

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年9月21日(21.09.2017)



(10) 国際公開番号
WO 2017/159656 A1

- (51) 国際特許分類:
A61K 8/44 (2006.01) C07C 233/47 (2006.01)
A61Q 17/04 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/010126
- (22) 国際出願日: 2017年3月14日(14.03.2017)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2016-050243 2016年3月14日(14.03.2016) JP
- (71) 出願人: 味の素株式会社(AJINOMOTO CO., INC.)
[JP/JP]; 〒1048315 東京都中央区京橋一丁目1番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: ビスワス シュヴェンドウ(BISWAS, Shuvendu); 〒2108681 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社内 Kanagawa (JP). 杉本貴謙(SUGIMOTO, Takanori); 〒5100885 三重県四日市市大字日永1730番地 味の素株式会社バイオ・ファイン研究所内 Mie (JP).
- (74) 代理人: 高島 一(TAKASHIMA, Hajime); 〒5410044 大阪府大阪市中央区伏見町四丁目1番1号 明治安田生命大阪御堂筋ビル Osaka (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロパ (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ユーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),

[続葉有]

(54) Title: COSMETIC COMPOSITION

(54) 発明の名称: 化粧品組成物

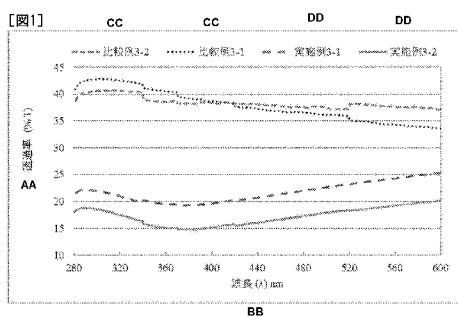
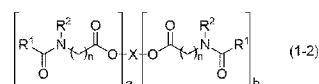
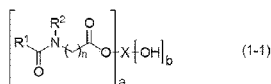


FIG. 1:
AA Transmittance
BB Wavelength
CC Comparative example
DD Example

(57) Abstract: The present invention provides a composition, specifically a cosmetic composition, containing (A) at least one compound or salt thereof selected from the group consisting of compounds represented by formula (1-1) and salts thereof and compounds represented by formula (1-2) and salts thereof [in the formulae, each symbol is as defined in the specification], and (B) a poorly soluble substance, wherein the composition contains the poorly soluble substance in a solubilized or stably dispersed form, and feels good when used because stiffness is suppressed.

(57) 要約: 本発明は、(A) 式(1-1): で表される化合物及びその塩、ならびに式(1-2): で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩[式中、各記号は明細書に記載の通りである。]、及び(B) 難溶性物質を含有する組成物であって、難溶性物質を可溶化又は安定的に分散させて含み、きしみが抑制され使用感に優れた組成物、特に化粧品組成物を提供する。

WO 2017/159656 A1

WO 2017/159656 A1



OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：化粧料組成物

技術分野

[0001] 本発明は、アシルアミノ酸多価アルコールエステル化合物及び難溶性物質を含有する組成物及び該組成物を含む化粧料に関する。

背景技術

[0002] 従来化粧品には様々な機能を付与するために不溶性の有効成分を配合することが知られている。例えば、紫外線防止用化粧品には、紫外線を効率的に防ぐため、紫外線を吸収する難溶性の紫外線吸収剤を配合（特許文献1）、紫外線を効率的に散乱する無機粉体を配合することなどが行われている（特許文献2）。いっぽう難溶性分子を配合の際には化粧品等に溶解又は分散させる必要があり、可溶化能や分散能が高く、かつ使用感・安全性に優れる基剤が求められ、特に不溶性の粉体等を化粧品に配合する場合には、凝集を防ぐため、粉体の分散性を向上しうる基剤が求められている。

[0003] 例えば難溶性分子の可溶化能や無機粉体の分散能が高い油剤としては、ミリスチン酸イソプロピル（IPM）やラウロイルサルコシンイソプロピル（SL-205）等の油剤（特許文献3、4）、サンケア化粧品に汎用されている安息香酸アルキル（ $C_{12}-C_{15}$ ）等が知られている。しかし、高い可溶化能と分散能を同時に持つこれらの油剤はきしみ感が強く使用面の課題が残っている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2015-42620号公報

特許文献2：特開2011-73971号公報

特許文献3：特開平11-246841号公報

特許文献4：特開2000-007942号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 本発明は、難溶性物質を可溶化又は安定的に分散させて含む組成物であって、きしみ感が抑制され使用感に優れた組成物、特に化粧料組成物を提供することを目的とする。

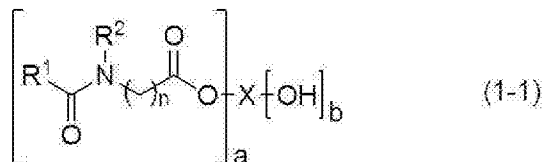
課題を解決するための手段

[0006] 本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を重ねた結果、(A)；下記式(1-1)で示される化合物又は式(1-2)で示される化合物(以下、「化合物(1-1)又は化合物(1-2)」ともいう)又はそれらの塩を、難溶性物質に添加するだけで、当該化合物を可溶化又は均一に分散することができ、さらに使用時のきしみ感が抑制されることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0007] すなわち、本発明は以下の通りである。

[1] (A) 式(1-1)：

[0008] [化1]



[0009] [式中、

R¹は、炭素数4～26のアルキル基又は炭素数4～26のアルケニル基であり、

R²は、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数2～6のアルケニル基であり、

nは、1～5の整数であり、

Xは、炭素数3以上の炭化水素基であり、

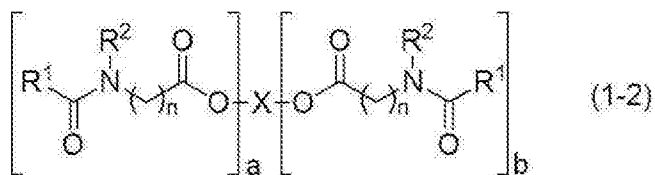
a及びbは、それぞれ独立して、1以上の整数である。]

で表される化合物及びその塩、ならびに

式(1-2)：

[0010]

[化2]



[0011] [式中、各記号は前記定義と同義である。]

で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩、及び

(B) 難溶性物質

を含有する組成物。

[2] R¹が炭素数4～26のアルキル基である、[1]に記載の組成物。

[3] R¹が炭素数7～17のアルキル基である、[1]に記載の組成物。

[4] R²が炭素数1～6のアルキル基である、[1]～[3]のいずれかに記載の組成物。

[5] R²がメチル基である、[1]～[3]のいずれかに記載の組成物。

[6] nが1又は2である、[1]～[5]のいずれかに記載の組成物。

[7] Xが炭素数3～9の炭化水素基である、[1]～[6]のいずれかに記載の組成物。

[8] a及びbがそれぞれ独立して1～3の整数であり、かつa+bが2～5の整数である、[1]～[7]のいずれかに記載の組成物。

[9] a及びbが共に1である、[1]～[8]のいずれかに記載の組成物。

[10] (B)が、25℃で水に対して1重量%以下の溶解度を有するもの、および／または25℃で流動パラフィンに対して5重量%以下の溶解度を有する物質である[1]～[9]のいずれかに記載の組成物。

[11] (B)が、紫外線吸収剤、セラミド、ゲル化剤、香料、セルフタニング剤、殺菌剤及び無機顔料からなる群から選択される少なくとも一種である[1]～[10]のいずれかに記載の組成物。

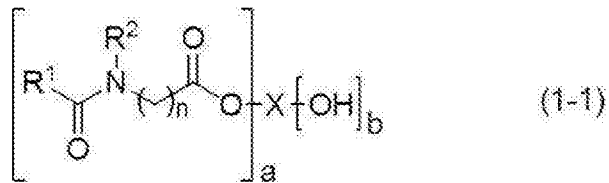
[12] (A)に対する(B)の重量比が1:0.005～1:20である

[1] ~ [11] のいずれかに記載の組成物。

[13] [1] ~ [12] のいずれかに記載の組成物を含む化粧料。

[14] 式 (1-1) :

[0012] [化3]



[0013] [式中、

R¹は、炭素数4~26のアルキル基又は炭素数4~26のアルケニル基であり、

R²は、炭素数1~6のアルキル基又は炭素数2~6のアルケニル基であり、

nは、1~5の整数であり、

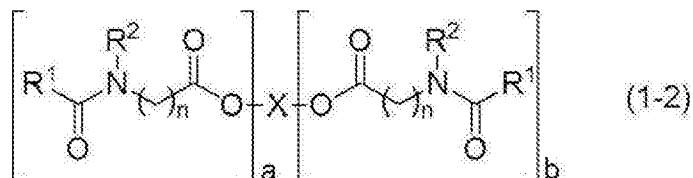
Xは、炭素数3以上の炭化水素基であり、

a及びbは、それぞれ独立して、1以上の整数である。]

で表される化合物及びその塩、ならびに

式 (1-2) :

[0014] [化4]



[0015] [式中、各記号は前記定義と同義である。]

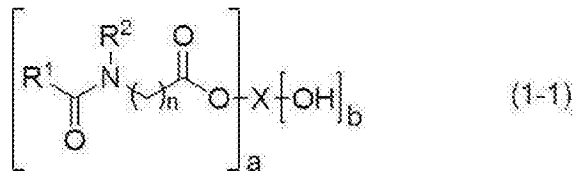
で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩

を含有する可溶化剤。

[15] 式 (1-1) :

[0016]

[化5]



[0017] [式中、

R¹は、炭素数4～26のアルキル基又は炭素数4～26のアルケニル基であり、

R²は、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数2～6のアルケニル基であり、

、

nは、1～5の整数であり、

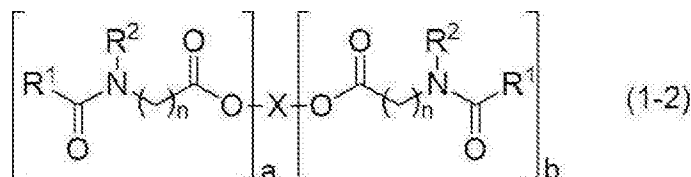
Xは、炭素数3以上の炭化水素基であり、

a及びbは、それぞれ独立して、1以上の整数である。]

で表される化合物及びその塩、ならびに

式(1-2)：

[0018] [化6]



[0019] [式中、各記号は前記定義と同義である。]

で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩

と、難溶性物質を共存させることを特徴とする難溶性物質の可溶化方法。

発明の効果

[0020] 本発明によれば、難溶性物質を可溶化することができるので様々な化粧料に应用することができる。

本発明によれば、難溶性物質等を含む化粧料のきしみ感を緩和させることができるので、使用感のよい化粧料を提供することができる。

本発明によれば、広い範囲(UV-A及びUV-B領域)で紫外線遮断能

を有する化粧料を提供することができる。

図面の簡単な説明

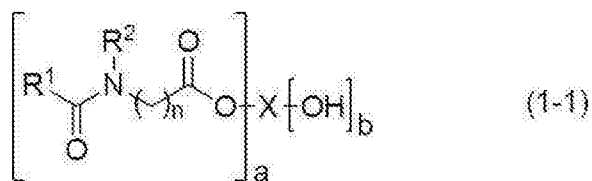
[0021] [図1] 図 1 は、実施例 3-1 および 3-2 ならびに比較例 3-1 及び 3-2 の組成物を無機顔料に添加した時の 280nm-600nm 間の波長における透過率を測定した結果を示す図である。縦軸は透過率（%T）、横軸は波長（λ）を示す。

発明を実施するための形態

[0022] 本発明の組成物は、

(A) 式 (1-1) :

[0023] [化7]



[0024] [式中、

R¹は、炭素数4～26のアルキル基又は炭素数4～26のアルケニル基であり、

R²は、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数2～6のアルケニル基であり、

nは、1～5の整数であり、

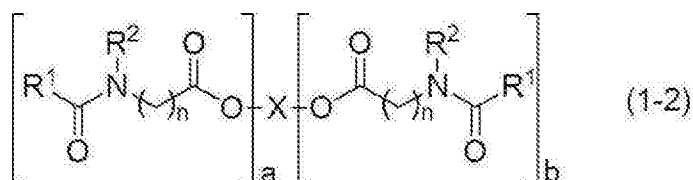
Xは、炭素数3以上の炭化水素基であり、

a及びbは、それぞれ独立して、1以上の整数である。]

で表される化合物及びその塩、ならびに

式 (1-2) :

[0025] [化8]



[0026] [式中、各記号は前記定義と同義である。]

で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩、及び

(B) 難溶性物質

を含有することを特徴とする。

[0027] 1. (A) : 式 (1-1) 及び式 (1-2) の化合物又はその塩

本明細書において「炭素数4～26のアルキル基」とは、炭素原子数4～26の直鎖又は分岐状のアルキル基を意味し、例えば、ブチル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、ヘキシル基、イソヘキシル基、ネオヘキシル基、ヘプチル基、イソヘプチル基、ネオヘプチル基、オクチル基、イソオクチル基、ノニル基、イソノニル基、デシル基、イソデシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、イコシル基、ヘンエイコシル基、ドコシル基、トリコシル基、テトラコシル基、ペンタコシル基、ヘキサコシル基等が挙げられる。

本明細書において「炭素数7～17のアルキル基」とは、炭素原子数7～17の直鎖又は分岐状のアルキル基を意味し、例えば、ヘプチル基、イソヘプチル基、ネオヘプチル基、オクチル基、イソオクチル基、ノニル基、イソノニル基、デシル基、イソデシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基等が挙げられる。

本明細書において「炭素数1～6のアルキル基」とは、炭素原子数1～6の直鎖又は分岐状のアルキル基を意味し、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基等が挙げられる。

本明細書において「炭素数4～26のアルケニル基」とは、炭素原子数4～26の直鎖又は分岐状のアルケニル基を意味し、具体的には、1-ブテニル

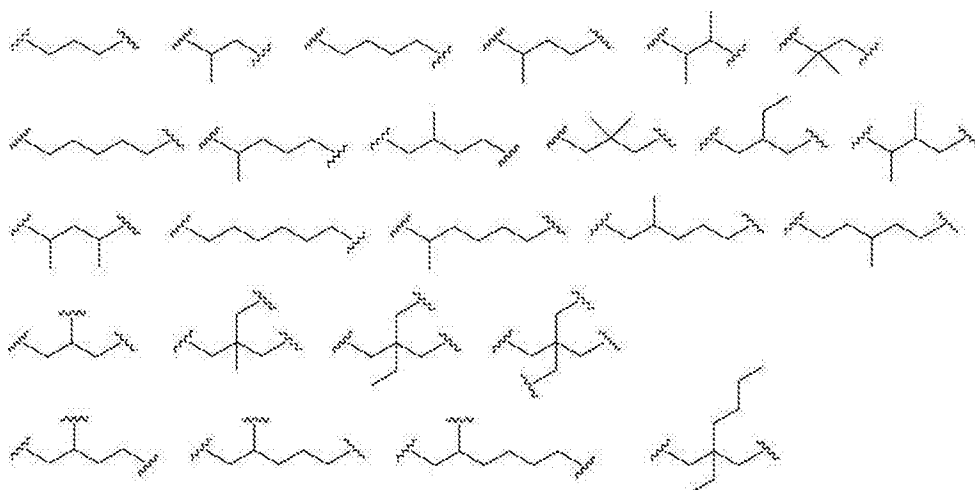
基、2-ブテニル基、3-ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ウンデセニル基、ドデセニル基、トリデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデセニル基、ヘキサデセニル基、ヘプタデセニル基、オクタデセニル基、ノナデセニル基、イコセニル基、ヘンエイコセニル基、ドコセニル基等が挙げられる。

本明細書において「炭素数4～16のアルケニル基」とは、炭素原子数4～16の直鎖又は分岐状のアルケニル基を意味し、具体的には、1-ブテニル基、2-ブテニル基、3-ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ウンデセニル基、ドデセニル基、トリデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデセニル基、ヘキサデセニル基等が挙げられる。

本明細書において「炭素数2～6のアルケニル基」とは、炭素原子数2～6の直鎖又は分岐状のアルケニル基を意味し、具体的には、エテニル基、1-プロペニル基、2-プロペニル基、2-メチル-1-プロペニル基、1-ブテニル基、2-ブテニル基、3-ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基等が挙げられる。

本明細書において「炭素数3以上の炭化水素基」とは、炭素原子数3以上の2価以上の直鎖又は分岐状の炭化水素基（好ましくは、炭素原子数3以上の2価以上の直鎖又は分岐状の飽和炭化水素基）を意味し、具体的には、下記式

[0028] [化9]



[0029] で表される基等が挙げられる。

本明細書において「炭素数4以上の炭化水素基」とは、炭素原子数4以上の2価以上の直鎖又は分岐状の炭化水素基（好ましくは、炭素原子数4以上の2価以上の直鎖又は分岐状の飽和炭化水素基）を意味し、具体的には、下記式

[0030] [化10]

Diagram showing 20 different branched alkane structures, labeled 1 through 20. The structures are arranged in five rows of four:

- Row 1: 1. 2-methylpentane, 2. 2,3-dimethylpentane, 3. 2,4-dimethylpentane, 4. 2,2,3-trimethylpentane, 5. 3-methylpentane, 6. 2,2,4-trimethylpentane
- Row 2: 7. 2,3,4-trimethylpentane, 8. 2,2,3,4-tetramethylpentane, 9. 2,2,4,4-tetramethylpentane, 10. 2,3,4,4-tetramethylpentane, 11. 2,2,3,5-tetramethylpentane, 12. 2,2,4,5-tetramethylpentane
- Row 3: 13. 2,2,3,4,5-pentamethylpentane, 14. 2,2,3,4,5-hexamethylpentane, 15. 2,2,3,4,5-hexamethylpentane, 16. 2,2,3,4,5-hexamethylpentane
- Row 4: 17. 2,2,3,4,5-hexamethylpentane, 18. 2,2,3,4,5-hexamethylpentane, 19. 2,2,3,4,5-hexamethylpentane, 20. 2,2,3,4,5-hexamethylpentane

[0031] で表される基等が挙げられる。

[0032] 以下に、式（１－１）又は式（１－２）中の各記号の定義について詳述する。

[0033] R¹は、炭素数4～26のアルキル基又は炭素数4～26のアルケニル基である。

R¹は、好ましくは炭素数4～26のアルキル基であり、より好ましくは炭素数7～17のアルキル基であり、さらに好ましくは炭素数7～17の直鎖のアルキル基であり、特に好ましくはウンデシル基である。

[0034] R²は、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数2～6のアルケニル基である

R²は、好ましくは炭素数1～6のアルキル基であり、より好ましくはメチル基である。

[0035] n は、1～5の整数である。

n は、好ましくは 1 又は 2 であり、より好ましくは 1 である。

[0036] Xは、炭素数3以上の炭化水素基である。

Xは、好ましくは炭素数3～9の炭化水素基であり、より好ましくは炭素数4～6の炭化水素基であり、より好ましくは炭素数4又は5の炭化水素基である。

[0037] a及びbは、それぞれ独立して、1以上の整数である。

a及びbは、好ましくはそれぞれ独立して1～3の整数であって、かつa+bが2～5の整数であり、より好ましくはa及びbは共に1である。

[0038] 式(1-1)で表される化合物において、a及びbが共に1のとき、R¹は、炭素数4～26のアルキル基又は炭素数4～16のアルケニル基であり、かつXは、炭素数4以上の炭化水素基である化合物が好ましい。

[0039] 式(1-1)又は式(1-2)で表される化合物として、好ましくは、以下の化合物が挙げられる。

(化合物A又はA')

R¹が、炭素数4～26のアルキル基であり、

R²が、炭素数1～6のアルキル基であり、

nが、1又は2であり、

Xが、炭素数3～9の炭化水素基であり、

a及びbが、それぞれ独立して1～3の整数であって、かつa+bが2～5の整数である化合物。

[0040] (化合物B又はB')

R¹が、炭素数7～17のアルキル基であり、

R²が、炭素数1～6のアルキル基であり、

nが、1又は2であり、

Xが、炭素数4～9の炭化水素基であり、

a及びbが、それぞれ独立して1～3の整数であって、かつa+bが2～5の整数である化合物。

[0041] (化合物C又はC')

R¹が、ウンデシル基であり、

R²が、メチル基であり、

n が、1 であり、

Xが、炭素数4又は5の炭化水素基であり、

a 及び b が、共に 1 である化合物。

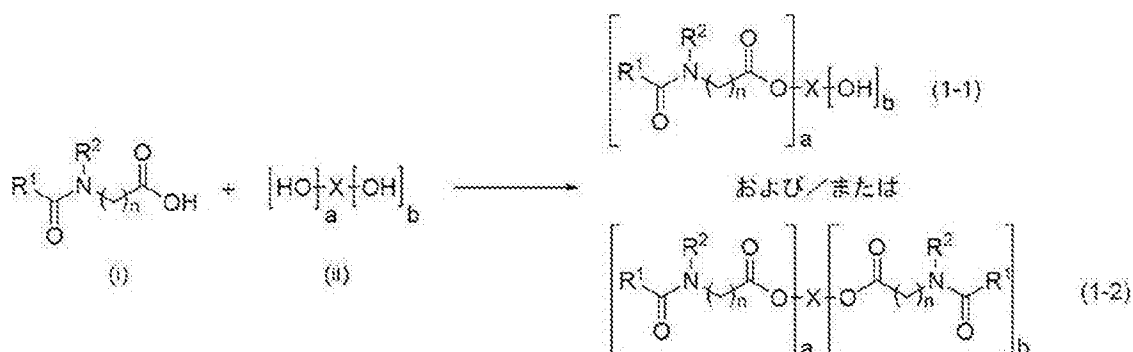
[0042] 式(1-1)及び式(1-2)で表される化合物の具体例としては、下記の製造例1～17に記載の化合物が挙げられる。

[0043] 本発明における化合物（１－１）及び化合物（１－２）の塩としては、リチウム塩、ナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩；カルシウム塩、マグネシウム塩等のアルカリ土類金属塩；アンモニウム塩；メチルアミン、ジエチルアミン、トリメチルアミン、トリエチルアミン、エタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、エチレンジアミン、トリス（ヒドロキシメチル）メチルアミン、ジシクロヘキシルアミン、N,N'-ジベンジルエチレンジアミン、グアニジン、ピリジン、ピコリン、コリン、シンコニン、メグルミン等の有機アミン塩基との塩等が挙げられる。

[0044] 本発明における化合物（１－１）及び（１－２）の製造方法は、特に限定されるものではなく、既知の方法を組み合わせることにより製造することができる。具体的には、下記方法により合成することができるが、これらに限定されるものではない。

例えば、以下の式に示すように、N-アシル-N-アルキルアミノ酸（i）及びアルコール（i i）をパラトルエンスルホン酸、硫酸、塩酸、メタンスルホン酸、フッ化水素等の酸触媒の存在下又は非存在下で縮合させることにより得ることができる。

[0045] [化11]



[0046] (式中、各記号は前記と同義である。)

化合物(1-2)のみを得る場合は、N-アシル-N-アルキルアミノ酸(i)に対してアルコール(ii)を0.1~1当量、好ましくは0.5~0.55当量使用する。一方、化合物(1-1)及び化合物(1-2)の混合物を得る場合は、N-アシル-N-アルキルアミノ酸(i)に対してアルコール(ii)を0.2~5当量、好ましくは0.7~2当量使用する。このように、N-アシル-N-アルキルアミノ酸(i)に対するアルコール(ii)の使用量を変えることにより、得られる最終生成物における化合物(1-1)及び化合物(1-2)の割合を任意に調整することができる。

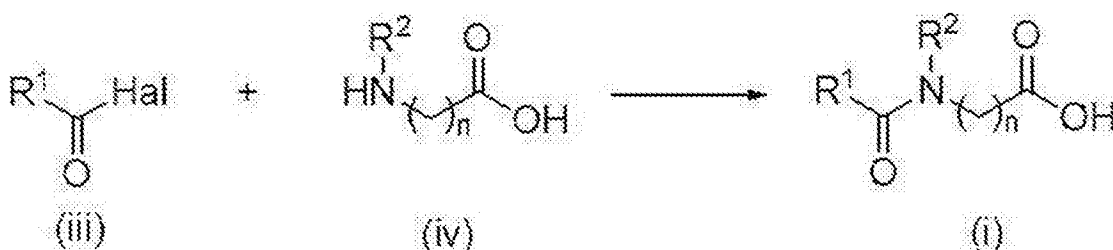
反応は適当な溶媒中で行うこともでき、使用する溶媒としては、ベンゼン、トルエン、キシレン等が挙げられる。

反応時間は、通常2~12時間、好ましくは3~6時間である。

反応温度は、通常80~160℃、好ましくは115~140℃である。

[0047] 因みに、N-アシル-N-アルキルアミノ酸(i)は、例えば下記式に示すように、塩基性条件下にカルボン酸ハライド(iii)とアミノ酸(iv)とを反応させるいわゆるショッテン・バウマン反応(特公昭51-38681号公報等)等の公知の方法により製造することができる。

[0048] [化12]



[0049] (式中、Halは塩素原子等のハロゲン原子を示し、その他の各記号は前記と同義である。)

[0050] (A)は、化合物(1-1)、化合物(1-2)及びそれらの塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩であり、化合物(1-1)及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種、ならびに化合物(1-2)及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種との混合物

が好ましい。(A)が混合物の場合は、化合物(1-2)またはその塩の1重量部に対して、化合物(1-1)またはその塩の含有量は、通常0~10重量部であり、好ましくは0.01~1重量部であり、より好ましくは0.05~0.25重量部である。

[0051] (A)の含有量は、組成物全量に対して通常1~90重量%、好ましくは3~50重量%、より好ましくは5~20重量%である。この範囲の含有量であれば、(B)を可溶化又は分散化させて組成物を均一にし、きしみ感の緩和された組成物を得ることができる。

[0052] 本明細書において、「可溶化」とは、溶媒に難溶又は不溶の物質の溶解度を上げて均一な溶液にすることを意味する。

本明細書において、「分散化」とは、溶媒中に難溶又は不溶の物質を微粒子状にして溶媒中に均一に散在させることを意味する。

[0053] 2. (B)：難溶性物質

本発明における難溶性物質は、溶媒に難溶性の物質だけでなく不溶性の物質を含み、25℃で水に対して1重量%以下の溶解度を有するもの、および/または25℃で流動パラフィンに対して5重量%以下の溶解度を有するものが挙げられる。好ましくは25℃で水に対して0.0000001~1重量%の溶解度を有するもの、および/または25℃で流動パラフィンに対して0.0000001~5重量%の溶解度を有するもの、より好ましくは25℃で水に対して0.0000001~0.5重量%の溶解度を有するもの、および/または25℃で流動パラフィンに対して0.0000001~3重量%の溶解度を有するものが挙げられる。

具体的には、難溶性ないし不溶性の性質を有する紫外線(UV)吸収剤、セラミド、ゲル化剤、香料、セルフタンニング剤、殺菌剤および無機顔料などから選択することができる。

[0054] UV吸収剤としては以下が挙げられる。

(1) 安息香酸系紫外線吸収剤

安息香酸系紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸、エチルジヒドロキシプロピルパラアミノ安息香酸、グリセリルパラアミノ安息香酸、オクチ

ルジメチルパラアミノ安息香酸、パラジメチルアミノ安息香酸アミル、パラジメチルアミノ安息香酸 2-エチルヘキシル、2-[4-(ジエチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル等が挙げられる。

[0055] (2) アントラニル酸系紫外線吸収剤

アントラニル酸系紫外線吸収剤としては、ホモメンチル-N-アセチルアントラニレート、アントラニル酸メチル（別名：メチル-O-アミノベンゾエート）等が挙げられる。

[0056] (3) サリチル酸系紫外線吸収剤

サリチル酸系紫外線吸収剤としては、アミルサリシレート、メンチルサリシレート、ホモメンチルサリシレート、サリチル酸オクチル、フェニルサリシレート、ベンジルサリシレート、p-イソプロパノールフェニルサリシレート、サリチル酸トリエタノールアミン等が挙げられる。

[0057] (4) ベンゾフェノン系紫外線吸収剤

ベンゾフェノン系紫外線吸収剤としては、4-(2-β-グルコピラノシロキシ)プロポキシ-2-ヒドロキシベンゾフェノン、ジヒドロキシジメトキシベンゾフェノン、ジヒドロキシジメトキシベンゾフェノンジスルホン酸ナトリウム、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸及びその三水塩、ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸ナトリウム、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-硫酸、2, 2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2, 4'-ジヒドロキシベンゾフェノン、2, 2', 4, 4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2, 3, 4, 4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-N-オクトキシベンゾフェノン等が挙げられる。

[0058] (5) ケイ皮酸系紫外線吸収剤

ケイ皮酸系紫外線吸収剤としては、パラメトキシケイ皮酸 2-エチルヘキシル（別名；パラメトキシケイ皮酸オクチル）、ジパラメトキシケイ皮酸モ

ノ-2-エチルヘキサン酸グリセリル、2, 5-ジイソプロピルケイ皮酸メチル、2, 4-ジイソプロピルケイ皮酸エチル、2, 4-ジイソプロピルケイ皮酸メチル、2, 4, 6-トリス [4- (2-エチルヘキシルオキシカルボニル) アニリノ] -1, 3, 5-トリアジン、トリメトキシケイ皮酸メチルビス (トリメチルシロキシ) シリルイソペンチル、パラメトキシケイ皮酸イソプロピル・ジイソプロピルケイ皮酸エステル混合物、フェルラ酸、p-メトキシハイドロケイ皮酸ジエタノールアミン塩、3, 4, 5-トリメトキシケイ皮酸3-メチル-4- [メチルビス (トリメチルシロキシ) シリル] ブチル等が挙げられる。

[0059] (6) ベンゾイルメタン系紫外線吸収剤

ベンゾイルメタン系紫外線吸収剤としては、2-フェニルーベンズイミダゾール-5-硫酸、4-イソプロピルジベンゾイルメタン、4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン等が挙げられる。

[0060] (7) トリアジン系紫外線吸収剤

トリアジン系紫外線吸収剤としては、ビスレゾルシニルトリアジンが挙げられ、具体的には、2, 4-ビス- [{4- (2-エチルヘキシルオキシ) -2-ヒドロキシ} -フェニル] -6- (4-メトキシフェニル) -1, 3, 5-トリアジン (別名; ビスエチルヘキシルオキシフェノールメトキシフェニルトリアジン)、2, 4, 6-トリス {4- (2-エチルヘキシロキシカルボニル) アニリノ} 1, 3, 5-トリアジン、2, 4, 6-トリス (4-ビフェニル) -1, 3, 5-トリアジン (1, 3, 5-トリアジン, 2, 4, 6-トリス [1, 10-ビフェニル] -4-イル) 等が挙げられる。

[0061] (8) ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤

ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤としては、2, 2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニルベンゾトリアゾール、2- (2'-ヒドロキシ-5'-tert-オクチルフェニル) ベンゾトリアゾール、2- (2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル) ベンゾトリアゾール、2, 2'-メチレンビス (6- (2H-ベンゾトリアゾール-2-イル) -4- (1, 1, 3, 3-テトラメチル

ルブチル) フェノール) (別名; メチレンビスベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノール) 等が挙げられる。

[0062] (9) ピリダジン誘導体系紫外線吸収剤

ピリダジン誘導体系紫外線吸収剤としては、ジモルホリノピリダジノンなどのピリダジン誘導体等が挙げられる。

[0063] (10) その他の有機紫外線吸収剤

その他の有機紫外線吸収剤としては、フェニルベンズイミダゾールスルホン酸、ドロメトリゾールトリシロキサン、テレフタリリデンジカンフルスルホン酸、ジメトキシベンジリデンジオキソイミダゾリジンプロピオン酸2-エチルヘキシル、1-(3,4-ジメトキシフェニル)-4,4-ジメチル-1,3-ペンタンジオン、ポリシリコーン-15 (ジメチコジエチルベンザルマロネート)、シノキサート、2-シアノ-3,3-ジフェニルプロパー-2-エン酸2-エチルヘキシルエステル (別名; オクトクリレン)、5-(3,3-ジメチル-2-ノルボルニリデン)-3-ペンタン-2-オン、ジアニソイルメタン、メチル-O-アミノベンゾエート、2-エチルヘキシル-2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリレート、3-(4-メチルベンジリデン)カンフル、3-ベンジリデン-d,1-カンフル、オクチルトリアゾン、2-フェニル-5-メチルベンゾキサゾール、これらの高分子誘導体、及びシラン誘導体等が挙げられる。

[0064] 上記紫外線吸収剤のなかでも、4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン、サリチル酸オクチル、ビスエチルヘキシルオキシフェノールメトキシフェニルトリアジン、メチレンビスベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノール、フェニルベンズイミダゾールスルホン酸、ポリシリコーン-15、オクトクリレン、ホモメンチルサリシレート、2-[4-(ジエチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル、パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル、オクチルトリアゾン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸及びその三水塩が好ましく、4-tert-ブチル-4'-

メトキシジベンゾイルメタン、パラメトキシケイ皮酸 2-エチルヘキシル、オクトクリレン、ホモメンチルサリシレート、サリチル酸オクチル、ビスエチルヘキシルオキシフェノールメトキシフェニルトリアジン、メチレンビスベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノール、フェニルベンズイミダゾールスルホン酸、ポリシリコーン-15、2-[4-(ジエチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル、ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸及びその三水塩等がより好ましい。

[0065] セラミドとしては、スフィンゴシン塩基がそのアミノ基で長鎖飽和又は一不飽和脂肪酸と酸アミド結合した化合物であり、例えば、セラミド1、セラミド2、セラミド3、セラミド4、セラミド5、セラミド6-II、セラミド7等が挙げられる。

[0066] ゲル化剤としては、ジブチラウロイルグルタミド、ジブチルエチルヘキサノイルグルタミド、パルミチン酸デキストリン、12-ヒドロキシステアリン酸等が挙げられる。

[0067] 香料としては、 α -イソメチルイオノン、リナロール、ブチルフェニルメチルプロパナール、サリチル酸ベンジル、ヘキシルシンナマル等が挙げられる。

[0068] セルフタンニング剤としては、3-ヒドロキシ-4,5-ジメチル-5(2H)-フラノン等が挙げられる。

[0069] 殺菌剤としてはイソプロピルメチルフェノール、塩酸クロルヘキシジン、塩化ベンゼトニウム、メチルパラベン、プロピルパラベン等が挙げられる。

[0070] 無機顔料としては、着色顔料、体質顔料、真珠光沢顔料、特殊機能性顔料及び特殊顔料などが挙げられるが、本発明においては、着色顔料、体質顔料、真珠光沢顔料、特殊機能性顔料が好ましい。

具体的には、二酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄（ベンガラ）、チタン酸鉄、 γ -酸化鉄、黄酸化鉄、黄土、黒酸化鉄、カーボンブラック、低次酸化チタン、マンゴバイオレット、パルトバイオレット、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト、群青、紺青、酸化チタン被覆マイカ、酸化チタン被

覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、着色酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔、アルミニウム粉、銅粉、金粉、マイカ、タルク、カオリン、絹雲母（セリサイト）、白雲母、金雲母、合成雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、パーミキュライト、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、焼成硫酸カルシウム（焼きセッコウ）、リン酸カルシウム、フッ素アパタイト、ヒドロキシアパタイト、セラミックパウダー、金属石鹼（ミリスチン酸亜鉛、パルミチン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウムなど）、窒化ホウ素、ホトクロミック顔料等が挙げられる。また、表面改質剤等で表面処理した無機顔料であってもよい。具体例としては、N^ε-ラウロイルリジン、パーフルオロアルキルリン酸ジエタノールアミン、メタリン酸ナトリウム、アミノ酸、アシル化コラーゲン、レシチン、金属石鹼、アシルアミノ酸塩、メチルヒドロジェンポリシロキサン等のシリコン、ポリアクリル酸、キトサン、ナイロンパウダー、着色顔料等で被覆した無機顔料等が挙げられる。これらの無機顔料は、使用する目的に応じて各々単独で用いてもよく、2種以上を併用して用いてもよい。なかでも二酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄（ベンガラ）、酸化チタン被覆マイカ、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、着色酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔、アルミニウム粉、N^ε-ラウロイルリジンが好ましい。

[0071] (B)の含有量は、組成物全量に対して通常0.1～60重量%、好ましくは1～30重量%、より好ましくは5～25重量%である。

具体的には、例えば紫外性吸収剤の場合には、組成物全量に対して通常0.1～60重量%、好ましくは1～30重量%、より好ましくは5～25重量%である。

また無機顔料の場合には、組成物全量に対して通常0.1～50重量%、好ましくは1～30重量%、より好ましくは3～20重量%である。

この範囲の含有量であれば、高い濃度で難溶性物質を組成物に配合することができ、紫外線吸収剤や無機顔料の場合は広い範囲（UV-B領域（290～320nm）及びUV-A領域（320～400nm））で高い紫外線遮断能を発揮することができる。

[0072] 本発明において、（A）に対する（B）の重量比〔（A）：（B）〕は、通常1：0.005～1：20重量部、好ましくは1：0.01～1：10、より好ましくは1：0.05～1：5である。この範囲であれば（B）を可溶化又は安定的かつ均一に分散することができる。

[0073] 本発明の組成物はそのま利用することも可能であるが、必要に応じて公知の添加剤などを混合して常法により製造することができる。

[0074] 添加剤としては、水溶性成分、油性成分、粉末成分、高分子成分、増粘剤、粘着性改良剤、被膜形成剤、pH調整剤、抗酸化剤、防腐剤、殺菌剤、保存剤、保型剤、保湿剤、皮膚保護剤、清涼化剤、香料、着色剤、色素、キレート剤、潤沢剤、抗炎症剤、鎮痒剤、血行促進剤、収斂剤、組織修復促進剤、制汗剤、浸透剤、アミノ酸、核酸、有機酸、無機塩、動植物抽出成分、酵素、ビタミン、パール化剤、湿潤剤等を、発明の効果を阻害しない範囲で適宜配合することができる。

[0075] 本発明の組成物の形状としては、特に限定されないが、クリーム状、乳液状、ローション状、粉末状、粉末固形状、油性固形状、油性液状、ペースト状等が挙げられる。

[0076] 本発明は、また、前記本発明の組成物を含有する化粧料に関する。

[0077] 本発明の化粧料としては、特に限定されないが、紫外線防御用化粧料が好ましい。具体的には、基礎化粧品（例、化粧水、乳液、化粧下地、美容液、ナイトクリーム、パック、メイク落とし製品（クレンジングジェル等）、リップクリーム、爪用クリーム等）、メイクアップ化粧品（例、ファンデーション（固形、クリーム状、液状等）、日焼け止めクリーム、BBクリーム、CCクリーム、コンシーラー、口紅、リップグロス、アイシャドウ、アイライナー、チーク、マスカラ、ブロンザー等）、ヘアケア化粧料（ヘアトリート

メント剤（例、ヘアトリートメント、アウトバストリートメント、毛髪用美容液、枝毛コート剤等）、ヘアスタイリング剤（例、ブラッシングローション、カーラーローション、ポマード、チック、セット用ヘアスプレー、ヘアミスト、ヘアリキッド、スタイリングフォーム、ヘアジェル、ウォーターグリース等）、髭剃り用製品（例、シェービングクリーム、アフターシェーブローション等）等が挙げられる。なかでもメイクアップ化粧品、日焼け止めクリーム、BBクリーム、CCクリーム、ブロンザーが好ましい。

[0078] 化粧料の剤形としては、クリーム剤、液剤、ローション剤、乳剤、チンキ剤、水性ゲル剤、油性ゲル剤、エアゾール剤、パウダー剤などが挙げられる。

[0079] 本発明の組成物及び該組成物を含む化粧料は、常法に従って製造することができる。

[0080] 上記式（１－１）で表される化合物及びその塩、ならびに上記式（１－２）で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はそれらの塩を含有する可溶化剤も本発明に含まれる。

本発明の「可溶化剤」とは、難溶性物質に加えてその溶解度を増し、均一な溶液にするものを意味する。

本発明の可溶化剤は、前記化合物又はその塩のみ、又は上記添加物を適宜配合し、常法に従って製造することができる。

本発明の可溶化剤中の上記化合物又はその塩の含有量は、通常１～９０重量％であり、５～５０重量％が好ましい。

本発明の可溶化剤は、難溶性物質の種類によっても異なるが、通常、難溶性物質１重量部に対して、０．０５～２００重量部、好ましくは０．１～１００重量部、より好ましくは０．２～２０重量部を配合することにより難溶性物質を可溶化することができる。

上記式（１－１）及び（１－２）及び難溶性物質の定義等は既述に準じる。

[0081] また上記式（１－１）で表される化合物及びその塩、ならびに上記式（１

－ 2) で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩と難溶性物質を共存させる工程を含む難溶性物質の可溶化方法も本発明に含まれる。

本発明の方法は、難溶性物質の種類によっても異なるが、難溶性物質 1 重量部に対して、上記化合物又はその塩を、通常 0.05～200 重量部、好ましくは 0.1～100 重量部、より好ましくは 0.2～20 重量部を共存させることで可溶化することができる。

上記式 (1-1) 及び (1-2) 及び難溶性物質の定義等は既述に準じる。

[0082] 上記式 (1-1) で表される化合物及びその塩、ならびに上記式 (1-2) で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩を含有する無機顔料用分散剤も本発明に含まれる。

本発明の無機顔料用分散剤は、前記化合物又はその塩のみ、又は上記添加物を適宜配合し、常法に従って製造することができる。

本発明の無機顔料用分散剤中の上記化合物又はその塩の含有量は、通常 1～90 重量%であり、5～50 重量%が好ましい。

本発明の無機顔料用分散剤は、無機顔料の種類によっても異なるが、通常、無機顔料 1 重量部に対して、0.05～200 重量部、好ましくは 0.1～100 重量部、より好ましくは 0.2～20 重量部を配合することにより、無機顔料を均一に安定に分散させることができる。

[0083] 上記無機顔料用分散剤と無機顔料を共存させる工程を含む無機顔料の分散方法も本発明に含まれる。

本発明の方法は、無機顔料の種類によっても異なるが、無機顔料 1 重量部に対して、上記化合物またはその塩を、通常 0.05～200 重量部、好ましくは 0.1～100 重量部、より好ましくは 0.2～20 重量部を共存させることで均一に安定的に分散することができる。

上記式 (1-1) 及び (1-2) 及び無機顔料の定義等は既述に準じる。

実施例

[0084] 次に製造例及び実施例により、本発明を具体的に説明する。なお、本発明は以下の製造例及び実施例に限定されるものではない。なお本明細書中「%」は特に断りのない限り「重量%」を意味する。

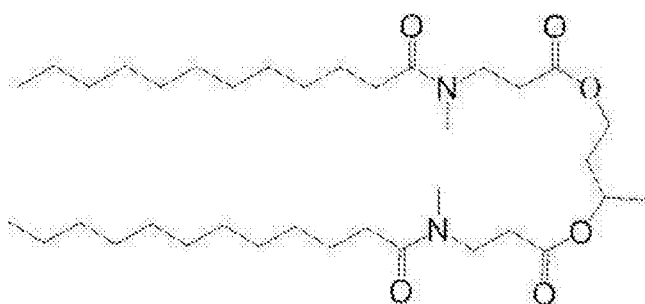
[0085] 化合物の測定に用いた機器は、以下の通りである。

^1H -NMR測定：Bruker社 AVANCE III HD NMR Spectrometer

ESI-MS測定：LC-MS 2010 A (島津製作所製)

[0086] 製造例1：2LmbA-bgの製造

[0087] [化13]



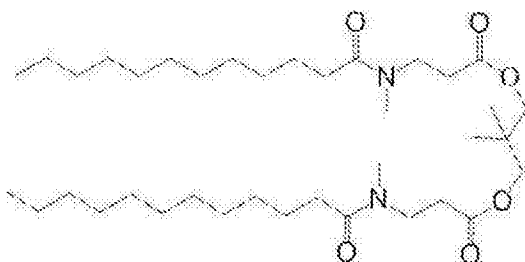
[0088] N-ラウロイル-N-メチル- β -アラニン (28.52 g、0.1 mol) 及び1, 3-ブチレングリコール (4.96 g、0.055 mol) の混合物に硫酸 (0.98 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温132℃で6時間攪拌した。生成物を酢酸エチル(50 mL)で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに超純水 (40 mL) で2回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し粗生成物を得た。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒：ヘキサン/酢酸エチル=4/1から1/4のグラデーション) にて精製し、目的の化合物N-ラウロイル-N-メチル- β -アラニン 1, 3-ブチレングリコールジエステル (2LmbA-bg) を得た (収率60%)。

^1H -NMR (400 MHz, CD_3OD , r. t.) : δ 4.97-5.06 (1H, m), 4.09-4.15 (2H, m), 3.62 (4H, t, $J = 7.02$ Hz), 2.92-3.04 (6H, m), 2.57 (4H, t, $J = 6.8$ Hz), 2.28-2.33 (4H, m), 1.86-1.91 (2H, m), 1.62 (4H, sex, $J = 7.6$ Hz), 1.26-1.30 (35H, m), 0.88 (6H, t, $J = 6.8$ Hz) ppm.

ESI-MS (positive) m/z 625.8 $[\text{M}+\text{H}]^+$, 647.3 $[\text{M}+\text{Na}]^+$

[0089] 製造例 2 : 2LmbA-npgの製造

[0090] [化14]



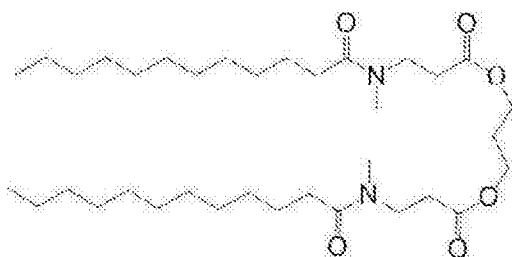
[0091] N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン (28.52 g、0.1 mol) 及びネオペンチルグリコール (5.72 g、0.055 mol) の混合物に硫酸 (0.98 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温132℃で6時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに超純水 (40 mL) で2回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し粗生成物を得た。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒: ヘキサン/酢酸エチル=4/1から1/4のグラデーション) にて精製し、目的の化合物N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン ネオペンチルグリコールジエステル (2 LmbA-npg) を得た (収率67%)。

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CD_3OD , r. t.) : δ 3.86-3.90 (4H, m) 3.65 (4H, t, J = 6.8 Hz), 2.92-3.04 (6H, m), 2.61 (4H, t, J = 7.2 Hz), 2.28-2.35 (4H, m), 1.57-1.62 (4H, m), 1.26-1.30 (32H, m), 0.97 (6H, d, J = 4.8 Hz), 0.88 (6H, t, J = 7.2 Hz) ppm.

ESI-MS (positive) m/z 639.7 $[\text{M}+\text{H}]^+$, 661.3 $[\text{M}+\text{Na}]^+$

[0092] 製造例 3 : 2LmbA-pgの製造

[0093] [化15]



[0094] N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン (28.52 g、0.1 mol) 及び1, 3-ブ

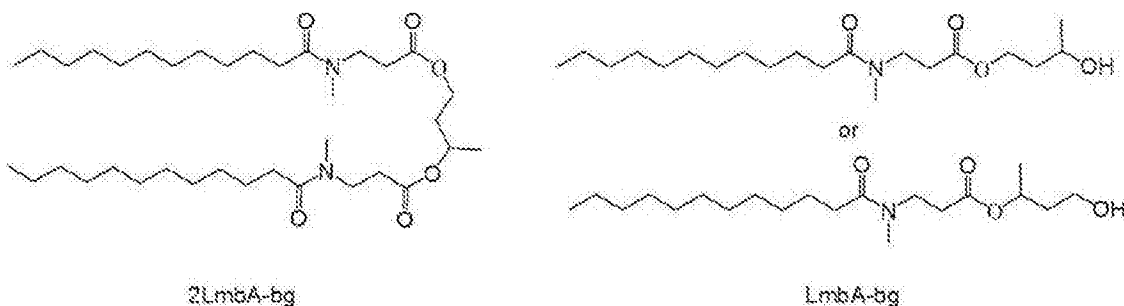
ロピレングリコール (4.18 g、0.055 mol) の混合物に硫酸 (0.98 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温132℃で6時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに超純水 (40 mL) で2回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し粗生成物を得た。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒 : ヘキサン/酢酸エチル=4/1から1/4のグラデーション) にて精製し、目的の化合物N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン 1, 3-プロピレングリコールジエステル (2LmbA-pg) を得た (収率71%)。

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CD_3OD , r. t.) : δ 4.15-4.20 (4H, m), 3.64 (4H, t, $J = 6.8$ Hz), 2.92-3.04 (6H, m), 2.60 (4H, t, $J = 7.2$ Hz), 2.29-2.35 (4H, m), 1.87 (2H, sex, $J = 6.0$ Hz), 1.59-1.66 (4H, m), 1.29 (32H, s), 0.90 (6H, d, $J = 6.8$ Hz) ppm.

ESI-MS (positive) m/z 611.7 $[\text{M}+\text{H}]^+$, 633.3 $[\text{M}+\text{Na}]^+$

[0095] 製造例4 : 2LmbA-bg及びLmbA-bg (N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン 1, 3-ブチレングリコールモノエステル) の混合物の製造

[0096] [化16]



[0097] N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン (28.52 g、0.1 mol) 及び1, 3-ブチレングリコール (18.03 g、0.2 mol) の混合物に硫酸 (0.39 g、0.004 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温120℃で6時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに飽和食塩水 (40 mL) で2回洗浄した後、超純水 (40 mL) で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し目的物を得た (収率92%)。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置 (LC-MS) により化合物

の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより210 nmにおける吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した（それぞれの化合物のピーク面積比 2LmbA-bg : LmbA-bg=27 : 73）。

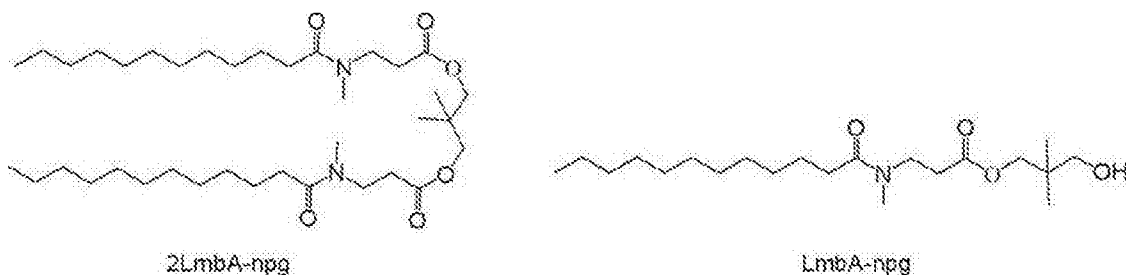
液体クロマトグラフィーの条件

カラム：YMC-Pack ODS-A、流速：1 mL/min、温度：40℃、溶媒：メタノール/ギ酸の30 mM水溶液（9/1）

ESI-MS (positive) m/z 647.3 [2LmbA-bg+Na]⁺, 380.5 [LmbA-bg+Na]⁺

[0098] 製造例5：2LmbA-npg及びLmbA-npg（N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニンネオペンチルグリコールモノエステル）の混合物の製造

[0099] [化17]



[0100] N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン（28.52 g、0.1 mol）及びネオペンチルグリコール（20.83 g、0.2 mol）の混合物に硫酸（0.39 g、0.004 mol）を添加し、アルゴン気流下、バス温120℃で6時間攪拌した。生成物を酢酸エチル（50 mL）で希釈し、飽和重曹水（30 mL）で2回洗浄した。有機相をさらに飽和食塩水（40 mL）で2回洗浄した後、超純水（40 mL）で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し目的物を得た（収率95%）。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置（LC-MS）により化合物の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより210 nmにおける吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した（それぞれの化合物のピーク面積比 2LmbA-npg : LmbA-npg=23 : 77）。

液体クロマトグラフィーの条件

カラム：YMC-Pack ODS-A、流速：1 mL/min、温度：40℃、溶媒：メタノール/ギ酸の30 mM水溶液（9/1）

E S I -M S (positive) m/z 661.3 $[2\text{LmbA-npg}+\text{Na}]^+$, m/z 394.5 $[\text{LmbA-npg}+\text{Na}]^+$

[0101] 製造例 6 : 2LS-bgの製造

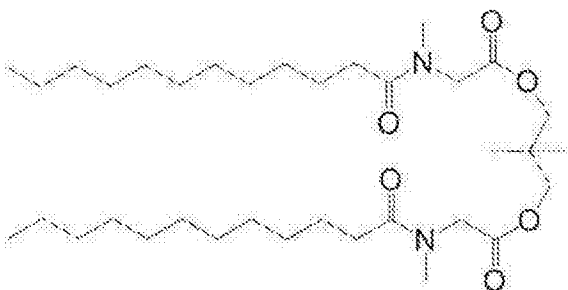
N-ラウロイルサルコシン (27.14 g、0.1 mol) 及び 1, 3-ブチレングリコール (4.96 g、0.055 mol) の混合物に硫酸 (0.98 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温132℃で10時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに超純水 (40 mL) で2回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し粗生成物を得た。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒: ヘキサン/酢酸エチル=4/1から1/4のグラデーション) にて精製し、目的の化合物N-ラウロイルサルコシン 1, 3-ブチレングリコールジエステル (2LS-bg) を得た (収率49%)。

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CD_3OD , r. t.) : δ 5.02-5.13 (1H, m), 4.03-4.21 (6H, m), 2.95-3.09 (6H, m), 2.22-2.39 (4H, m), 1.90-1.95 (2H, m), 1.64 (4H, m), 1.29-1.32 (35H, m), 0.90 (6H, t, $J = 6.8$ Hz) ppm.

E S I -M S (positive) m/z 597.3 $[\text{M}+\text{H}]^+$, 619.3 $[\text{M}+\text{Na}]^+$

[0102] 製造例 7 : 2LS-npgの製造法

[0103] [化18]



[0104] N-ラウロイルサルコシン (27.14 g、0.1 mol) 及びネオペンチルグリコール (5.72 g、0.055 mol) の混合物に硫酸 (0.98 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温132℃で10時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに超純水 (40 mL) で2回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し粗生成物を得た

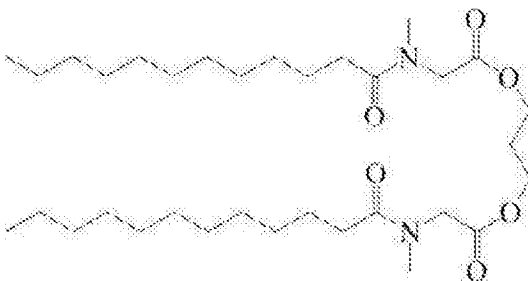
。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ヘキサン/酢酸エチル=4/1から1/4のグラデーション）にて精製し、目的の化合物N-ラウロイルサルコシン ネオペンチルグリコールジエステル（2LS-npg）を得た（収率53%）。

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CD_3OD , r. t.) : δ 4.13 (2H, s) 4.10 (2H, d, $J = 14.72$ Hz), 3.96 (2H, d, $J = 11.88$ Hz) 3.93 (2H, s), 2.95–3.09 (6H, m), 2.22–2.39 (4H, m), 1.65 (4H, m), 1.27–1.31 (32H, m), 0.97 (6H, d, $J = 6.4$ Hz), 0.89 (6H, t, $J = 6.8$ Hz) ppm.

ESI-MS (positive) m/z 611.7 $[\text{M}+\text{H}]^+$, 633.3 $[\text{M}+\text{Na}]^+$

[0105] 製造例8：2LS-pgの製造

[0106] [化19]



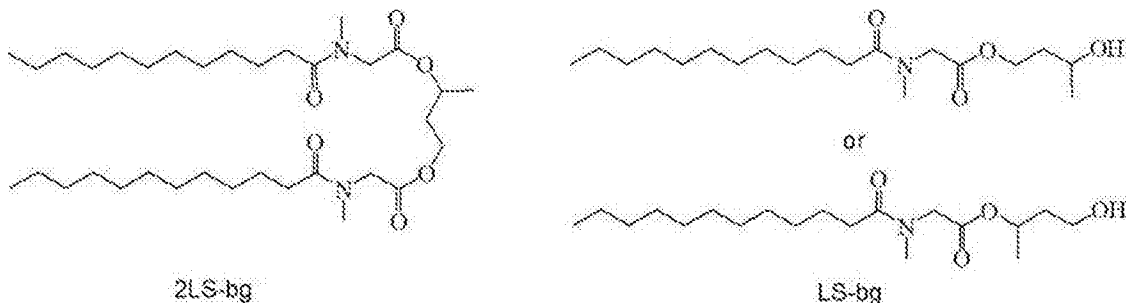
[0107] N-ラウロイルサルコシン（27.14 g、0.1 mol）及び1, 3-プロピレングリコール（4.18 g、0.055 mol）の混合物に硫酸（0.98 g、0.01 mol）を添加し、アルゴン気流下、バス温132℃で10時間攪拌した。生成物を酢酸エチル（50 mL）で希釈し、飽和重曹水（30 mL）で2回洗浄した。有機相をさらに超純水（40 mL）で2回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し粗生成物を得た。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ヘキサン/酢酸エチル=4/1から1/4のグラデーション）にて精製し、目的の化合物N-ラウロイルサルコシン 1, 3-プロピレングリコールジエステル（2LS-pg）を得た（収率55%）。

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CD_3OD , r. t.) : δ 4.07–4.21 (8H, m), 2.95–3.09 (6H, m), 2.22–2.39 (4H, m), 1.87 (2H, sex, $J = 6.0$ Hz), 1.64 (4H, m), 1.27–1.31 (32H, m), 0.89 (6H, t, $J = 6.8$ Hz) ppm.

E S I -M S (positive) m/z 583.8 $[M+H]^+$, 605.3 $[M+Na]^+$

[0108] 製造例 9 : 2LS-bg及びLS-bg (N-ラウロイルサルコシン 1, 3-ブチレングリコールモノエステル) の混合物の製造

[0109] [化20]



[0110] N-ラウロイルサルコシン (27.14 g、0.1 mol) 及び 1, 3-ブチレングリコール (18.03g、0.2 mol) の混合物に硫酸 (0.39 g、0.004 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温130℃で6時間攪拌した後、更に140℃で4時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに飽和食塩水 (40 mL) で2回洗浄した後、超純水 (40 mL) で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し目的物を得た (収率85%)。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置 (LC-MS) により化合物の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより210 nmで吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した (それぞれの化合物のピーク面積比 2LS-bg : LS-bg=20 : 80)。

液体クロマトグラフィーの条件

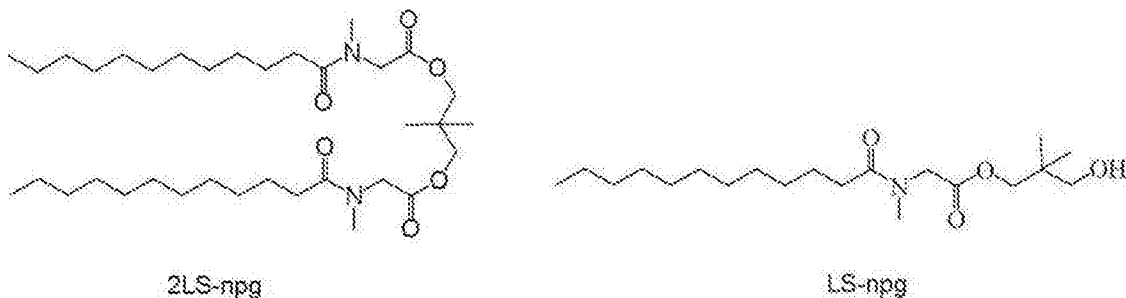
カラム : YMC-Pack ODS-A、流速 : 1 mL/min、温度 : 40℃、溶媒 : メタノール/ギ酸の30 mM水溶液 (9/1)

E S I -M S (positive) m/z 619.3 $[2LS-bg+Na]^+$, m/z 366.5 $[LS-bg+Na]^+$

[0111] 製造例 10 : 2LS-npg及びLS-npg (N-ラウロイルサルコシン ネオペンチルグリコールモノエステル) の混合物の製造

[0112]

[化21]



[0113] N-ラウロイルサルコシン (27.14 g、0.1 mol) 及びネオペンチルグリコール (20.83 g、0.2 mol) の混合物に硫酸 (0.39 g、0.004 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温130℃で6時間攪拌した後、更に140℃で4時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに飽和食塩水 (40 mL) で2回洗浄した後、超純水 (40 mL) で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し目的物を得た (収率8%)。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置 (LC-MS) により化合物の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより210 nmで吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した (それぞれの化合物のピーク面積比 2LS-npg : LS-npg = 16 : 84)。

液体クロマトグラフィーの条件

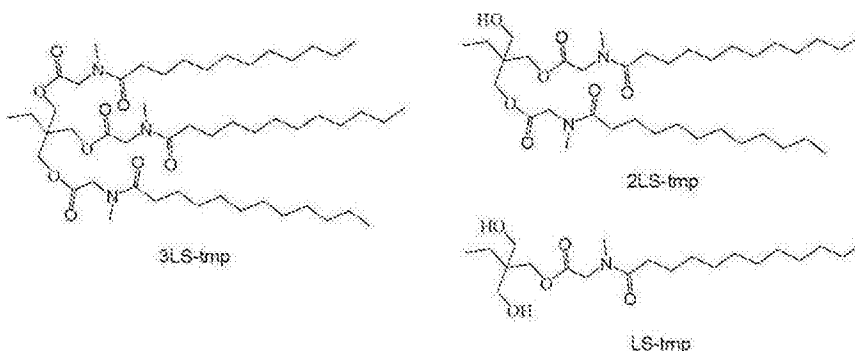
カラム : YMC-Pack ODS-A、流速 : 1 mL/min、温度 : 40℃、溶媒 : メタノール/ギ酸の30 mM水溶液 (9/1)

ESI-MS (positive) m/z 633.3 [2LS-npg+Na]⁺, m/z 380.5 [LS-npg+Na]⁺

[0114] 製造例 11 : 3LS-tmp (N-ラウロイルサルコシン トリメチロールプロパントリエステル)、2LS-tmp (N-ラウロイルサルコシン トリメチロールプロパンジエステル) 及びLS-tmp (N-ラウロイルサルコシン トリメチロールプロパンモノエステル) の混合物の製造

[0115]

[化22]



[0116] N-ラウロイルサルコシン (27.14 g、0.1 mol) 及びトリメチロールプロパン (4.42 g、0.033 mol) の混合物に硫酸 (0.98 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温130℃で6時間攪拌した後、更に140℃で4時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに飽和食塩水 (40 mL) で2回洗浄した後、超純水 (40 mL) で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し目的物を得た (収率93%)。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置 (LC-MS) により化合物の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより、210 nmで吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した (それぞれの化合物のピーク面積比 3LS-tmp:2LS-tmp:LS-tmp=39:45:16)。

液体クロマトグラフィーの条件

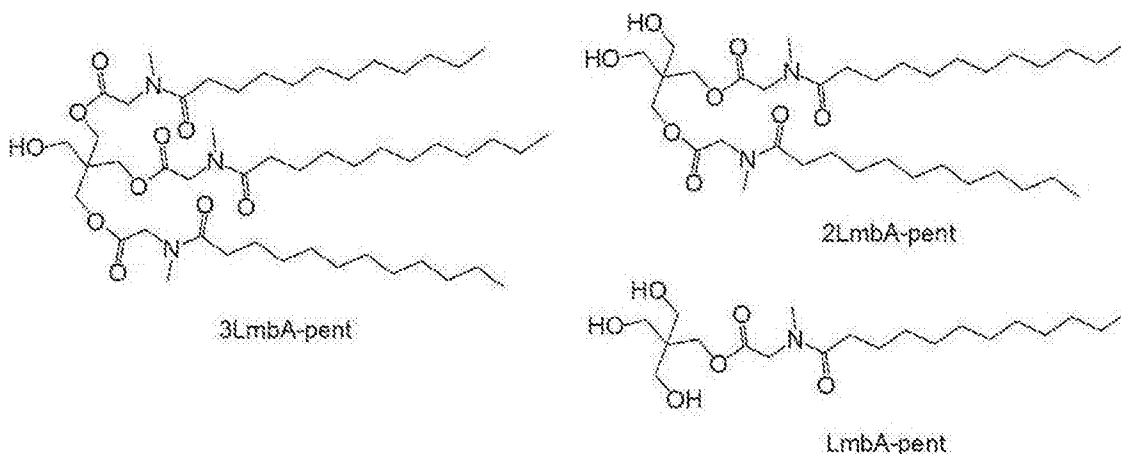
カラム: YMC-Pack ODS-A、流速: 1 mL/min、温度: 40℃、溶媒: メタノール/ギ酸の30 mM水溶液 (9/1)

ESI-MS (positive) m/z 916.3 [3LS-tmp +Na]⁺, 663.2 [2LS-tmp +Na]⁺, 410.0 [LS-tmp +Na]⁺

[0117] 製造例12: 3LmbA-pent (N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン ペンタエリトリートリエステル)、2LmbA-pent (N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン ペンタエリトリートジエステル) 及びLmbA-pent (N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン ペンタエリトリートモノエステル) の混合物の製造

[0118]

[化23]



[0119] N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン (28.52 g、0.1 mol) 及びペンタエリトリトール (7.5 g、0.055 mol) の混合物にp-トルエンスルホン酸一水和物 (1.9 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温130℃で4時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに飽和食塩水 (40 mL) で2回洗浄した後、超純水 (40 mL) で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し目的物を得た (収率88 %)。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置 (LC-MS) により化合物の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより、210 nmで吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した (それぞれの化合物のピーク面積比 3LmbA-pent:2LmbA-pent:LmbA-pent=74:23:3)。

液体クロマトグラフィーの条件

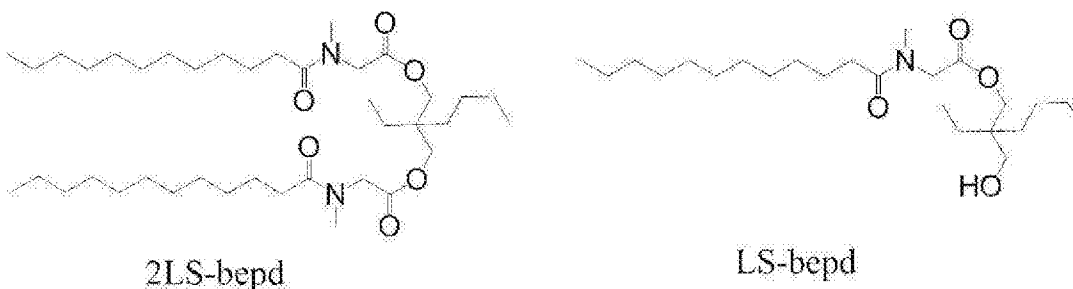
カラム: YMC-Pack ODS-A、流速: 1 mL/min、温度: 40℃、溶媒: メタノール/ギ酸の30 mM水溶液 (9/1)

ESI-MS (positive) m/z 938.3 [3LmbA-pent+Na]⁺, 693.6 [2LmbA-pent+Na]⁺, 426.1 [LmbA-pent+Na]⁺

[0120] 製造例 13: 2LS-bepd (N-ラウロイルサルコシン 2-ブチル-2-エチル-1,3-プロパンジオールジエステル) 及びLS-bepd (N-ラウロイルサルコシン 2-ブチル-2-エチル-1,3-プロパンジオールモノエステル) の混合物の製造

[0121]

[化24]



[0122] N-ラウロイルサルコシン (27.14 g、0.1 mol) 及び2-ブチル-2-エチル-1,3-プロパンジオール (8.01 g、0.05 mol) の混合物に硫酸 (0.28 g、0.003 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温130℃で4時間撹拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに飽和食塩水 (40 mL) で2回洗浄した後、超純水 (40 mL) で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し目的物を得た (収率76%)。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置 (LC-MS) により化合物の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより210 nmで吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した (それぞれの化合物のピーク面積比 2LS-bepd : LS-bepd = 74 : 26)。

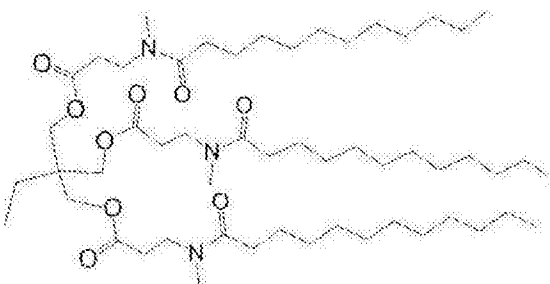
液体クロマトグラフィーの条件

カラム : YMC-Pack ODS-A、流速 : 1 mL/min、温度 : 40℃、溶媒 : メタノール/ギ酸の30 mM水溶液 (9/1)

ESI-MS (positive) m/z 690.2 [2LS-bepd+Na]⁺, m/z 436.8 [LS-bepd+Na]⁺

[0123] 製造例14 : 3LmbA-tmp (N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン トリメチロールプロパントリエステル) の製造

[0124] [化25]

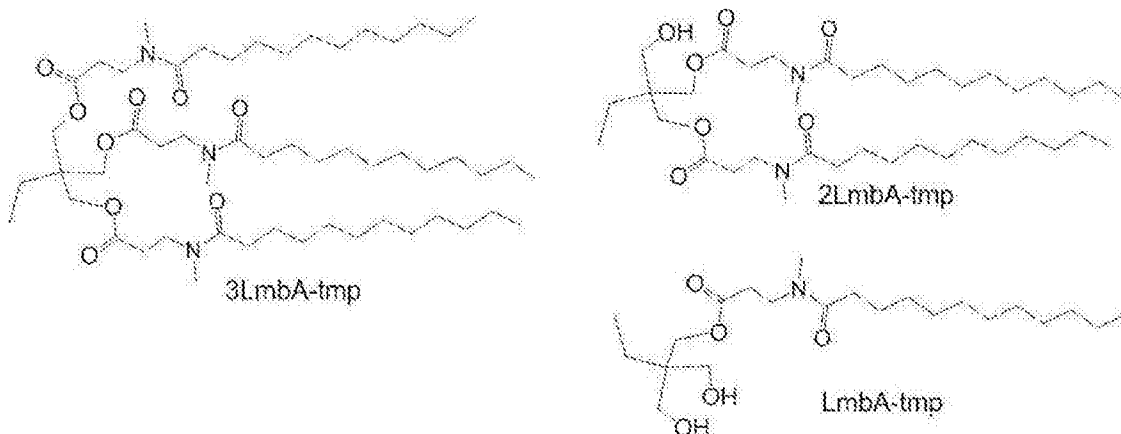


[0125] N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン (28.54 g、0.1 mol) 及びトリメチロールプロパン (5.36 g、0.04 mol) の混合物に硫酸 (0.98 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温120℃で8時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに超純水 (40 mL) で2回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し粗生成物を得た。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒: ヘキサン/酢酸エチル=4/1から1/4のグラデーション) にて精製し、目的の化合物N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン トリメチロールプロパントリエステル (3LmbA-tmp) を得た (収率72%)。

ESI-MS (positive) m/z 937.4 [M+H]⁺, 958.3 [M+Na]⁺

[0126] 製造例 15: 3LmbA-tmp (N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン トリメチロールプロパントリエステル)、2LmbA-tmp (N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン トリメチロールプロパンジエステル) 及びLmbA-tmp (N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン トリメチロールプロパンモノエステル) の混合物の製造

[0127] [化26]



[0128] N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン (28.54 g、0.1 mol) 及びトリメチロールプロパン (7.4 g、0.055 mol) の混合物に硫酸 (0.98 g、0.01 mol) を添加し、アルゴン気流下、バス温120℃で6時間攪拌した。生成物を酢酸エチル (50 mL) で希釈し、飽和重曹水 (30 mL) で2回洗浄した。有機相をさらに飽和超純水 (40 mL) で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し

目的物を得た（収率70%）。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置（LC-MS）により化合物の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより、210 nmで吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した（それぞれの化合物のピーク面積比 3LmbA-tmp:2LmbA-tmp:LmbA-tmp=39:57:4）。

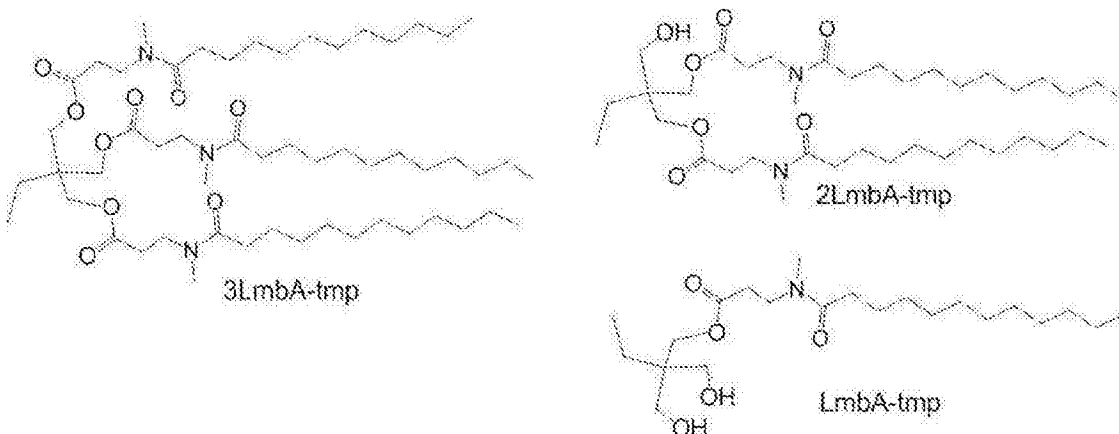
液体クロマトグラフィーの条件

カラム：YMC-Pack ODS-A、流速：1 mL/min、温度：40℃、溶媒：メタノール/ギ酸の30 mM水溶液（9/1）

ESI-MS（positive） m/z 958.3 [3LmbA-tmp +Na]⁺, 691 [2LmbA-tmp +Na]⁺, 423.6[LmbA-tmp +Na]⁺

[0129] 製造例16：3LmbA-tmp（N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン トリメチロールプロパントリエステル）、2LmbA-tmp（N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン トリメチロールプロパンジエステル）及びLmbA-tmp（N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン トリメチロールプロパンモノエステル）の混合物の製造

[0130] [化27]



[0131] N-ラウロイル-N-メチル-β-アラニン（28.54 g、0.1 mol）及びトリメチロールプロパン（5.36 g、0.04 mol）の混合物に硫酸（0.98 g、0.01 mol）を添加し、アルゴン気流下、バス温120℃で8時間攪拌した。生成物を酢酸エチル（50 mL）で希釈し、飽和重曹水（30 mL）で2回洗浄した。有機相をさらに飽和超純水（40 mL）で1回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し

目的物を得た（収率78%）。

液体クロマトグラフィーと接続された質量分析装置（LC-MS）により化合物の同定を行った。また、液体クロマトグラフィーにより、210 nmで吸光度を観測することで、それぞれの化合物の割合を算出した（それぞれの化合物のピーク面積比 3LmbA-tmp:2LmbA-tmp:LmbA-tmp=76:22:2）。

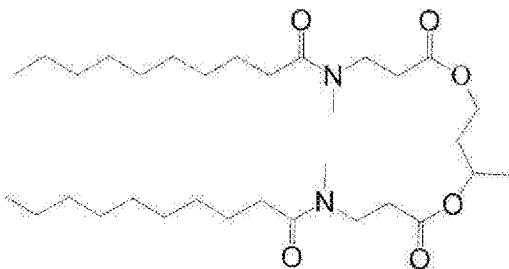
液体クロマトグラフィーの条件

カラム：YMC-Pack ODS-A、流速：1 mL/min、温度：40℃、溶媒：メタノール/ギ酸の30 mM水溶液（9/1）

ESI-MS（positive） m/z 958.3 [3LmbA-tmp +Na]⁺, 691 [2LmbA-tmp +Na]⁺, 423.6[LmbA-tmp +Na]⁺

[0132] 製造例 17：2C10mbA-bg（N-デカノイル-N-メチル-β-アラニン 1, 3-ブチレングリコールジエステル）の製造

[0133] [化28]



[0134] N-デカノイル-N-メチル-β-アラニン（25.7 g、0.1 mol）及び1, 3-ブチレングリコール（4.96 g、0.55 mol）の混合物に硫酸（0.98 g、0.01 mol）を添加し、アルゴン気流下、バス温132℃で6時間攪拌した。生成物を酢酸エチル（50 mL）で希釈し、飽和重曹水（30 mL）で2回洗浄した。有機相をさらに超純水（40 mL）で2回洗浄した。有機相を集めて真空減圧により濃縮し粗生成物を得た。これをシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ヘキサン/酢酸エチル=4/1から1/4のグラデーション）にて精製し、目的の化合物N-デカノイル-N-メチル-β-アラニン 1, 3-ブチレングリコールジエステル（2C10mbA -bg）を得た（収率52%）。

ESI-MS（positive） m/z 569.6 [M+H]⁺, 592.5 [M+Na]⁺

[0135] 試験例 1 顔料分散性の評価

下記表 1 に示す種々の油剤又は化合物（0.5 g）を酸化チタン粒子（4.5 g；T T O-55（N）；石原産業株式会社製）に加え、均一になるまで混合した。この混合粉体に更に流動パラフィンを添加し、均一になるように混合した。ある一定量の流動パラフィンを添加したところで混合粉体が凝集し始める。この時点で加えた流動パラフィンの量の100分率した数値を該油剤又は化合物のwet point（W. P.）と定義される。この凝集体に更に流動パラフィンを加えると混合物がペースト状になり、流動性を示すようになる。この時点で加えた流動パラフィンの量の100分率した数値を該油剤又は化合物のflow point（F. P.）と定義される。このflow pointとwet pointの差が小さい程、分散性がよいとされることから（Industrial and Engineering Chemistry, 1946, 18（1）, 26-31）、顔料分散性を、flow pointとwet pointの差で評価した。すなわち、下記表 1 において、flow pointとwet pointの差が

10未満の場合を◎（とても好ましい）、
10以上22未満の場合を○（好ましい）、
22以上30未満の場合を△（あまり好ましくない）、
30以上の場合を×（好ましくない）
で表示した。

[0136]

[表1]

	化合物又は油剤	Wet Point (W.P.)	Flow Point (F.P.)	F.P.とW.P.の差(顔料分散性)	顔料分散性の定性評価
実施例 1-1	2LmbA-bg (製造例 1)	28.9	49.8	20.9	○
実施例 1-2	2LmbA-npg (製造例 2)	31.8	50.2	18.4	○
実施例 1-3	2LmbA-bg + LmbA-bg (製造例 3)	17.2	20.6	3.4	◎
実施例 1-4	2LmbA-npg + LmbA-npg (製造例 4)	18	22	4	◎
実施例 1-5	2LS-bg (製造例 5)	32	52	20	○
実施例 1-6	2LS-npg (製造例 6)	31.9	49.3	17.4	○
実施例 1-7	2LS-bg + LS-bg (製造例 7)	16	18.7	2.7	◎
実施例 1-8	2LS-npg + LS-npg (製造例 8)	15.6	19.3	3.7	◎
実施例 1-9	3LS-tmp + 2LS-tmp + LS-tmp (製造例 9)	22.2	25.8	3.6	◎
実施例 1-10	3LmbA-pent + 2LmbA-pent + LmbA-pent (製造例 10)	18.4	20.8	2.4	◎
実施例 1-11	2LS-bped + LS-bped (製造例 11)	30.7	43.1	12.4	○
実施例 1-12	3LmbA-tmp (製造例 12)	27.3	46.2	17.9	○
実施例 1-13	3LmbA-tmp + 2LmbA-tmp + LmbA-tmp (製造例 13)	15.4	18.5	3.1	◎
実施例 1-14	3LmbA-tmp + 2LmbA-tmp + LmbA-tmp (製造例 14)	21.3	26.6	5.3	◎
比較例 1-1	SL-205	35.7	65.3	29.7	×
比較例 1-2	Finsolv TN	48	88.7	40.7	×
比較例 1-3	Neosolve MP	44.9	79.8	34.9	×
比較例 1-4	TCG-M	46.2	82	35.8	×

[0137] 表中の油剤は、SL-205：ラウロイルサルコシンイソプロピル（味の素株式会社製）、Finsolv TN：安息香酸アルキル（C12-15）（Innospec Active Chemicals LLC製）、Neosolve MP：ジネオペンタン酸メチルペンタンジオール（日本精化株式会社製）及びTCG-M：トリ（カプリル酸／カプリン酸）グリセリル（高級アルコール工業株式会社製）を表す。

[0138] 試験例 2 可溶化能の評価：

表 2 に記載の化合物又は油剤の可溶化力を調べるため、50mg の難溶性分子である 4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン（Parsol 1789）を 100mg の各種化合物又は油剤に添加し、室温で 24 時間攪拌した。その後、遠心分離機（20分、13000rpm）に

より不溶物を沈殿させ上澄みを回収した。回収した上澄みの 3 mg を 1 mL の有機溶媒（メタノール）に溶解し、HPLCによって分析をした。HPLC分析において、難溶性分子のピーク面積を標準溶液のピーク面積と比較し、油剤中に溶解した難溶性分子の割合（wt %）を同定し、可溶可能として表 2 に示した。

また Parsol 1789 の可溶化において、
20 wt % 以上の可溶化能を◎
15 wt % 以上 20 wt % 未満の可溶化能を○
15 wt % 未満の可溶化能を×
とした。結果を表 2 に示した。

[0139] 試験例 3 使用時のきしみ感の評価

難溶性の UV 吸収剤である Parsol 1789 を 10 wt % で溶解させた表 2 の各種化合物又は油剤のきしみ感について専門パネラー（5 人）が下記の評価基準によって評価を行った。パネラーの平均評価点数に基づき、使用時のきしみ感を下記のように評価した。

[0140] <評価：使用時のきしみ感の評価>

3 点：使用時にまったくきしまない
2 点：使用時にほとんどきしまない
1 点：使用時にかなりきしむ
0 点：使用時に非常にきしむ

[0141] 専門パネラーの評価の平均点が

2.4 以上を◎、
1.5 以上 2.4 未満を○、
0.5 以上 1.5 未満を△、
0.5 未満を×
とした。結果を表 2 に示した。

[0142]

[表2]

	化合物又は油剤	可溶化能の評価		使用時のきしみ感の評価	
		可溶化能(wt%)	可溶化力の定性的評価	使用時のきしみ感の評価	きしみ感の定性的評価
実施例 2-1	2LmbA-bg (製造例 1)	22.7	◎	2.7	◎
実施例 2-2	2LmbA-npg (製造例 2)	22.3	◎	2.8	◎
実施例 2-3	2LmbA-bg + LmbA-bg (製造例 3)	17.8	○	2.8	◎
実施例 2-4	2LmbA-npg + LmbA-npg (製造例 4)	17.4	○	2.6	◎
実施例 2-5	2LS-bg (製造例 5)	20.1	◎	2.5	◎
実施例 2-6	2LS-npg (製造例 6)	20.7	◎	2.5	◎
実施例 2-7	2LS-bg + LS-bg (製造例 7)	16.5	○	2.6	◎
実施例 2-8	2LS-npg + LS-npg (製造例 8)	16	○	2.2	○
実施例 2-9	3LS-tmp + 2LS-tmp + LS-tmp (製造例 9)	15.7	○	2.7	◎
実施例 2-10	3LmbA-pent + 2LmbA-pent + LmbA-pent (製造例 10)	15.9	○	2.8	◎
実施例 2-11	2LS-bped + LS-bped (製造例 11)	18.6	○	2.3	○
実施例 2-12	3LmbA-tmp (製造例 12)	18.8	◎	2.8	◎
実施例 2-13	3LmbA-tmp + 2LmbA-tmp + LmbA-tmp (製造例 13)	15.3	○	2.9	◎
実施例 2-14	3LmbA-tmp + 2LmbA-tmp + LmbA-tmp (製造例 14)	16.1	○	2.9	◎
比較例 2-1	SL-205	27.1	◎	1.3	△
比較例 2-2	Finsolv TN	17.8	○	0.2	×
比較例 2-3	Neosolve MP	14.4	×	0.3	×
比較例 2-4	TCG-M	14.8	×	1.2	△

[0143] 試験例 4 化合物又は油剤の添加による無機顔料のUV遮断能向上の評価

表 3 に記載の各種化合物又は油剤を無機顔料（二酸化チタン、TTO-55N、石原産業株式会社製）に 10wt% の割合で添加し、よく混ぜて均一に混合した。化合物を混合した粉体を流動パラフィン（モレスコホワイト P-55、モレスコ社製）に 1wt% の割合で添加し、1 分間ボルテックスし、更に手で 15 秒振とうした後 15 秒間ボルテックスした。このようにして得られた試料を光路長 1mm の石英セルに移し、280nm から 600nm 間の波長における透過度を測定した。UV 領域（280nm から 400nm）における透過率が低いほど UV 遮断能が高くなるため、今回の評価で UV 領域（280nm から 400nm）における透過率が

1) 20% 未満の場合の UV 遮断能を◎

2) 20%以上で、25%未満の場合のUV遮断能を○

3) 25%以上で35%未満の場合のUV遮断能を△

4) 35%以上の場合のUV遮断能を×

として評価し表3に示した。

図1に各種化合物又は各種油剤を添加した時の無機顔料のUV遮断能を示した。

[0144] [表3]

	化合物又は油剤	280 nm～400 nm における UV 透過 率	UV 遮断能の 定性評価
実施例 3-1	2LS-npg (製造例 7)	19～22 %	○
実施例 3-2	2LS-bg + LS-bg (製造例 8)	15～18 %	◎
比較例 3-1	SL-205	39～43%	×
比較例 3-2	Paraffin	38～41%	×

産業上の利用可能性

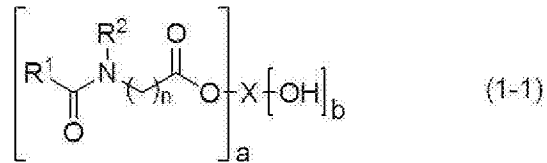
[0145] きしみ感が抑えられた難溶性物質含有化粧品や紫外線遮断能の高い化粧料を提供することができる。

[0146] 本出願は日本で出願された特願2016-050243を基礎としており、その内容は本明細書に全て包含されるものである。

請求の範囲

[請求項1] (A) 式(1-1) :

[化1]



[式中、

R¹は、炭素数4～26のアルキル基又は炭素数4～26のアルケニル基であり、

R²は、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数2～6のアルケニル基であり、

nは、1～5の整数であり、

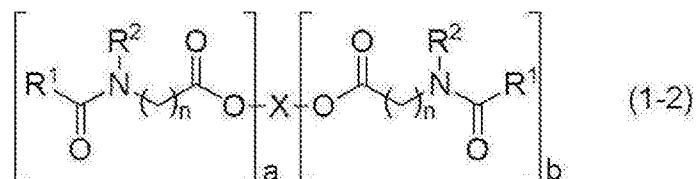
Xは、炭素数3以上の炭化水素基であり、

a及びbは、それぞれ独立して、1以上の整数である。]

で表される化合物及びその塩、ならびに

式(1-2) :

[化2]



[式中、各記号は前記定義と同義である。]

で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩、及び

(B) 難溶性物質

を含有する組成物。

[請求項2] R¹が炭素数4～26のアルキル基である、請求項1に記載の組成物。

[請求項3] R¹が炭素数7～17のアルキル基である、請求項1に記載の組成

物。

[請求項4] R^2 が炭素数1～6のアルキル基である、請求項1～3のいずれか1項に記載の組成物。

[請求項5] R^2 がメチル基である、請求項1～3のいずれか1項に記載の組成物。

[請求項6] n が1又は2である、請求項1～5のいずれか1項に記載の組成物。

[請求項7] X が炭素数3～9の炭化水素基である、請求項1～6のいずれか1項に記載の組成物。

[請求項8] a 及び b がそれぞれ独立して1～3の整数であり、かつ $a+b$ が2～5の整数である、請求項1～7のいずれか1項に記載の組成物。

[請求項9] a 及び b が共に1である、請求項1～8のいずれか1項に記載の組成物。

[請求項10] (B)が、25℃で水に対して1重量%以下の溶解度を有する物質、および／または25℃で流動パラフィンに対して5重量%以下の溶解度を有する物質である請求項1～9のいずれか1項に記載の組成物。

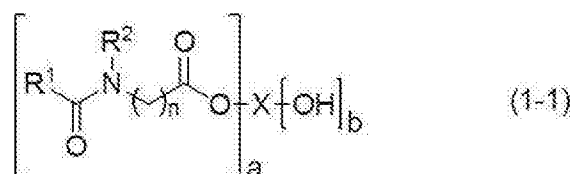
[請求項11] (B)が、紫外線吸収剤、セラミド、ゲル化剤、香料、セルフタニング剤、殺菌剤及び無機顔料からなる群から選択される少なくとも一種である請求項1～10のいずれか1項に記載の組成物。

[請求項12] (A)に対する(B)の重量比が1:0.005～1:20である請求項1～11のいずれか1項に記載の組成物。

[請求項13] 請求項1～12のいずれか1項に記載の組成物を含む化粧品。

[請求項14] 式(1-1)：

[化3]



[式中、

R^1 は、炭素数4～26のアルキル基又は炭素数4～26のアルケニル基であり、

R^2 は、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数2～6のアルケニル基であり、

n は、1～5の整数であり、

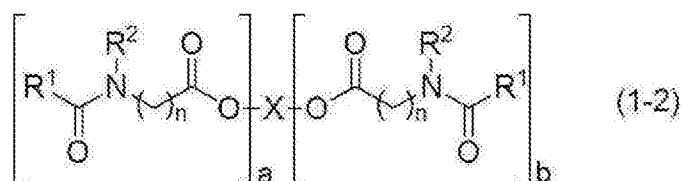
X は、炭素数3以上の炭化水素基であり、

a 及び b は、それぞれ独立して、1以上の整数である。]

で表される化合物及びその塩、ならびに

式(1-2)：

[化4]



[式中、各記号は前記定義と同義である。]

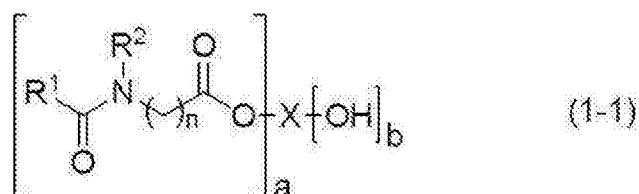
で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩

を含有する可溶化剤。

[請求項15]

式(1-1)：

[化5]



[式中、

R^1 は、炭素数4～26のアルキル基又は炭素数4～26のアルケニル基であり、

R^2 は、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数2～6のアルケニル基であり、

n は、1～5の整数であり、

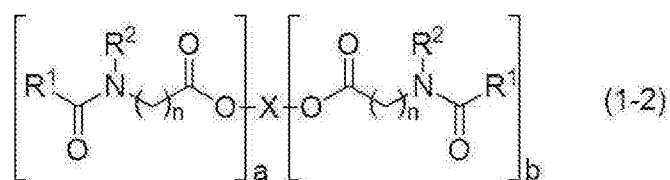
X は、炭素数3以上の炭化水素基であり、

a 及び b は、それぞれ独立して、1以上の整数である。]

で表される化合物及びその塩、ならびに

式(1-2)：

[化6]

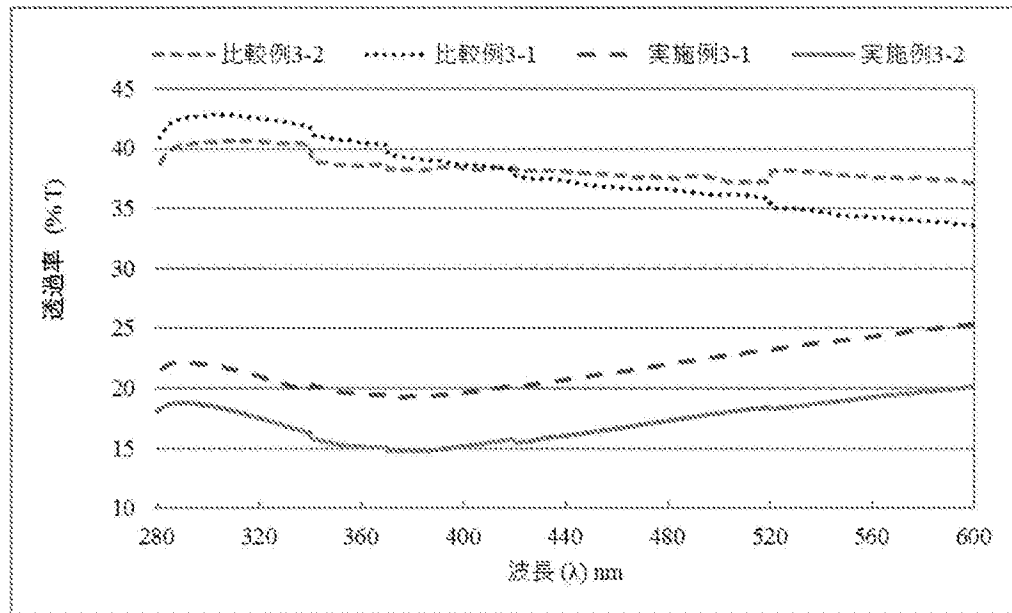


[式中、各記号は前記定義と同義である。]

で表される化合物及びその塩からなる群から選択される少なくとも一種の化合物又はその塩

と、難溶性物質を共存させることを特徴とする難溶性物質の可溶化方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/010126

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

A61K8/44(2006.01)i, A61Q17/04(2006.01)i, C07C233/47(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A61K8/44, A61Q17/04, C07C233/47

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII), CAplus/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 50-105580 A (Nihon-Emulsion Co., Ltd.), 20 August 1975 (20.08.1975), claims; page 2, upper left column, line 15 to upper right column, line 16; page 3, lower left column; table 1; page 4, upper right column, line 1 to lower right column, line 3; page 5, use example 3 (Family: none)	1-15
X	JP 2008-195624 A (Nihon-Emulsion Co., Ltd.), 28 August 2008 (28.08.2008), claims 1 to 5; paragraphs [0001], [0007] to [0010], [0017], [0073] to [0074]; examples 16, 18 to 19, 21 to 25, 34; table 1 (Family: none)	1-6, 8-15

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
07 April 2017 (07.04.17)

Date of mailing of the international search report
18 April 2017 (18.04.17)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/010126

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2012-031216 A (JX Nippon Oil & Energy Corp.), 16 February 2012 (16.02.2012), claims 1, 4 to 5; example 9; paragraph [0082], 'B1-3' (Family: none)	1-10,12
X	JP 2014-122343 A (Afton Chemical Corp.), 03 July 2014 (03.07.2014), claim 1; paragraphs [0117] to [0121], [0273]; examples 7 to 8 & CN 103881789 A & EP 2746374 A2 & KR 10-2014-0081746 A & US 2014/0179577 A1 claim 1; paragraphs [0110] to [0112], [0251]; examples 7 to 8	1-6,8-10,12
X	WO 2006/120923 A1 (Idemitsu Kosan Co., Ltd.), 16 November 2006 (16.11.2006), claim 1; paragraphs [0014], [0024]; examples 24 to 26 & CN 101203588 A & EP 1881057 A1 & KR 10-2008-0025666 A & US 2009/0082232 A1 claim 1; paragraphs [0028] to [0029], [0053]; examples 24 to 26	1-6,8-10,12
A	JP 11-246841 A (Ajinomoto Co., Inc.), 14 September 1999 (14.09.1999), claims & EP 0928608 A2 & TW 225793 B & US 6528068 B1 claims 5 to 6	11
A	JP 2000-007942 A (Ajinomoto Co., Inc.), 11 January 2000 (11.01.2000), claims & EP 0928608 A2 & TW 225793 B & US 6528068 B1 claims 5 to 6	11
P,X	WO 2016/060194 A1 (Ajinomoto Co., Inc.), 21 April 2016 (21.04.2016), claims 1 to 12; paragraph [0005]; examples (Family: none)	1-15

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. A61K8/44(2006.01)i, A61Q17/04(2006.01)i, C07C233/47(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. A61K8/44, A61Q17/04, C07C233/47

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII)
CAplus/REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 50-105580 A（日本エマルジョン株式会社）1975.08.20, 特許請求の範囲、第2ページ左上欄第15行～右上欄第16行、第3ページ左下欄、表-1、第4ページ右上欄第1行～右下欄第3行、第5ページ 使用例3（ファミリーなし）	1-15
X	JP 2008-195624 A（日本エマルジョン株式会社）2008.08.28, 請求項1-5、[0001]、[0007]-[0010]、[0017]、[0073]-[0074]、実施例16、18-19、21-25、34、表1（ファミリーなし）	1-6, 8-15

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

07.04.2017

国際調査報告の発送日

18.04.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

天野 皓己

4D

5084

電話番号 03-3581-1101 内線 3421

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2012-031216 A (J X 日鉱日石エネルギー株式会社) 2012.02.16, 請求項 1、4-5、実施例 9、[0082] の「B1-3」 (ファミリーなし)	1-10, 12
X	JP 2014-122343 A (アフトン・ケミカル・コーポレーション) 2014.07.03, 請求項 1、[0117] - [0121]、[0273]、 実施例 7-8 & CN 103881789 A & EP 2746374 A2 & KR 10-2014-0081746 A & US 2014/0179577 A1, claim 1, [0110]-[0112], [0251], example 7-8	1-6, 8-10, 12
X	WO 2006/120923 A1 (出光興産株式会社) 2006.11.16, 請求項 1、[0014]、[0024]、実施例 24-26 & CN 101203588 A & EP 1881057 A1 & KR 10-2008-0025666 A & US 2009/0082232 A1, claim 1, [0028]-[0029], [0053], example 24-26	1-6, 8-10, 12
A	JP 11-246841 A (味の素株式会社) 1999.09.14, 特許請求の範囲 & EP 0928608 A2 & TW 225793 B & US 6528068 B1, claims 5-6	11
A	JP 2000-007942 A (味の素株式会社) 2000.01.11, 特許請求の範囲 & EP 0928608 A2 & TW 225793 B & US 6528068 B1, claims 5-6	11
P, X	WO 2016/060194 A1 (味の素株式会社) 2016.04.21, 請求項 1-12、 [0005]、実施例 (ファミリーなし)	1-15