol, inosit, hidrocloreto de piridoxina, nicotinato de bencilo, nicotinamida, nicotinato de DL- α -tocoferol, ascorbil fosfato de magnesio, ácido 2-O- α -D-glucopiranosil-L-ascórbico, vitamina D2 (ergocalciferol), dl- α -tocoferol, acetato de DL- α -tocoferol, ácido pantoténico y biotina; hormonas tales como el estradiol y el etinilestradiol; aminoácidos tales como arginina, ácido aspártico, cistina, cisteína, metionina, serina, leucina y triptófano; agentes antiinflamatorios tales como la alantoína y el azuleno; agentes blanqueadores tales como la arbutina; astringentes tales como el ácido tánico; refrigerantes tales como el L-mentol y el alcanfor; azufre, cloruro de lisozima y cloruro de piridoxina.

[0095] Los ejemplos de diversos extractos incluyen, pero no se limitan a, por ejemplo, extracto de *Houttuynia cordata*, extracto de corteza de *Phellodendron*, extracto de meliloto, extracto de ortiga muerta, extracto de regaliz, extracto de raíz de peonía, extracto de jabón, extracto de luffa, extracto de cinchona, extracto de geranio de fresa, extracto de raíz de sophora, extracto de nuphar, extracto de hinojo, extracto de onagra, extracto de rosa, extracto de raíz de rehmannia, extracto de limón, extracto de raíz de lithospermum, extracto de áloe, extracto de raíz de cálam, extracto de eucalipto, extracto de cola de caballo de campo, extracto de salvia, extracto de tomillo, extracto de té, extracto de algas marinas, extracto de pepino, extracto de clavo, extracto de zarza, extracto de bálsamo de limón, extracto de zanahoria, extracto de castaño de indias, extracto de melocotón, extracto de hoja de melocotón, extracto de mora, extracto de nudillo, extracto de hamamelis, extracto de placenta, extracto tímico, extracto de seda y extracto de regaliz.

[0096] Los ejemplos de diversos polvos incluyen pigmentos de color de brillo, tales como óxido de hierro rojo,

óxido de hierro amarillo, óxido de hierro negro, titanio de mica, titanio de mica recubierto de óxido de hierro y escama de vidrio recubierto de óxido de titanio; polvos inorgánicos tales como mica, talco, caolín, sericita, dióxido de titanio y sílice; y polvos orgánicos tales como polvo de polietileno, polvo de nailon, poliestireno reticulado, polvo de celulosa y polvo de silicona. Preferentemente, algunos o todos los componentes en polvo se hidrofobizan con un material tal como una silicona, un compuesto de flúor, un jabón metálico, una solución de aceite o una sal de ácido acil glutámico por un procedimiento conocido para mejorar las características sensoriales y la capacidad de retención del maquillaje. Además, se puede mezclar y usar un polvo compuesto distinto del polvo compuesto de la presente descripción.

(Uso en el campo de tintas)

[0097] Cuando el polvo de óxido de zinc de la presente descripción se usa como un componente añadido a las tintas, pigmentos coloreados tales como óxido de titanio, óxido de hierro rojo, rojo de antimonio, amarillo de cadmio, azul de cobalto, azul de Prusia, azul ultramar, negro de carbono y grafito y pigmentos de expansión tales como carbonato de calcio, caolín, arcilla, sulfato de bario, hidróxido de aluminio y talco se pueden usar en combinación. Además, el polvo de óxido de zinc anterior se puede usar con el pigmento orgánico que incluye componentes de pigmento tales como un pigmento azoico soluble, un pigmento azoico insoluble, un pigmento azoico de lago, un pigmento azoico condensado, un pigmento de ftalocianina de cobre y un pigmento policíclico condensado; resinas aglutinantes tales como una resina laca, una resina acrílica, una resina estireno-acrílica, una resina de estireno-ácido maleico, una resina de estireno-acrílico-ácido maleico, una resina de poliuretano, una resina de poliéster, y una resina de poliamida; y disolventes orgánicos miscibles en agua.

(Uso en el campo de recubrimientos)

[0098] Cuando el polvo de óxido de zinc de la presente descripción se usa como un componente añadido a las composiciones de recubrimiento, se puede usar con resinas formadoras de película, tales como una resina acrílica, una resina de poliéster y una resina epoxi; diversos pigmentos tales como un pigmento coloreado, un pigmento de expansión y un pigmento de brillo; un catalizador de curado, un agente de control de la superficie, un agente antiespumante, un dispersante de pigmento, un plastificante, un adyuvante formador de película, un agente de absorción ultravioleta o un antioxidante. Una resina en el recubrimiento puede ser una resina curable o incurable.

EJEMPLOS

[0099] En lo sucesivo, la presente descripción se explicará con referencia a los ejemplos.

(Ejemplo 1)

[0100] Se añadieron 723,21 g de agua a 150 g de óxido de zinc en forma de placa hexagonal con un diámetro de partícula primaria de 1,05 μm (XZ-1000F, fabricado por Sakai Chemical Industry Co., Ltd.), y se agitó lo suficiente para preparar una suspensión acuosa con una concentración de ZnO de 200 g/l. Luego, después de que la suspensión se agitó y se calentó a 40 °C, el pH de la suspensión se ajustó a 10 mediante la adición de 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH mientras se mantenía la temperatura. A continuación 330 ml de una solución acuosa de sulfato de titanio con una concentración de TiO_2 de 45,5 g/l (una cantidad correspondiente a 10 partes en peso relativa a la ZnO de matriz en términos de TiO_2) y el 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH para neutralizar la solución acuosa de sulfato de titanio se añadieron simultáneamente a la suspensión durante 180 minutos mientras la temperatura se mantenía a 40 °C y el pH se mantenía a 10. Una vez completada la neutralización, la mezcla se envejeció durante 30 minutos, se filtró y se lavó con agua. Luego, la mezcla se secó a 120 °C durante 12 horas para obtener una partícula de óxido de zinc recubierta con hidróxido de titanio, que está compuesta por la partícula de matriz de óxido de zinc en forma de placa hexagonal que tienen un diámetro de partícula primaria de 1,05 μm y una capa de recubrimiento de hidróxido de titanio en la superficie de las mismas. Luego, las partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido de titanio obtenidas se cocieron a 700 °C durante 2 horas en un horno eléctrico para obtener partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal recubiertas con Zn_2TiO_4 que tienen un diámetro de partícula primaria de 1,07 μm . El tamaño y la forma de las partículas obtenidas se observaron con un microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.). La fotografía de microscopio electrónico obtenida se muestra en la figura 1. Las partículas obtenidas se analizaron utilizando un difractor de rayos X Ultima III (fabricado por Rigaku Corporation). El espectro de difracción de rayos X se muestra en la figura 2, y las propiedades físicas de la partícula y la película de recubrimiento se muestran en la tabla 1. La relación de (la relación de protección ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección de ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,6 y la relación de (la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,2, y se confirmó que la partícula de óxido de zinc obtenida tiene una propiedad de protección ultravioleta más mejorada para la radiación UV-B y la radiación UV-A que la partícula de matriz de óxido de zinc sin procesar.

(Ejemplo 2)

[0101] Se añadieron 723,21 g de agua a 150 g de óxido de zinc en forma de placa hexagonal con un diámetro de partícula primaria de 1,05 μm (XZ-1000F, fabricado por Sakai Chemical Industry Co., Ltd.), y se agitó lo suficiente para preparar una suspensión acuosa con una concentración de ZnO de 200 g/l. Luego, después de que la suspensión se agitó y se calentó a 30 °C, el pH de la suspensión se ajustó a 10 mediante la adición de 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH mientras se mantenía la temperatura. A continuación 387 ml de una solución acuosa de sulfato de hierro (heptahidrato de sulfato de hierro (II)) con una concentración de Fe_2O_3 de 38,8 g/l (una cantidad correspondiente a 10 partes en peso relativa a la ZnO de matriz en términos de Fe_2O_3) y el 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH para neutralizar la solución acuosa de sulfato de hierro se añadieron simultáneamente a la suspensión durante 180 minutos mientras la temperatura se mantenía a 30 °C y el pH se mantenía a 10. Una vez completada la neutralización, la mezcla se envejeció durante 30 minutos, se filtró y se lavó con agua. Luego, la mezcla se secó a 120 °C durante 12 horas para obtener una partícula de óxido de zinc recubierta con hidróxido de hierro, que está compuesta por la partícula de matriz de óxido de zinc en forma de placa hexagonal que tiene un diámetro de partícula primaria de 1,05 μm y una capa de recubrimiento de hidróxido de hierro en la superficie de la misma. Luego, las partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido de hierro obtenidas se cocieron a 600 °C durante 2 horas en un horno eléctrico para obtener partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal recubiertas con ZnFe_2O_4 que tienen un diámetro de partícula primaria de 1,06 μm . El tamaño y la forma de las partículas obtenidas se observaron con un microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.). La fotografía de microscopio electrónico obtenida se muestra en la figura 3. Las partículas obtenidas se analizaron utilizando un difractor de rayos X Ultima III (fabricado por Rigaku Corporation). El espectro de difracción de rayos X se muestra en la figura 4, y las propiedades físicas de la partícula y la película de recubrimiento se muestran en la tabla 1. La relación de (la relación de protección ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección de ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,7 y la relación de (la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,3, y se confirmó que la partícula de óxido de zinc obtenida tiene una propiedad de protección ultravioleta más mejorada para la radiación UV-B y la radiación UV-A que la partícula de matriz de óxido de zinc sin procesar.

(Ejemplo 3)

[0102] Se añadieron 723,21 g de agua a 150 g de óxido de zinc en forma de placa hexagonal con un diámetro de partícula primaria de 1,05 μm (XZ-1000F, fabricado por Sakai Chemical Industry Co., Ltd.), y se agitó lo suficiente para preparar una suspensión acuosa con una concentración de ZnO de 200 g/l. Luego, después de que la suspensión se agitó y se calentó a 40 °C, el pH de la suspensión se ajustó a 10 mediante la adición de 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH mientras se mantenía la temperatura. A continuación 165 ml de una solución acuosa de sulfato de titanio con una concentración de TiO_2 de 45,5 g/l (una cantidad correspondiente a 5 partes en peso relativa a la ZnO de matriz en términos de TiO_2), 194 ml de una solución acuosa de sulfato de hierro (heptahidrato de sulfato de hierro (II)) con una concentración de Fe_2O_3 de 38,8 g/l (una cantidad correspondiente a 5 partes en peso relativa a la ZnO de matriz en términos de Fe_2O_3) y el 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH para neutralizar la solución acuosa de sulfato de titanio y la solución acuosa de sulfato de hierro se añadieron simultáneamente a la suspensión durante 180 minutos mientras la temperatura se mantenía a 40 °C y el pH se mantenía a 10. Una vez completada la neutralización, la mezcla se envejeció durante 30 minutos, se filtró y se lavó con agua. Luego, la mezcla se secó a 120 °C durante 12 horas para obtener una partícula de óxido de zinc recubierta con hidróxido de titanio e hidróxido de hierro, que está compuesta por la partícula de matriz de óxido de zinc en forma de placa hexagonal que tiene un diámetro de partícula primaria de 1,05 μm y una capa de recubrimiento de hidróxido de titanio e hidróxido de hierro en la superficie de la misma. Luego, las partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido de titanio e hidróxido de hierro obtenidas se cocieron a 700 °C durante 2 horas en un horno eléctrico para obtener partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal recubiertas con $\text{Zn}_2\text{TiO}_4\text{+ZnFe}_2\text{O}_4$ que tienen un diámetro de partícula primaria de 1,07 μm . El tamaño y la forma de las partículas obtenidas se observaron con un microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.). La fotografía de microscopio electrónico obtenida se muestra en la figura 5. Las partículas obtenidas se analizaron utilizando un difractor de rayos X Ultima III (fabricado por Rigaku Corporation). El espectro de difracción de rayos X se muestra en la figura 6, y las propiedades físicas de la partícula y la película de recubrimiento se muestran en la tabla 1. La relación de (la relación de protección ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección de ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,6 y la relación de (la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,2, y se confirmó que la partícula de óxido de zinc obtenida tiene una propiedad de protección ultravioleta más mejorada para la radiación UV-B y la radiación UV-A que la partícula de matriz de óxido de zinc sin procesar.

65

(Ejemplo 4)

[0103] Se disolvieron 66,51 g de dihidratado de acetato de zinc (acetato de zinc, fabricado por Hosoi Chemical Industry Co., Ltd.) en agua para preparar una solución acuosa de acetato de zinc de 1200 ml con una concentración de dihidrato de acetato de zinc de 0,5 mol/l. A continuación, se añadieron 9,68 g de acetato de hierro (II) (fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) a la solución acuosa de acetato de zinc de 1200 ml y se disolvió perfectamente. Luego, el óxido de zinc que tenía un diámetro de partícula primaria de 0,02 µm (FINEX-50 fabricado por Sakai Chemical Industry Co., Ltd.) se repulpó a la solución acuosa 40 g, formando así una suspensión. La suspensión se agitó y se calentó a 95 °C durante 65 minutos, y se envejeció durante 1 hora a 95 °C con agitación. Después de envejecer, la suspensión se filtró y se lavó con agua. Posteriormente, el sólido obtenido se repulpó en 3 litros de agua para formar una suspensión, y la suspensión se calentó a 95 °C con agitación, y se calentó y se lavó a 95 °C durante 30 minutos con agitación. Después de calentar y lavar, la suspensión se filtró, se lavó con agua y se secó a 110 °C durante 12 horas para obtener partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal que contienen hidróxido de hierro. Luego, las partículas de óxido de zinc que contiene hidróxido de hierro obtenidas se cocieron a 600 °C durante 2 horas en un horno eléctrico para obtener partículas de óxido de zinc que contienen ZnFe₂O₄ que tienen un diámetro de partícula primaria de 0,07 µm. El tamaño y la forma de las partículas obtenidas se observaron con un microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.). La fotografía de microscopio electrónico obtenida se muestra en la figura 7. Las partículas obtenidas se analizaron utilizando un difractómetro de rayos X Ultima III (fabricado por Rigaku Corporation). El espectro de difracción de rayos X se muestra en la figura 8, y las propiedades físicas de la partícula y la película de recubrimiento se muestran en la tabla 1.

(Ejemplo comparativo 1)

[0104] Se usó óxido de zinc en forma de placa hexagonal con un diámetro de partícula primaria de 1,05 µm (XZ-1000F, fabricado por Sakai Chemical Industry Co.) como agente de protección ultravioleta para la comparación. La fotografía de microscopio electrónico de transmisión de las partículas se mostró en la figura 9. Las propiedades físicas de la partícula y la película de recubrimiento se muestran en la tabla 1. Además, esta partícula es la partícula de óxido de zinc sin procesar que se utilizará como la matriz de las partículas de óxido de zinc recubiertas obtenidas en los ejemplos 1, 2 y 3.

(Ejemplo comparativo 2)

[0105] Se cocieron 50 g de óxido de zinc con un diámetro de partícula primaria de 0,02 µm (FINEX-50, fabricado por Sakai Chemical Industry Co.) a 550 °C durante 2 horas en un horno eléctrico para obtener partículas de óxido de zinc de forma indefinida que tienen un diámetro de partícula primaria de 0,11 µm. Luego, las partículas obtenidas se usaron como agente de protección ultravioleta para la comparación. La fotografía de microscopio electrónico de transmisión obtenida de las partículas se mostró en la figura 10. Las propiedades físicas de la partícula y la película de recubrimiento se muestran en la tabla 1. Además, esta partícula es la partícula de óxido de zinc sin procesar que se utilizará como la matriz de las partículas de óxido de zinc recubiertas obtenidas en los ejemplos comparativos 3 y 4.

(Ejemplo comparativo 3)

[0106] Se añadieron 144,64 g de agua a 30 g de una partícula de óxido de zinc de forma indefinida con un diámetro de partícula de 0,11 µm obtenida en el ejemplo comparativo 2, y se agitó lo suficiente para preparar una suspensión acuosa con una concentración de ZnO de 200 g/l. Luego, después de que la suspensión se agitó y se calentó a 40 °C, el pH de la suspensión se ajustó a 10 mediante la adición de 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH mientras se mantenía la temperatura. A continuación 132 ml de una solución acuosa de sulfato de titanio con una concentración de TiO₂ de 45,5 g/l (una cantidad correspondiente a 20 partes en peso relativa a la ZnO de matriz en términos de TiO₂) y el 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH para neutralizar la solución acuosa de sulfato de titanio se añadieron simultáneamente a la suspensión durante 180 minutos mientras la temperatura se mantenía a 40 °C y el pH se mantenía a 10. Una vez completada la neutralización, la mezcla se envejeció durante 30 minutos, se filtró y se lavó con agua. Luego, la mezcla se secó a 120 °C durante 12 horas para obtener partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido de titanio, compuestas por la partícula de matriz de óxido de zinc de forma indefinida que tiene un diámetro de partícula primaria de 0,11 µm y una capa de recubrimiento de hidróxido de titanio en la superficie de la misma. A continuación, las partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido de titanio obtenidas se cocieron a 700 °C durante 2 horas en un horno eléctrico para obtener partículas de óxido de zinc recubiertas con Zn₂TiO₄ que tienen un diámetro de partícula primaria de 0,12 µm. El tamaño y la forma de las partículas obtenidas se observaron con un microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.). La fotografía de microscopio electrónico obtenida se muestra en la figura 11. Las partículas obtenidas se analizaron utilizando un difractómetro de rayos X Ultima III (fabricado por Rigaku Corporation). El espectro de difracción de rayos X se muestra en la figura 12, y las propiedades físicas de la partícula y la película de recubrimiento se muestran en la tabla 1. La relación de (la relación de protección ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección de ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,0 y la relación de (la

relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%)/(la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 0,9, y se confirmó que la partícula de óxido de zinc obtenida tiene una propiedad de protección ultravioleta más mejorada para la radiación UV-B y la radiación UV-A que la partícula de matriz de óxido de zinc sin procesar.

(Ejemplo comparativo 4)

[0107] Se añadieron 144,64 g de agua a 30 g de una partícula de óxido de zinc de forma indefinida con un diámetro de partícula de 0,11 μm obtenida en el ejemplo comparativo 2, y se agitó lo suficiente para preparar una suspensión acuosa con una concentración de ZnO de 200 g/l. Luego, después de que la suspensión se agitó y se calentó a 30 °C, el pH de la suspensión se ajustó a 10 mediante la adición de 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH mientras se mantenía la temperatura. A continuación 154 ml de una solución acuosa de sulfato de hierro (heptahidrato de sulfato de hierro (II)) con una concentración de Fe_2O_3 de 38,8 g/l (una cantidad correspondiente a 20 partes en peso relativa a la ZnO de matriz en términos de Fe_2O_3) y el 5 % en peso de una solución acuosa de NaOH para neutralizar la solución acuosa de sulfato de hierro se añadieron simultáneamente a la suspensión durante 180 minutos mientras la temperatura se mantenía a 30 °C y el pH se mantenía a 10. Una vez completada la neutralización, la mezcla se envejeció durante 30 minutos, se filtró y se lavó con agua. Luego, la mezcla se secó a 120 °C durante 12 horas para obtener partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido de hierro, compuestas por la partícula de matriz de óxido de zinc de forma indefinida que tiene un diámetro de partícula primaria de 0,11 μm y una capa de recubrimiento de hidróxido de hierro en la superficie de la misma. A continuación, las partículas de óxido de zinc recubiertas con hidróxido de hierro obtenidas se cocieron a 600 °C durante 2 horas en un horno eléctrico para obtener partículas de óxido de zinc recubiertas con ZnFe_2O_4 que tienen un diámetro de partícula primaria de 0,11 μm . El tamaño y la forma de las partículas obtenidas se observaron con un microscopio electrónico de transmisión JEM-2100 (fabricado por JEOL Ltd.). La fotografía de microscopio electrónico obtenida se muestra en la figura 13. Las partículas obtenidas se analizaron utilizando un difractómetro de rayos X Ultima III (fabricado por Rigaku Corporation). El espectro de difracción de rayos X se muestra en la figura 14, y las propiedades físicas de la partícula y la película de recubrimiento se muestran en la tabla 1. La relación de (la relación de protección ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 1 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,0 y la relación de (la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta 2 de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) es de 1,0, y se confirmó que la partícula de óxido de zinc obtenida tiene una propiedad de protección ultravioleta más mejorada para la radiación UV-B y la radiación UV-A que la partícula de matriz de óxido de zinc sin procesar.

[Tabla 1]

Composición de la partícula obtenida	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. comparativo 1	Ej. comparativo 2	Ej. comparativo 3	Ej. comparativo 4
	ZnO + Zn ₂ TiO ₄	ZnO + ZnFe ₂ O ₄	ZnO + Zn ₂ TiO ₄ +ZnFe ₂ O ₄	ZnO + ZnFe ₂ O ₄	ZnO	ZnO	ZnO + Zn ₂ TiO ₄	ZnO + ZnFe ₂ O ₄
Propiedad física de la partícula	Forma de placa hexagonal	Forma de placa hexagonal	Forma de placa hexagonal	Forma de placa hexagonal	Forma de placa hexagonal	Forma indefinida	Forma indefinida	Forma indefinida
	1,07	1,06	1,07	0,07	1,05	0,11	0,12	0,11
	5,4	5,5	5,4	3,6	5,6	2,3	2,1	2,2
	90,4	89,5	89,7	92,6	100	100	82,4	81,1
	9,4	No detectada	4,9	No detectada	No detectada	No detectada	17,4	No detectada
Propiedad física de la película de recubrimiento	Cantidad del elemento de Ti (valor del análisis por fluorescencia de rayos X (%) (en base ZnO)							
	Cantidad del elemento de Fe (valor del análisis por fluorescencia de rayos X (%) (en base Fe ₂ O ₃)	10,5	5,4	7,3	No detectada	No detectada	No detectada	18,7
	Transmitancia de luz total 1 (%)	53	52	53	20	45	46	42
	Transmitancia de luz total 2 (%)	54	47	52	17	39	45	37
	Relación de protección ultravioleta 1 (%)	47	48	47	80	55	54	58
	Relación de protección ultravioleta 2 (%)	46	53	48	83	61	55	63
	Relación de (relación de protección ultravioleta 1 (%) de la película de recubrimiento que contiene partículas de óxido de zinc)/(relación de protección ultravioleta 1 (%) de la película de recubrimiento que contiene las partículas de óxido de zinc sin procesar como la matriz de las partículas de óxido de zinc recubiertas)	1,6	1,7	1,6			1,0	1,0
	Relación de (relación de protección ultravioleta 2 (%) de la película de recubrimiento que contiene partículas de óxido de zinc recubiertas)/(relación de protección ultravioleta 2 (%) de la película de recubrimiento que contiene las partículas de óxido de zinc sin procesar como la matriz de las partículas de óxido de zinc recubiertas)	1,2	1,3	1,2			0,9	1,0

(Procedimiento de evaluación)

(Composición de las partículas obtenidas)

- 5 **[0108]** El espectro de difracción de rayos X mostrado en las figuras 2, 4, 6, 8, 12 y 14 y las composiciones de las partículas obtenidas en la tabla 1 muestran los resultados de realizar un análisis utilizando un difractómetro de rayos X Ultima III (fabricado por Rigaku Corporation) que tiene un tubo de rayos X con cobre.

(Procedimiento de medición de la relación de protección ultravioleta)

10

(Preparación de la película de recubrimiento)

- [0109]** En un frasco de mayonesa con un volumen de 75 ml, 2 g de partículas de óxido de zinc en cada uno de los ejemplos y ejemplos comparativos descritos anteriormente, 10 g de barniz (ACRYDIC A-801-P fabricado por DIC Corporation), 5 g de acetato de butilo (reactivo de calidad especial, fabricado por Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), 5 g de xileno (calidad especial genuina, fabricado por JUNSEI CHEMICAL CO., LTD.) y 38 g de perlas de vidrio (1,5 mm, fabricadas por Potters-Ballotini Co., Ltd.) se pusieron y se mezclaron suficientemente, luego se fijaron en un acondicionador de pintura modelo 5410 (fabricado por RED DEVIL, Inc.), y se sometieron a un tratamiento de dispersión generando vibraciones durante 90 minutos, preparando así un recubrimiento. A continuación, se añadió gota a gota una pequeña cantidad del recubrimiento preparado sobre un vidrio deslizante (longitud/anchura/espesor = 76 mm/26 mm/0,8 a 1,0 mm, fabricado por Matsunami Glass Ind., Ltd.), y se preparó una película de recubrimiento utilizando un recubridor de barras (n.º 579 ROD n.º 6, fabricado por YASUDA SEIKI SEISAKUSHO, LTD.). La película de recubrimiento preparada se secó a 20 °C durante 12 horas y luego se usó para la medición.

- 25 **[0110]** Cada película de recubrimiento se preparó utilizando la partícula de óxido de zinc recubierta con Zn_2TiO_4 del ejemplo 1, la partícula de óxido de zinc recubierta con ZnFe_2O_4 del ejemplo 2 y las partículas de óxido de zinc del ejemplo comparativo 1 basadas en la composición mencionada anteriormente, y se midió con un espectrofotómetro V-570 (fabricado por JASCO Corporation). Los resultados de las curvas de transmitancia de luz total en la región de longitud de onda ultravioleta de 300 a 400 nm se muestran en la figura 15. Aunque la transmitancia de luz total depende del diámetro de la partícula, se encontró que los diámetros de partícula primaria de las partículas de los ejemplos 1 y 2 y el ejemplo comparativo 1 son casi iguales en la tabla 1.

- [0111]** De los resultados de la figura 15, está claro que la partícula de óxido de zinc de la presente descripción es superior a la partícula de óxido de zinc en forma de placa hexagonal convencional en el rendimiento de protección ultravioleta.

- [0112]** De los resultados de las relaciones de (la relación de protección ultravioleta de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc recubierta (%))/(la relación de protección ultravioleta de una película de recubrimiento que contiene la partícula de óxido de zinc sin procesar que es la matriz de la partícula de óxido de zinc recubierta (%)) en la tabla 1, está claro que las partículas de óxido de zinc recubiertas de los ejemplos 1, 2 y 3 son superiores a la partícula de óxido de zinc sin procesar en la propiedad de protección ultravioleta.

- [0113]** Además, las relaciones mencionadas anteriormente con respecto a las relaciones de protección ultravioleta 1 y 2 de los ejemplos comparativos 3 y 4 son de 1,0 o menos, respectivamente. Por lo tanto, está claro que la relación de protección ultravioleta no siempre mejora con el recubrimiento con Zn_2TiO_4 y/o ZnFe_2O_4 . Luego, las relaciones mencionadas anteriormente con respecto a las partículas de óxido de zinc recubiertas de los ejemplos 1, 2 y 3 son de 1,2 o más, especialmente con respecto a la relación de protección ultravioleta 1, las relaciones son de 1,6 o más. Por lo tanto, está claro que el rendimiento de protección ultravioleta se mejora notablemente con el recubrimiento especificado en la presente descripción.

50

- [0114]** Además, la relación de protección ultravioleta es mayor a medida que el diámetro de partícula es más pequeño, pero en este caso, no se prefiere usar como componente cosmético porque se reduce el deslizamiento. La partícula de óxido de zinc del ejemplo comparativo 1 tiene un buen deslizamiento derivado de la forma y el diámetro de partícula, pero la relación de protección ultravioleta es baja como se muestra en la tabla 1. Por otra parte, las relaciones de protección ultravioleta de las partículas de óxido de zinc recubiertas de los ejemplos comparativos 3 y 4 son altas debido al pequeño diámetro de partícula, pero no se puede obtener un buen deslizamiento.

- [0115]** Cada una de las partículas de óxido de zinc recubiertas de los ejemplos 1, 2 y 3 tiene una forma de placa hexagonal y un diámetro de partícula de aproximadamente 1 μm , de modo que su deslizamiento es alto, además, su relación de protección ultravioleta es mayor que la de la partícula de óxido de zinc del ejemplo comparativo 1 que tiene casi el mismo diámetro de partícula y la misma forma. Es decir, está claro que las partículas de óxido de zinc recubiertas de los ejemplos 1, 2 y 3 tienen una alta relación de protección ultravioleta y un deslizamiento adecuado. Como se describió anteriormente, la partícula de óxido de zinc de la presente descripción es una partícula de óxido de zinc superior que tiene un alto deslizamiento, un efecto de enfoque suave y una alta relación de protección ultravioleta.

65

APLICABILIDAD INDUSTRIAL

[0116] La partícula de óxido de zinc de la presente descripción se puede usar como un componente de un
5 producto cosmético, una tinta o un recubrimiento.

REIVINDICACIONES

1. Una partícula de óxido de zinc que contiene una solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe y un elemento de Zn en al menos una porción de la misma, y que tiene una forma de placa hexagonal, en la
5 que la solución sólida de un elemento de Ti y/o un elemento Fe y un elemento Zn forma una capa que cubre una superficie de la partícula de óxido de zinc como un material de base.
2. La partícula de óxido de zinc según la reivindicación 1, que contiene Zn_2TiO_4 o $ZnFe_2O_4$ y que tiene un
10 diámetro de partícula primaria de 0,01 μm o más.
3. La partícula de óxido de zinc según la reivindicación 1 o 2, en la que una cantidad de un elemento de Ti y/o un elemento de Fe es del 5 % en peso o más y del 30 % en peso o menos relativa al 100 % en peso de la partícula de óxido de zinc en términos de TiO_2 y/o Fe_2O_3 .
- 15 4. Un procedimiento de producción de la partícula de óxido de zinc según la reivindicación 1, 2 o 3, que comprende una etapa (1-1) de añadir una solución acuosa de una sal de titanio y/o una sal de hierro y una solución acuosa alcalina a una suspensión acuosa de partículas de óxido de zinc sin procesar que tienen una forma de placa hexagonal a una temperatura de 10 °C a 90 °C mientras se mantiene un pH de 9 ± 3 , y una etapa (1-2) de cocer la partícula de óxido de zinc recubierta obtenida en la etapa (1-1).
20
5. Un procedimiento de producción de la partícula de óxido de zinc según la reivindicación 1, 2 o 3, que comprende una etapa (2-1) de añadir partículas de óxido de zinc sin procesar a una solución acuosa de una sal de zinc obtenida mediante la disolución de una sal de titanio y/o una sal de hierro y el envejecimiento por calor de las partículas de óxido de zinc sin procesar, y una etapa (2-2) de cocer la partícula de óxido de zinc que contiene hidróxido
25 de titanio y/o la partícula de óxido de zinc que contiene hidróxido de hierro obtenida en la etapa (2-1).
6. Una partícula de óxido de zinc obtenida por el procedimiento según la reivindicación 4 o 5.
7. Un agente de protección ultravioleta que comprende la partícula de óxido de zinc según la reivindicación
30 1, 2, 3 o 6.
8. Un producto cosmético que comprende la partícula de óxido de zinc según la reivindicación 1, 2, 3, 6 o 7.

Fig. 1

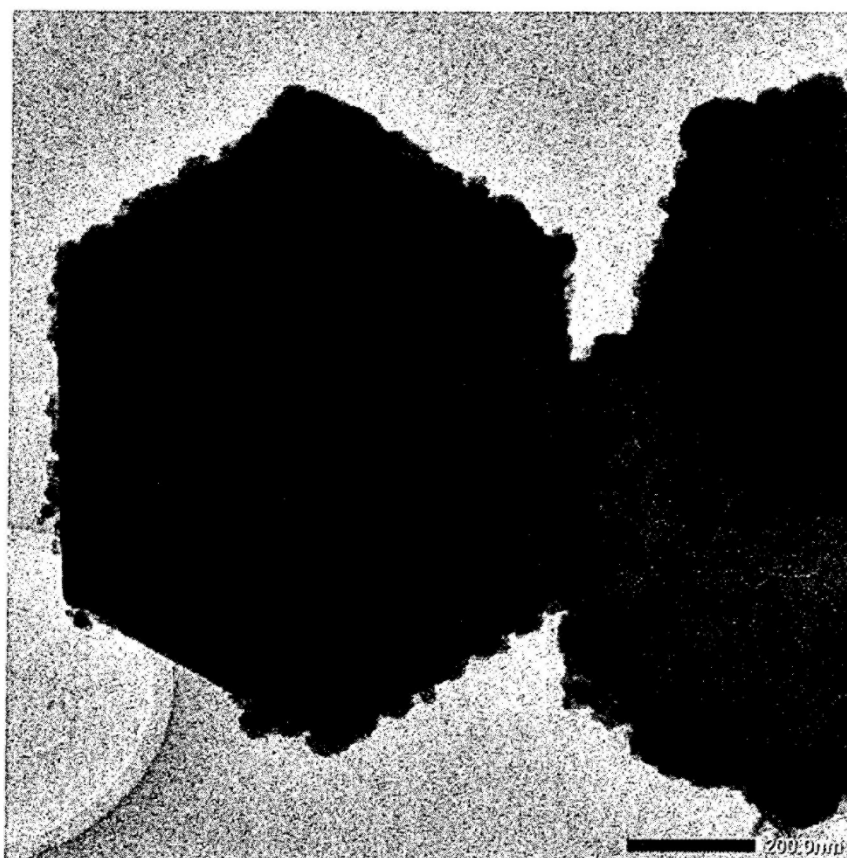


Fig. 2

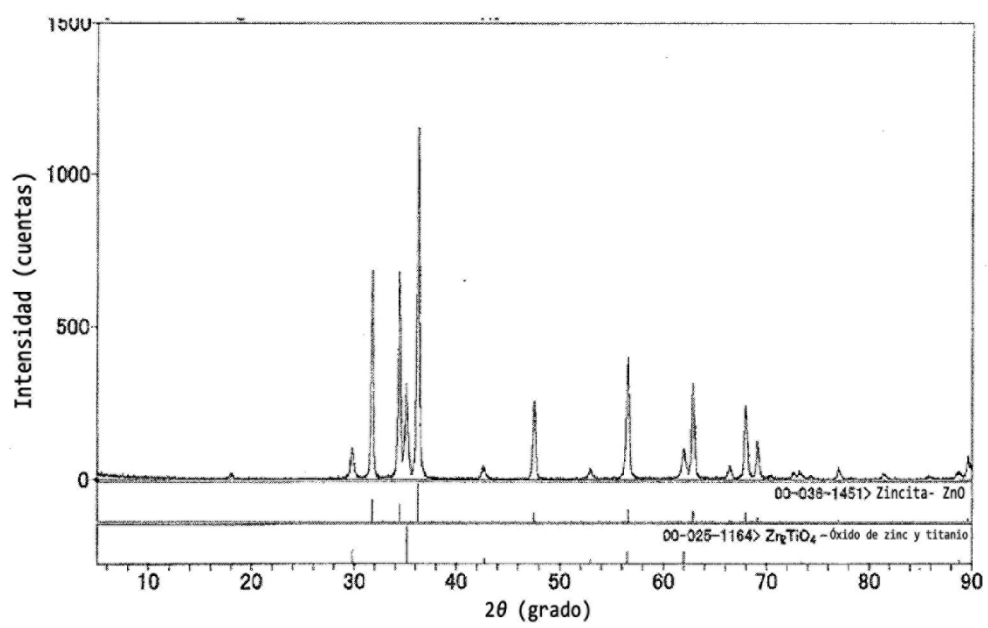


Fig. 3

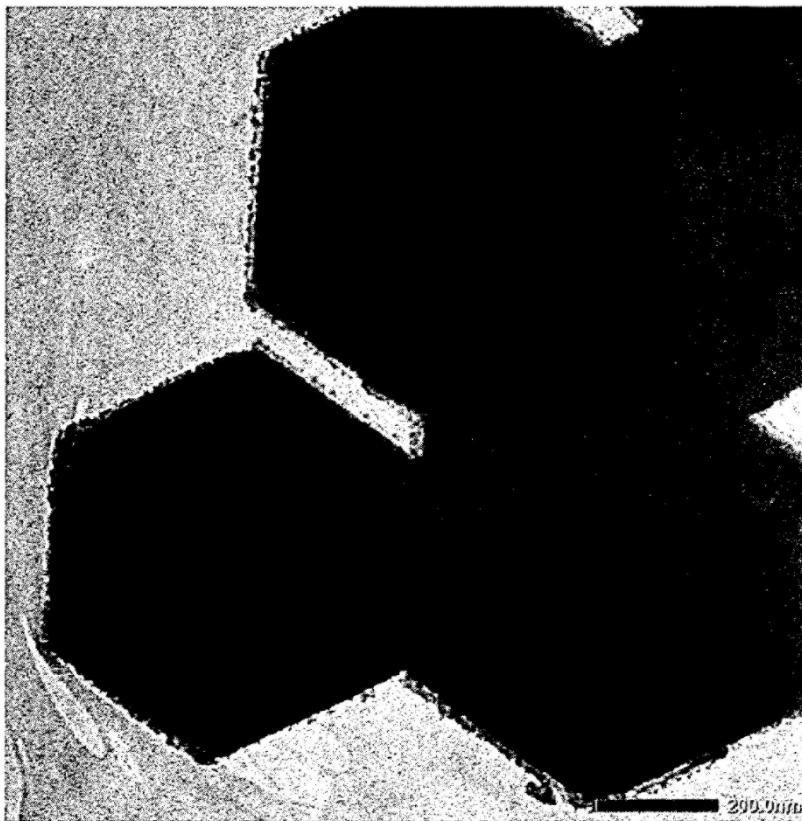


Fig. 4

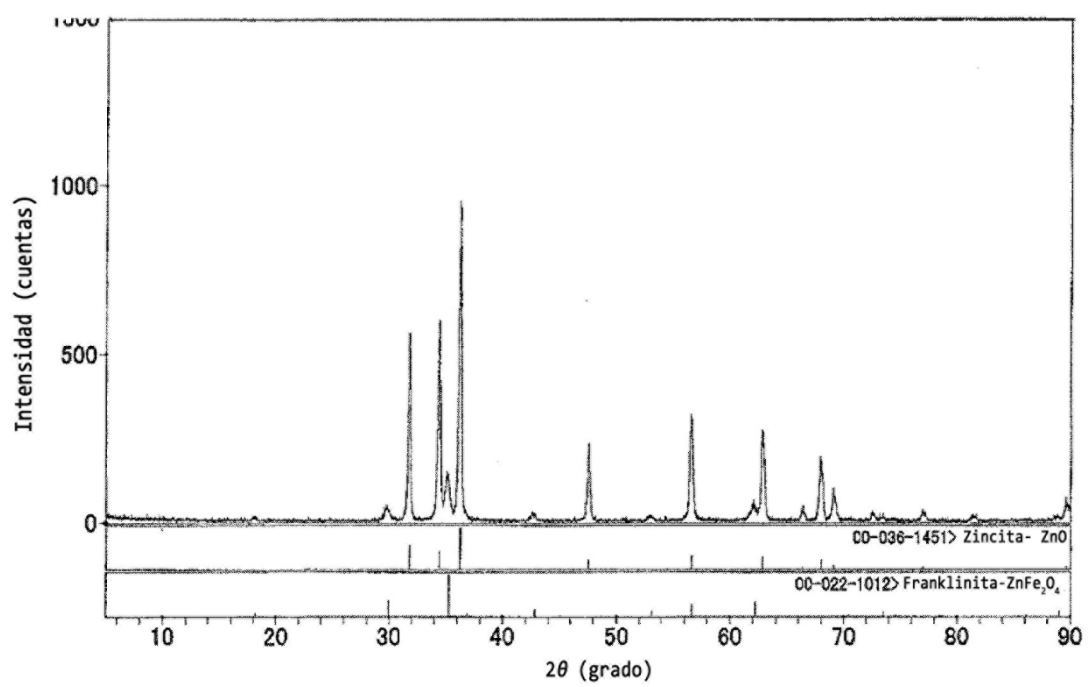


Fig. 5

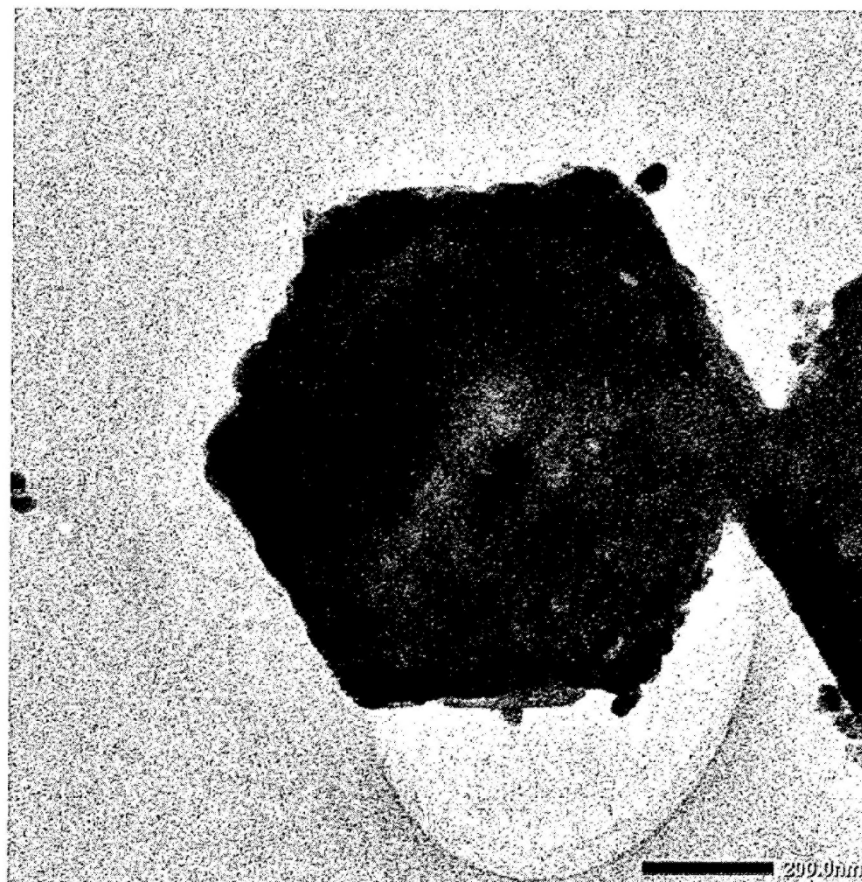


Fig. 6

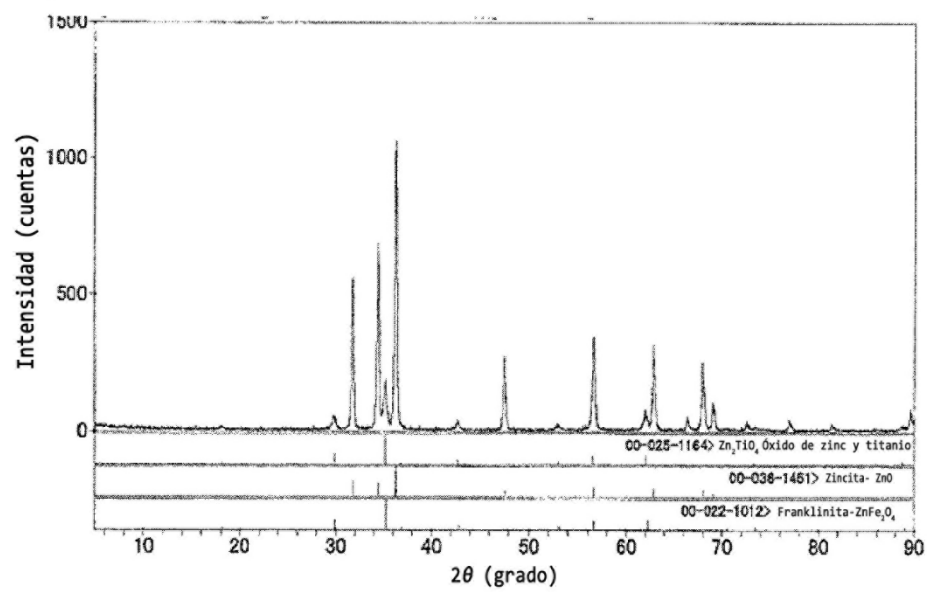


Fig. 7

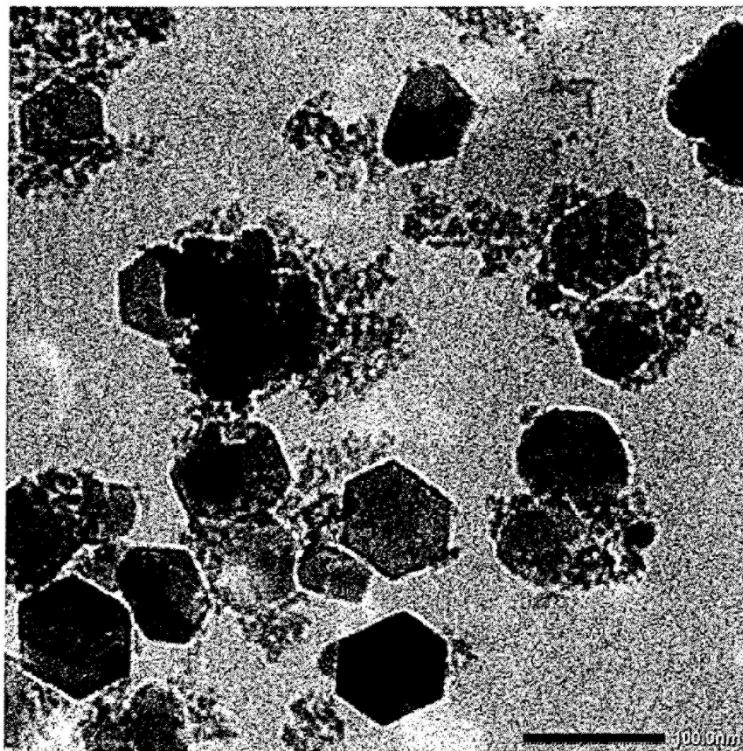


Fig. 8

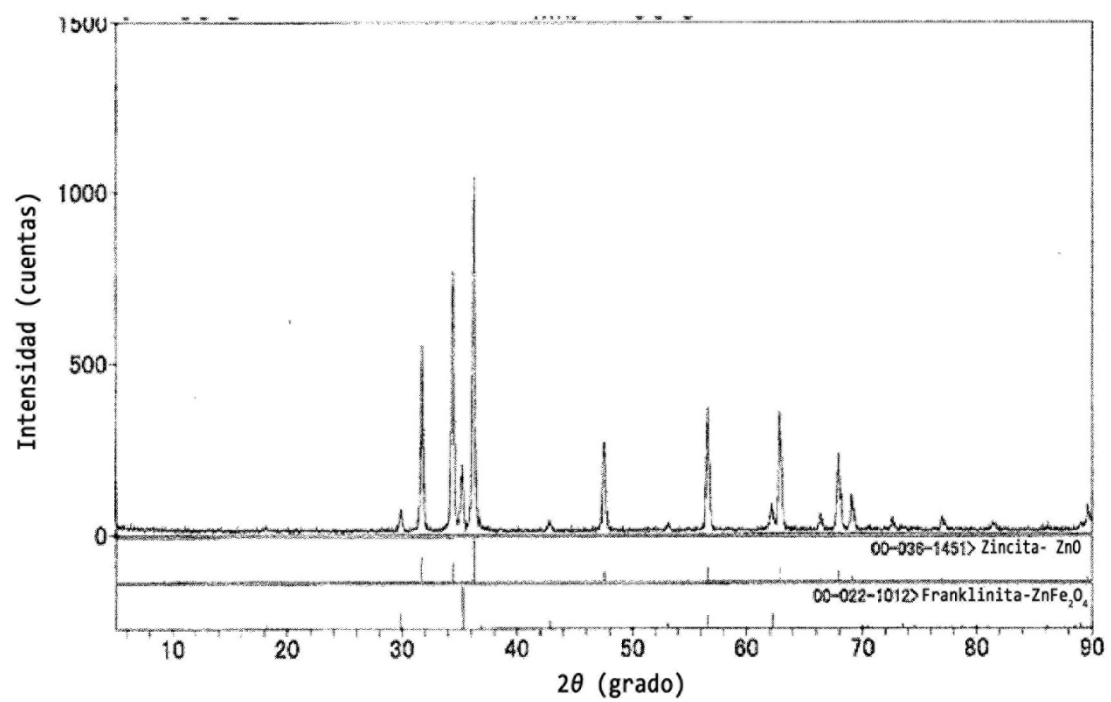


Fig. 9

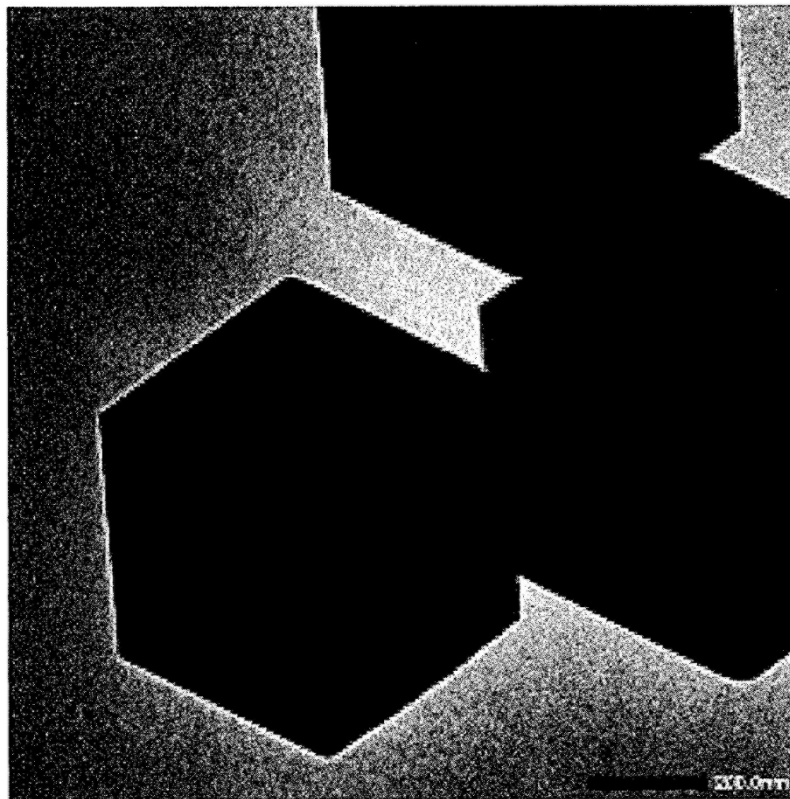


Fig. 10

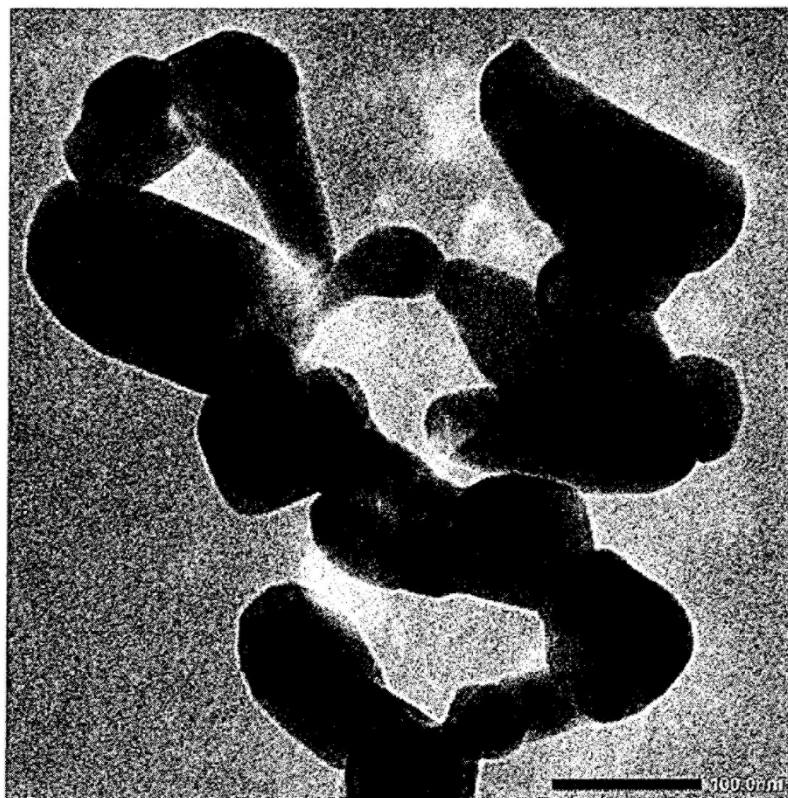


Fig. 11

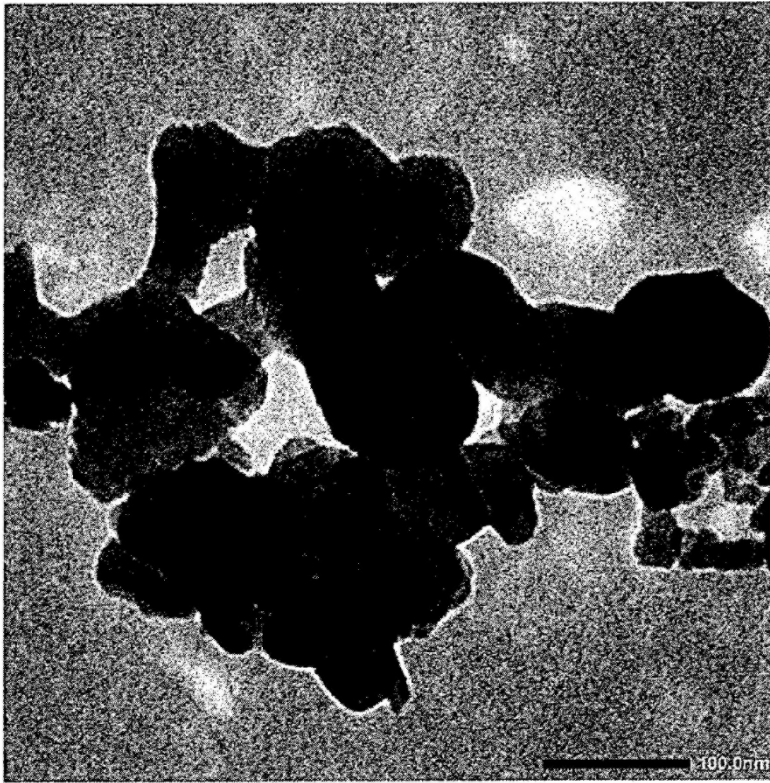


Fig. 12

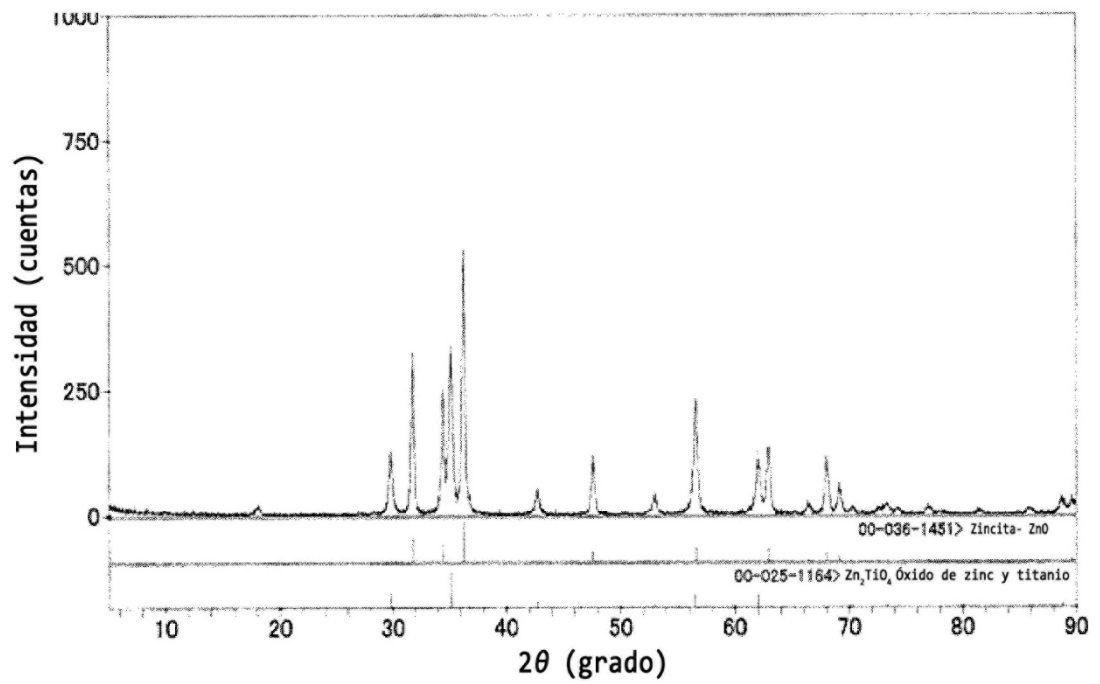


Fig. 13

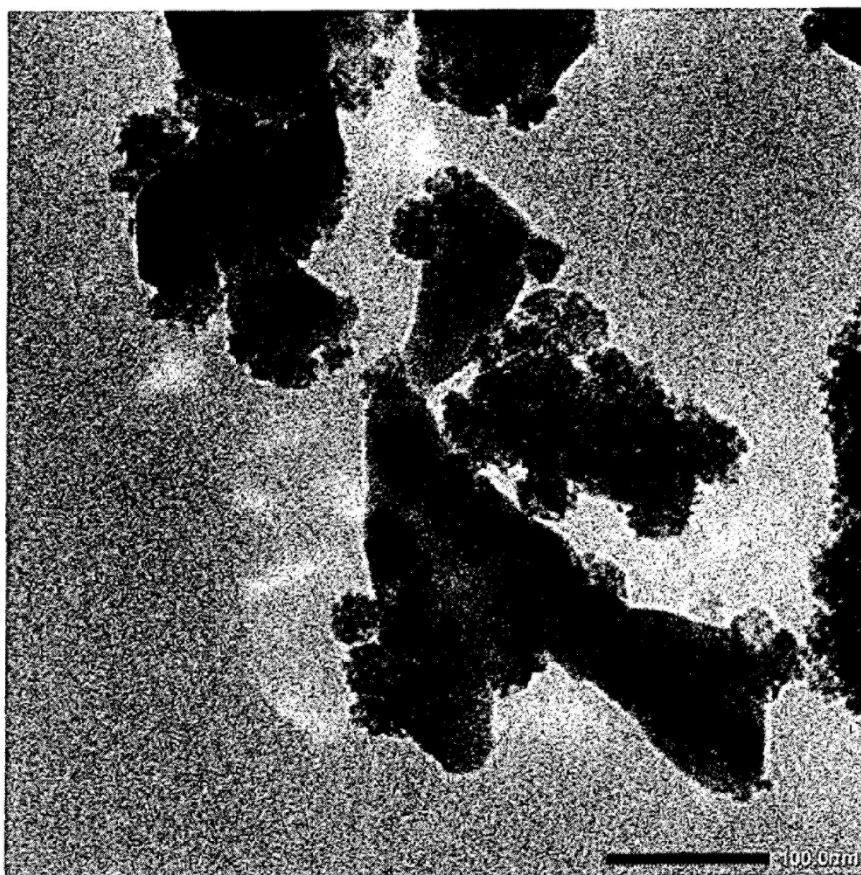


Fig. 14

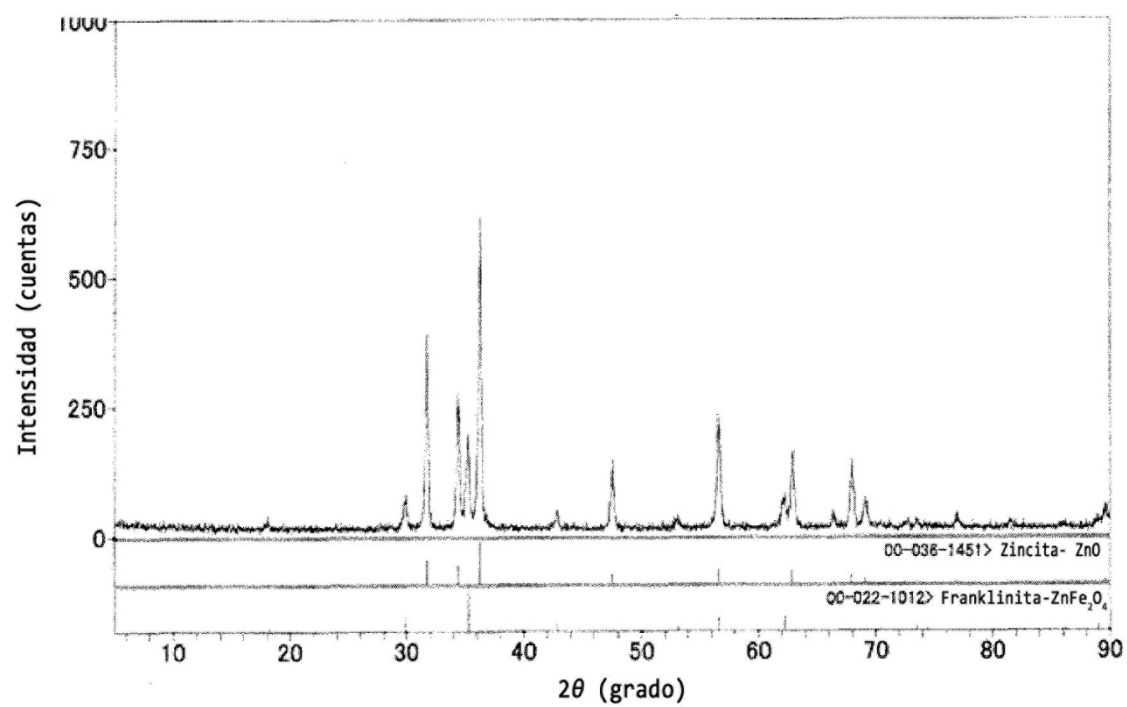


Fig. 15

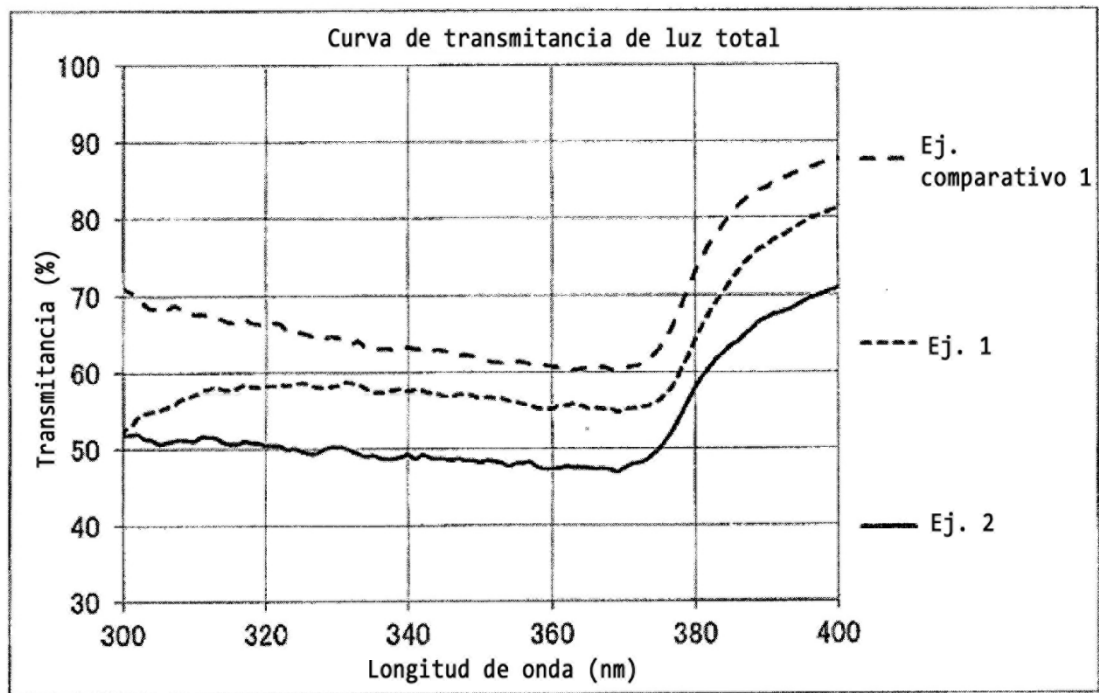
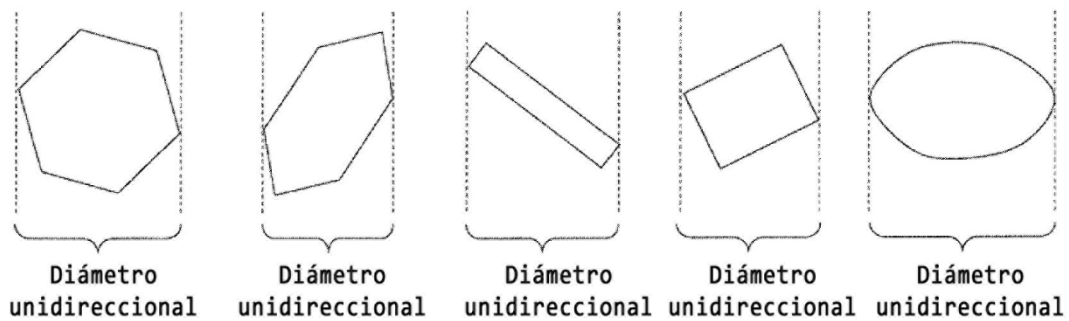
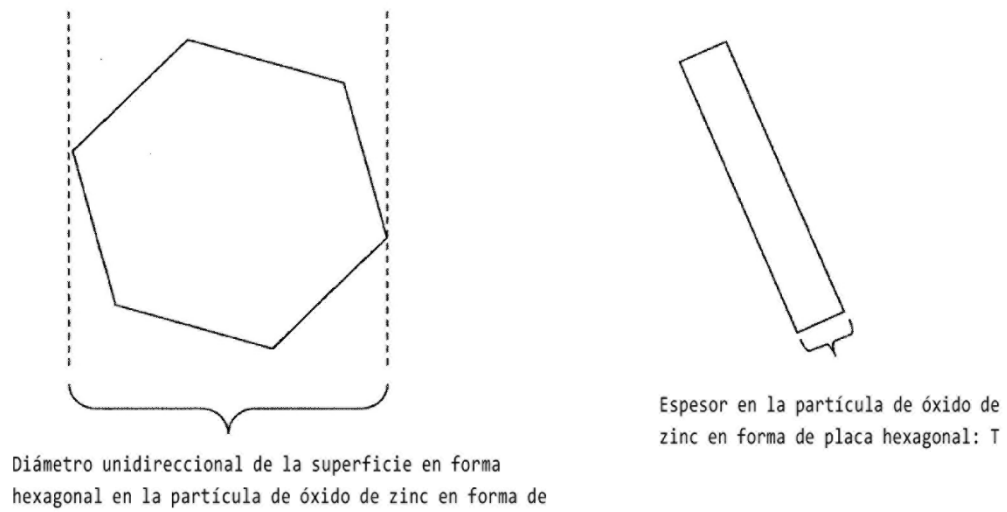


Fig. 16



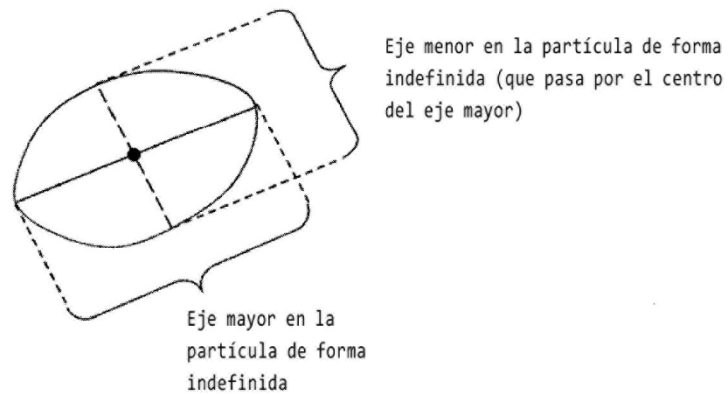
Diámetro de partícula primaria (μm) = valor promedio de diámetros unidireccionales de 250 partículas

Fig. 17



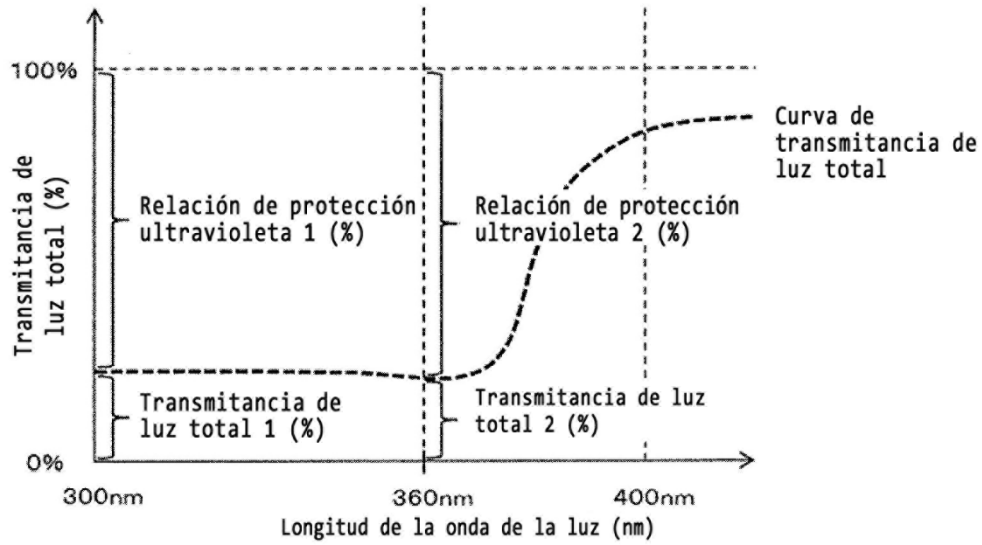
Relación de aspecto de las partículas de óxido de zinc en forma de placa hexagonal = (valor promedio de los diámetros unidireccionales de las superficies en forma hexagonal de 250 partículas: L)/(valor promedio de los espesores de 250 partículas: T)

Fig. 18



Procedimiento de medición de la relación de aspecto de partículas que tienen una forma indefinida: se miden un eje mayor y un eje menor que pasa por el centro del eje mayor de una partícula de forma indefinida en la fotografía TEH, y se determina una relación de aspecto según la fórmula:
Relación de aspecto= valor promedio del eje mayor/eje menor para 250 partículas

Fig. 19



Relación de protección ultravioleta 1 (%)

= 100(%) - transmitancia de luz total 1 (%)

Relación de protección ultravioleta 2 (%)

= 100(%) - transmitancia de luz total 2 (%)

Cuanto mayor sea el valor de la relación de protección ultravioleta 1 (%), mayor será la propiedad de protección ultravioleta frente a la radiación UV-B a la longitud de onda de 300 nm.

Cuanto mayor sea el valor de la relación de protección ultravioleta 2 (%), mayor será la propiedad de protección ultravioleta frente a la radiación UV-A a la longitud de onda de 360 nm