

(19)日本国特許庁(JP)

## (12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7167659号

(P7167659)

(45)発行日 令和4年11月9日(2022.11.9)

(24)登録日 令和4年10月31日(2022.10.31)

(51)国際特許分類

F I

A 6 1 K	8/42 (2006.01)	A 6 1 K	8/42
A 6 1 Q	11/00 (2006.01)	A 6 1 Q	11/00
A 6 1 K	8/34 (2006.01)	A 6 1 K	8/34
A 6 1 K	8/73 (2006.01)	A 6 1 K	8/73
A 6 1 K	8/33 (2006.01)	A 6 1 K	8/33

請求項の数 4 (全19頁)

(21)出願番号 特願2018-222072(P2018-222072)  
 (22)出願日 平成30年11月28日(2018.11.28)  
 (65)公開番号 特開2020-83831(P2020-83831A)  
 (43)公開日 令和2年6月4日(2020.6.4)  
 審査請求日 令和3年6月25日(2021.6.25)

(73)特許権者 000006769  
 ライオン株式会社  
 東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号  
 (74)代理人 110002240弁理士法人英明国際特許事  
 務所  
 (72)発明者 林 貴広  
 東京都墨田区本所一丁目 3 番 7 号 ライ  
 オン株式会社内  
 (72)発明者 清水 裕之  
 東京都墨田区本所一丁目 3 番 7 号 ライ  
 オン株式会社内  
 (72)発明者 栗原 奈保  
 東京都墨田区本所一丁目 3 番 7 号 ライ  
 オン株式会社内  
 審査官 佐々木 典子

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 歯磨剤組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) N - ( 4 - シアノメチルフェニル ) - 2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキ  
 サンカルボキサミドを 0 . 0 0 0 0 1 ~ 0 . 0 1 質量 %、

(B) イソプロピルメチルフェノールを 0 . 0 1 ~ 0 . 5 質量 %

及び

(C) キサンタンガム及びカルボキシメチルセルロースナトリウムから選ばれる 1 種以上  
 の水溶性高分子物質を 1 . 6 ~ 2 . 5 質量 %

含有することを特徴とする歯磨剤組成物。

【請求項 2】

(A) 成分と (C) 成分との量比を示す (A) / (C) が、質量比として 0 . 0 0 0 0  
 0 5 ~ 0 . 0 0 6 2 5 である請求項 1 記載の歯磨剤組成物。

【請求項 3】

更に、界面活性剤、湿潤剤、粘結剤及び研磨剤から選ばれる 1 種以上を含有する請求項  
 1 又は 2 記載の歯磨剤組成物。

【請求項 4】

練歯磨である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項記載の歯磨剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

20

本発明は、口臭の抑制実感にも繋がる口腔内のネバつき感を改善する効果に優れ、かつ口腔内のすっきり感が使用後も持続する歯磨剤組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

一般的に口臭は、自覚しにくい疾患であると言われている。そのため、口腔内清掃を怠り、口臭を発症しているにもかかわらず、それを自覚していない人が存在する一方で、入念に口腔内清掃を行っており、実際に口臭がないにもかかわらず、例えば口腔内がネバついていると感じたりすることで、自分が口臭を発症しているかもしれないという不安を抱えている人も存在する。そのため、口腔用組成物、特に口臭ケア剤等には、口臭を抑制する生理的な効果に加えて、口臭不安を心理的に取り除く口臭の抑制実感も効果感として求められている。

10

【0003】

ところで、イソプロピルメチルフェノール等の殺菌成分は、口臭予防を目的にしばしば口腔用組成物に配合されているが、従来の殺菌成分を配合した口腔用組成物は、生理的に人の口腔内の口臭を抑制する効果を有するものの、口臭の抑制実感に関しては満足できず更なる改善が求められていた。

【0004】

特許文献1～5では、口腔用組成物の効果感でもあるサッパリ感を改善したり、味等の使用感を改善するために冷感剤のp-メントン-3-カルボキサミド類等を応用できることを提案し、更に殺菌成分を配合できることも開示するが、口臭の抑制実感に関して言及がなく不明である。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】特開2015-182983号公報

特開2017-214300号公報

国際公開第2016/006647号

特表2012-508741号公報

特表2014-507440号公報

【発明の概要】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、口臭の抑制実感にも繋がる口腔内のネバつき感を改善する効果に優れ、かつ口腔内のすっきり感が使用後も持続する歯磨剤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】

【0007】

本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、特定のカルボキサミド類とイソプロピルメチルフェノール及び/又はトリクロサンと特定の水溶性高分子物質とを組み合わせる歯磨剤組成物に配合すると、口腔内のネバつき感を改善し、かつ口腔内のすっきり感を使用後に比較的長時間経過しても持続させることができることを知見した。即ち、本発明では、(A)N-(4-シアノメチルフェニル)-2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキサカルボキサミド、(B)イソプロピルメチルフェノール及びトリクロサンから選ばれる1種以上、及び(C)キサンタンガム及びカルボキシメチルセルロースナトリウムから選ばれる1種以上の水溶性高分子物質を歯磨剤組成物に配合することによって、口臭の抑制実感にも繋がる口腔内のネバつき感を改善する効果に優れ、かつ口腔内のすっきり感が使用後も持続し、また、刺激が抑えられた良い使用感を付与できることを知見し、本発明をなすに至った。

40

【0008】

歯磨剤組成物にすっきりとした使用感を与えるために公知の冷感剤、例えばp-メンタ

50

ン - カルボキサミド類等と殺菌剤とを併用しても、口腔内のネバつき感やそれに伴うすっきり感不足が感じられて効果感が満足できるものではなかったが、(A)、(B)及び(C)成分を組み合わせて配合すると、口腔内のネバつき感を防止する作用が高まってネバつき感が改善し、しかも、すっきり感を与える作用が改善して持続的なすっきり感を与えることもできた。この場合、水溶性高分子物質の添加、その増量は通常、ネバつきに繋がることが多いが、本発明では、意外にも、水溶性高分子物質である(C)成分によって、口腔内のネバつき感やすっきり感を改善できた。そして、これにより、本発明では、(A)成分に代えて、清涼感付与剤として一般的なメントールを使用した場合には得ることができない、上記格別な作用効果を与えることができた。したがって、本発明の歯磨剤組成物では、使用後に口腔内のネバつき感がほとんど感じられることがなく、かつ使用して比較的長時間経過後も口腔内のすっきり感が満足に感じられ、これらによって口臭の抑制実感を高めることも期待できる。

10

このような本発明の作用効果は、(A)、(B)及び(C)成分のうちのいずれかを欠くと劣り、これら三成分の組み合わせに特異な作用効果であった。

後述の比較例に示すように、(A)、(B)及び(C)成分の中のいずれかの成分を含まない比較例1～5は、いずれも口腔内のネバつき感のなさが×であり悪かった。(A)成分を含まない比較例2、4、5では、清涼感付与剤であるメントールを含んでいても口腔内のネバつき感のなさ及び口腔内のすっきり感(60分間経過後)が両方共×であり、また、(C)成分を含まない比較例3では、水溶性高分子物質のポリアクリル酸ナトリウムを含んでいても口腔内のネバつき感のなさが×であった。これに対して、実施例に示すように、本発明の(A)、(B)及び(C)成分を含有する歯磨剤組成物は、口腔内のすっきり感(60分間経過後)及び口腔内のネバつき感のなさがいずれも又はで優れ、更には口腔内刺激のなさも良かった。

20

#### 【0009】

従って、本発明は、下記の歯磨剤組成物を提供する。

#### 〔1〕

(A) N - (4 - シアノメチルフェニル) - 2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキサンカルボキサミド、

(B) イソプロピルメチルフェノール及びトリクロサンから選ばれる1種以上及び

30

(C) キサンタンガム及びカルボキシメチルセルロースナトリウムから選ばれる1種以上の水溶性高分子物質

を含有することを特徴とする歯磨剤組成物。

#### 〔2〕

(A)成分と(C)成分との量比を示す(A)/(C)が、質量比として0.000005～0.007である〔1〕に記載の歯磨剤組成物。

#### 〔3〕

(A)成分を0.00001～0.01質量%、(B)成分を0.01～0.5質量%、(C)成分を1.4～2.5質量%含有する〔1〕又は〔2〕に記載の歯磨剤組成物。

#### 〔4〕

40

更に、界面活性剤、湿潤剤、粘結剤及び研磨剤から選ばれる1種以上を含有する〔1〕～〔3〕のいずれかに記載の歯磨剤組成物。

#### 〔5〕

練歯磨である〔1〕～〔4〕のいずれかに記載の歯磨剤組成物。

#### 【発明の効果】

#### 【0010】

本発明によれば、口腔内のネバつき感を改善する効果に優れ、かつ口腔内のすっきり感が使用後も持続し、また、刺激が抑えられた良い使用感を有する歯磨剤組成物を提供できる。この歯磨剤組成物では、高い口臭抑制実感を与えることも可能であり、口臭抑制用として好適である。

50

## 【発明を実施するための形態】

## 【0011】

以下、本発明につき更に詳述する。本発明の歯磨剤組成物は、(A) N - (4 - シアノメチルフェニル) - 2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキサンカルボキサミド、(B) イソプロピルメチルフェノール及びトリクロサンから選ばれる1種以上、(C) キサントタンガム及びカルボキシメチルセルロースナトリウムから選ばれる1種以上の水溶性高分子物質を含有する。

## 【0012】

(A) N - (4 - シアノメチルフェニル) - 2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキサンカルボキサミドは、口腔内のすっきり感を持続させる作用を奏し、また、口腔内のネバつき感を改善する作用も奏する。

10

N - (4 - シアノメチルフェニル) - 2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキサンカルボキサミドは、市販品である商品名：エバクール G - 180 (ジボダンジャパン (株) 製) を使用できる。

## 【0013】

(A) 成分の配合量は、組成物全体の0.00001 ~ 0.01% (質量%、以下同様) が好ましく、より好ましくは0.0001 ~ 0.002% である。配合量が0.00001% 以上であると、すっきり感が十分に持続し、ネバつき感も十分に改善する。0.01% 以下であると、十分に刺激が抑えられ味も良い使用感を保つことができる。

## 【0014】

20

(B) 成分はイソプロピルメチルフェノール及びトリクロサンから選ばれる1種以上であり、これらは口腔内のネバつき感を改善する作用を奏する。

なお、(B) 成分に代えて、(B) 成分以外の殺菌剤を使用すると、上記作用効果が劣る。

(B) 成分としては、イソプロピルメチルフェノール (4 - イソプロピル - 3 - メチルフェノール) 又はトリクロサンを用いればよいが、効果発現の点でイソプロピルメチルフェノール及びトリクロサンを使用することもできる。特に、口腔内のネバつき感改善の点で、イソプロピルメチルフェノールが好ましい。イソプロピルメチルフェノール、トリクロサンは、それぞれ市販品を用いることができ、例えばイソプロピルメチルフェノールは商品名：ピオゾール (大阪化成 (株) 製) を使用できる。

30

## 【0015】

(B) 成分の配合量は、組成物全体の0.01 ~ 0.5% が好ましく、より好ましくは0.1 ~ 0.5%、更に好ましくは0.1 ~ 0.3% である。配合量が0.01% 以上であると、ネバつき感が十分に改善する。0.5% 以下であると、十分に刺激が抑えられて使用感を保持できる。

## 【0016】

(C) 成分は水溶性高分子物質であり、キサントタンガム及びカルボキシメチルセルロースナトリウムから選ばれる1種以上である。(C) 成分は、口腔内のネバつき感を改善する作用を奏し、かつ、口腔内のすっきり感の持続性を向上する作用を奏する。

(C) 成分としては、特に口腔内のネバつき感改善に優れる点から、キサントタンガムを使用することが好ましい。また、効果発現の点で、キサントタンガム及びカルボキシメチルセルロースナトリウムを用いることもできる。

40

キサントタンガム、カルボキシメチルセルロースナトリウムは、それぞれ市販品を用いることができる。

## 【0017】

(C) 成分の配合量は、組成物全体の1.4 ~ 2.5% が好ましく、より好ましくは1.6 ~ 2.5% である。配合量が1.4% 以上であると、口腔内のネバつき感が十分に抑えられ、また、すっきり感の持続性が十分に向上する。2.5% 以下であると、十分に泡立ちを保持して泡質及び清掃感を維持できる。

## 【0018】

50

本発明において、(A)成分と(C)成分との量比を示す(A)/(C)は、質量比として0.000005~0.007が好ましく、より好ましくは0.00004~0.007であり、更に好ましくは0.00004~0.002である。上記範囲内であると、口腔内のネバつき感がより改善し、かつすっきり感の持続性がより向上し、また、刺激をより抑えることができる。0.000005に満たないと、口腔内のネバつき感のなさ及びすっきり感の持続性が十分に得られない場合があり、0.007を超えると刺激が十分に抑えられない場合がある。

#### 【0019】

本発明の歯磨剤組成物は、練歯磨、液体歯磨、液状歯磨、潤製歯磨等の剤型にすることが可能であるが、練歯磨として好適であり、その剤型に応じた常法によって調製することができる。この場合、上記(A)、(B)及び(C)成分に加えて、これら成分以外の通常、歯磨剤組成物に使用される公知成分を、本発明の効果を損なわない範囲で必要に応じて配合できる。任意成分として具体的には、研磨剤、(C)成分以外の粘結剤、界面活性剤、湿潤剤、甘味剤、防腐剤、香料、pH調整剤、(B)成分以外の薬効成分等が挙げられ、これら任意成分を水と混合して調製することができる。なお、これら任意成分は、必要に応じ、本発明の効果を妨げない範囲で通常量を配合すればよい。

#### 【0020】

研磨剤は、第2リン酸カルシウム・2水和塩又は無水和物、第1リン酸カルシウム、第3リン酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム等のリン酸カルシウム系化合物；沈降性シリカ、アルミノシリケート、ジルコノシリケート、チタン結合性シリカ等のシリカ系研磨剤；炭酸カルシウム等の炭酸カルシウム系研磨剤；水酸化カルシウム、水酸化アルミニウム、第3リン酸マグネシウム、炭酸マグネシウム、硫酸カルシウム、ベントナイト、ハイドロキシアパタイトが挙げられ、これらの1種又は2種以上を配合できる。これらの中では、特に沈降性シリカ、アルミノシリケート、ジルコノシリケート、チタン結合性シリカ等のケイ酸塩を主成分とするシリカ系研磨剤や炭酸カルシウム系研磨剤、とりわけ沈降性シリカ等のシリカ系研磨剤が好ましい。

沈降性シリカは、例えば、粒径が1~40 $\mu$ m、BET比表面積が1gあたり80~250平方メートルのものが好ましい。

これら研磨剤の配合量は、組成物全体の8~70%が好ましい。

#### 【0021】

また、研磨剤は顆粒であってもよく、研磨性を有する成分として、顆粒を配合できる。顆粒としては、水不溶性粉体を顆粒状に形成させた造粒粒子であり、粒状化には結合剤を用いても良い。

水不溶性粉体としては、第2リン酸カルシウム、第3リン酸カルシウム、水不溶性メタリン酸カルシウム、シリカ、水酸化アルミニウム、リン酸マグネシウム、ベンガラ、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、ゼオライト、アルミノ珪酸塩、炭酸マグネシウム、ジルコノシリケート、硫酸カルシウム等の無機粉体やこれらの混合物が挙げられ、特にシリカ顆粒、ゼオライト顆粒が好適である。

顆粒剤の体積平均粒径(メジアン径d<sub>50</sub>)は、50~500 $\mu$ mであることが好ましい。前記体積平均粒径は、粒度分布測定装置(日機装(株)製、マイクロトラック粒度分布計、分散媒；水)による測定値である。

顆粒剤の平均崩壊強度は、10~200g/個であることが好ましい。前記平均崩壊強度は、レオメーター(サンレオメーターCR-200D、サン科学社製)による、顆粒30個の自動破断強度測定値(顆粒1個を10mm/分の速度で圧縮した時に本顆粒が崩壊する時の荷重を測定した値)の平均値である。

シリカ顆粒剤としては、湿式法のゲル法シリカ、沈降法シリカが好適に用いられ、一次粒子径は3~15nm程度、好ましくは4~10nmが良好である。例えば、ゲル法で4~10nm程度に一次粒子径を成長させたシリカゲルの塊を洗浄、乾燥させた後に粉碎して平均粒径が50~500 $\mu$ mであるシリカ顆粒に分級する方法、シリカヒドロゾルを空気に噴霧させゲル化させることで顆粒を調製する方法、また、沈降法で一次粒子の成長

10

20

30

40

50

を抑えながら凝集させた後に一次粒子径を4～10nm程度に成長させることで調製する方法などが知られており、これらの方法でシリカ顆粒剤を調製できる。また、顆粒は着色したものを使用することもできる。

これら顆粒剤の配合量は、組成物全体の0.1～20%が好ましい。なお、研磨剤の総配合量は、組成物全体の8～70%がよい。

#### 【0022】

粘結剤は、例えばポリアクリル酸ナトリウム、アルギン酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン、カラギーナン、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースナトリウム、トラガントガム、カラヤガム、アラビヤガム、ローカストビーンガム、ポリビニルアルコール、カルボキシビニルポリマー、ビーガム、アルギン酸プロピレングリコール等の(C)成分以外の有機粘結剤や、増粘性シリカ、ケイ酸アルミニウム等の無機粘結剤が挙げられる。これらは1種又は2種以上を使用できる。これら粘結剤の配合量は、組成物全体の0.5～10%、特に1～8%が好ましい。

10

#### 【0023】

界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、特にアニオン性界面活性剤を使用することが好ましい。

アニオン性界面活性剤は、アルキル硫酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、水素添加ココナッツ脂肪酸モノグリセリドモノ硫酸塩、ラウリルスルホ酢酸塩、N-メチル-N-アシルタウリン塩等のN-アシルタウレート、アシルサルコシン塩、N-アシル-L-グルタミン酸塩等のアシルアミノ酸塩が挙げられる。これらは1種又は2種以上で使用できる。中でも、泡立ち、泡質の良さの点で、スルホン酸基を含有するアニオン性界面活性剤が好ましく、より好ましくはアルキル硫酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩である。前記塩は、ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩等が挙げられ、特にナトリウム塩が好ましい。

20

アルキル硫酸塩は、アルキル基の炭素数が好ましくは12～14であり、具体的には、アルキル硫酸塩としてラウリル硫酸ナトリウム、ミリストイル硫酸ナトリウムが挙げられる。

$\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩は、炭素数が14～16の $\alpha$ -オレフィンスルホン酸のナトリウム、カリウム等のアルカリ金属塩を用いることができ、中でも炭素数14の $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、特にナトリウム塩(一般名; テトラデセンスルホン酸ナトリウム)が好ましい。これらは口腔用製剤に使用可能な市販品を入手することができ、例えばライオン・スペシャリティ・ケミカルズ(株)製の商品名「KリボランP」-400CJ」を使用し得る。

30

界面活性剤、特にアニオン性界面活性剤の配合量は、組成物全体の0.6～2.5%、特に1～2.5%が好ましい。

#### 【0024】

湿潤剤は、ソルビット、エリスリトール、トリメチルグリシン、還元でんぷん糖化物等の糖アルコール、グリセリン、プロピレングリコール、平均分子量200～6,000(医薬部外品原料規格2006記載の平均分子量)のポリエチレングリコール、エチレングリコール、1,3-ブチレングリコール等の多価アルコールが挙げられ、これらの1種を単独で又は2種以上を配合できる。湿潤剤の配合量は、組成物全体の10～70%が好ましい。

40

#### 【0025】

甘味剤は、サッカリンナトリウム、ステビオサイド、ステビアエキス、パラメトキシシンナミックアルデヒド、ネオヘスペリジルジヒドロカルコン、ペリラルチン、グリチルリチン、ソーマチン、アスパラチルフェニルアラニンメチルエステル等が挙げられる。

防腐剤は、パラオキシ安息香酸エステル、安息香酸ナトリウム等が挙げられる。

#### 【0026】

香料は、公知の香料、例えばメントール、アネトール、カルボン、オイゲノール、リモネン、n-デシルアルコール、シトロネロール、 $\alpha$ -テルピネオール、シトロネリルアセ

50

テート、シネオール、リナロール、エチルリナロール、ワニリン、チモール、スペアミント油、ペパーミント油、レモン油、オレンジ油、セージ油、ローズマリー油、桂皮油、ピメント油、桂葉油、シソ油、冬緑油、丁字油、ユーカリ油等が挙げられる。

#### 【 0 0 2 7 】

pH調整剤は、クエン酸、乳酸等の有機酸やその塩類や、塩酸、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸水素二ナトリウム、リン酸二水素ナトリウム等の無機化合物が挙げられる。

#### 【 0 0 2 8 】

薬効成分は、フッ化ナトリウム、モノフルオロリン酸ナトリウム等のフッ素含有化合物、デキストラナーゼ、アミラーゼ、プロテアーゼ、ムタナーゼ等の酵素；トラネキサム酸、イブシロンアミノカプロン酸、アルミニウムクロロヒドロキシアラントイン、アズレン、グリチルリチン酸塩、グリチルレチン酸塩等の抗炎症剤；塩化ナトリウム、ビタミン類等の細胞賦活剤；塩化ベンザルコニウム、ヒノキチオール、塩化リゾチーム、塩化セチルピリジニウム等の（B）成分以外の殺菌剤；銅クロロフィル、グルコン酸銅等の水溶性銅化合物；ゼオライト等の歯石予防剤；ビタミンE等の血行促進剤；アラニン、グリシン、プロリン等のアミノ酸類が挙げられる。なお、薬効成分は、本発明の効果を妨げない範囲で有効量を配合できる。

#### 【 0 0 2 9 】

更に、任意成分として、雲母チタン、酸化チタン、ベントナイト等の無機化合物；結晶性セルロース等のセルロース系の有機粉末；寒天、ゼラチン、デンプン、グルコマンナン等の天然高分子化合物；ポリ酢酸ビニル、アクリル、ポリウレタン、ポリエステル、ポリ塩化ビニル、ナイロン末、ポリエチレン末等の合成高分子化合物又はそれらの共重合体；カルナバワックス、ロジン、ライスワックス、マイクロクリスタリンワックス、ミツロウ、パラフィンワックス等のワックス類；セタノール、ステアリルアルコール等の高級アルコール；ポリイソブチレン、ポリブタジエン、ポリウレタン、シリコーン、天然ゴムを、本発明の効果を妨げない範囲で配合することができる。

#### 【 実施例 】

#### 【 0 0 3 0 】

以下、実施例及び比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。なお、下記の例において％は特に断らない限りいずれも質量％を示す。

#### 【 0 0 3 1 】

##### 〔 実施例、比較例 〕

表1～5に示す組成の歯磨剤組成物（練歯磨）を常法によって調製し、これらをサンプルとして使用し、下記方法で使用感（口腔内のネバつき感のなさ及びすっきり感）を評価し、更に、表1～4の歯磨剤組成物については口腔内刺激のなさも評価した。結果を表1～5に併記した。

#### 【 0 0 3 2 】

##### 使用感の評価方法

被験者9名による使用感評価を下記方法によって行った。

歯ブラシ（クリニカアドバンテージ歯ブラシ、4列コンパクトふつう、ライオン（株）製）にサンプルの歯磨剤組成物を1gのせ、3分間歯みがきを行った後、10mLの水で1回洗口した。

使用直後の口腔内のネバつき感のなさ（ネバつきがなくなった感じ）、使用して60分間経過後の口腔内のすっきり感、使用直後の口腔内刺激のなさ（刺激感のなさ）について、それぞれ下記の評点基準によって判定した。9名の平均点を求め、それぞれ下記の評価基準で評価した。

#### 【 0 0 3 3 】

< 口腔内のネバつき感のなさ >

評点基準

- 5 : ネバつきを全く感じなかった
- 4 : ネバつきをほとんど感じなかった
- 3 : ネバつきをあまり感じなかった
- 2 : ネバつきを感じた
- 1 : ネバつきを強く感じた

評価基準

- : 平均点が 4 点以上
- : 平均点が 3 点以上 4 点未満
- × : 平均点が 3 点未満

【 0 0 3 4 】

10

< 口腔内のすっきり感 ( 6 0 分間経過後 ) >

評点基準

- 5 : すっきり感を非常に感じた
- 4 : すっきり感を感じた
- 3 : すっきり感をやや感じた
- 2 : すっきり感をあまり感じなかった
- 1 : すっきり感を全く感じなかった

評価基準

- : 平均点が 4 点以上
- : 平均点が 3 点以上 4 点未満
- × : 平均点が 3 点未満

20

【 0 0 3 5 】

< 口腔内刺激のなさ >

評点基準

- 5 : 刺激を全く感じなかった
- 4 : 刺激をほとんど感じなかった
- 3 : 刺激をあまり感じなかった
- 2 : 刺激をやや感じた
- 1 : 刺激を感じた

評価基準

- : 平均点が 4 点以上
- : 平均点が 3 点以上 4 点未満
- × : 平均点が 3 点未満

30

【 0 0 3 6 】

使用原料の詳細を下記に示す。

- ( A ) N - ( 4 - シアノメチルフェニル ) - 2 - イソプロピル - 5 - メチルシクロヘキサンカルボキサミド 商品名 : エバクール G - 1 8 0、ジボダンジャパン ( 株 ) 製
- ( B ) イソプロピルメチルフェノール 商品名 : ピオゾール、大阪化成 ( 株 ) 製
- ( B ) トリクロサン 商品名 : I R G A S A N D P 3 0 0、B A S F 社製
- ( C ) キサンタンガム 商品名 : モナートガム D A、C P ケミカル社製
- ( C ) カルボキシメチルセルロースナトリウム 商品名 : C M C 1 2 6 0、ダイセルファインケム ( 株 ) 製

40

下記の実施例及び比較例では、香料として、表 6 ~ 1 4 に示す香料組成物 A を使用したが、香料組成物 A に代えて香料組成物 B ~ P を各々使用しても同様の結果であった。

【 0 0 3 7 】



【表 1】

組成(%)	実施例				
	1	2	3	4	5
(A)N-(4-シアノメチルフェニル)-2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキサカルボキシミド	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
(B)イソプロピルメチルフェノール	0.01	0.02	0.1	0.3	0.5
(C)キサンタンガム	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
ポリアクリル酸ナトリウム	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
増粘性シカ	4	4	4	4	4
研磨性シカ	15	15	15	15	15
フッ化ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
ソルビット液(70%)	30	30	30	30	30
プロピレングリコール	3	3	3	3	3
サッカリンナトリウム	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
香料	1	1	1	1	1
水	残	残	残	残	残
計	100	100	100	100	100
(A)/(C) 質量比	0.0000625	0.0000625	0.0000625	0.0000625	0.0000625
口腔内のネバつき感のなさ	○	○	◎	◎	◎
口腔内のすっきり感(60 分間経過後)	◎	◎	◎	◎	◎
口腔内刺激のなさ	◎	◎	◎	◎	○

【 0 0 3 8 】

【表 2】

組成(%)	実施例			
	6*	7*	8*	9*
(A)N-(4-シアノメチルフェニル)-2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキサンカルボキサミド	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
(B)トリクロサン	0.01	0.02	0.1	0.5
(C)キサンタンガム	1.6	1.6	1.6	1.6
ポリアクリル酸ナトリウム	0.3	0.3	0.3	0.3
増粘性シカ	4	4	4	4
研磨性シカ	15	15	15	15
フッ化ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	1.5	1.5	1.5
ソルビット液(70%)	30	30	30	30
プロピレングリコール	3	3	3	3
サッカリンナトリウム	0.15	0.15	0.15	0.15
香料	1	1	1	1
水	残	残	残	残
計	100	100	100	100
(A)/(C) 質量比	0.0000625	0.0000625	0.0000625	0.0000625
口腔内のネバつき感のなさ	○	○	○	◎
口腔内のすっきり感(60分間経過後)	◎	◎	◎	◎
口腔内刺激のなさ	◎	◎	◎	○

\* ; 参考例

【 0 0 3 9 】

10

20

30

40

50

【表 3】

組成(%)	実施例			
	10	11	12	13
(A)N-(4-シアノメチルフェニル)-2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキサンカルボキサミド	0.00001	0.00005	0.002	0.01
(B)イソプロピルメチルフェノール	0.1	0.1	0.1	0.1
(C)キサンタンガム	1.6	1.6	1.6	1.6
ポリアクリル酸ナトリウム	0.3	0.3	0.3	0.3
増粘性シカ	4	4	4	4
研磨性シカ	15	15	15	15
フッ化ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	1.5	1.5	1.5
ソルビット液(70%)	30	30	30	30
プロピレングリコール	3	3	3	3
サッカリンナトリウム	0.15	0.15	0.15	0.15
香料	1	1	1	1
水	残	残	残	残
計	100	100	100	100
(A)/(C) 質量比	0.00000625	0.00003125	0.00125	0.00625
口腔内のネバつき感のなさ	○	○	◎	◎
口腔内のすつきり感(60 分間経過後)	○	○	◎	◎
口腔内刺激のなさ	◎	◎	◎	○

【 0 0 4 0 】

【表 4】

組成(%)	実施例			
	14	15*	16	17
(A)N-(4-シアノメチルフェニル)-2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキサンカルボキシミド	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
(B)イソプロピルメチルフェノール	0.1	0.1	0.1	0.1
(C)キサンタンガム	—	1.4	2.5	1.2
(C)カルボキシメチルセルロースナトリウム	1.6	—	—	0.5
ポリアクリル酸ナトリウム	0.3	0.3	0.3	0.3
増粘性シカ	4	4	4	4
研磨性シカ	15	15	15	15
フッ化ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	1.5	1.5	1.5
ソルビット液(70%)	30	30	30	30
プロピレングリコール	3	3	3	3
サッカリンナトリウム	0.15	0.15	0.15	0.15
香料	1	1	1	1
水	残	残	残	残
計	100	100	100	100
(A)/(C) 質量比	0.0000625	0.000071	0.00004	0.0000588
口腔内のネバつき感のなさ	◎	○	◎	◎
口腔内のすっきり感(60分間経過後)	◎	◎	◎	◎
口腔内刺激のなさ	◎	◎	◎	◎

\* ; 参考例

【 0 0 4 1 】

【表 5】

組成(%)	比較例				
	1	2	3	4	5
(A)N-(4-シアノメチルフェニル)-2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキサンカルボキシミド	0.0001	－	0.0001	－	－
メントール(比較品)	－	－	－	0.0001	0.01
(B)イソプロピルメチルフェノール	－	0.1	0.1	0.1	0.1
(C)キサンタンガム	1.6	1.6	－	1.6	1.6
ポリアクリル酸ナトリウム	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
増粘性シカ	4	4	4	4	4
研磨性シカ	15	15	15	15	15
フッ化ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
ソルビット液(70%)	30	30	30	30	30
プロピレングリコール	3	3	3	3	3
サッカリンナトリウム	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
香料	1	1	1	1	1
水	残	残	残	残	残
計	100	100	100	100	100
(A)/(C) 質量比	0.0000625	－	－	－	－
口腔内のネバつき感のなさ	×	×	×	×	×
口腔内のすっきり感(60 分間経過後)	◎	×	○	×	×

【 0 0 4 2 】

【表 6】

組成(%)	香料組成物															
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P
ペパーミント油	50	5	15	1	1	5	1	20	5	5	1	1	5	5	5	1
ペパーミント精製油 (前溜部 20%カット)	5	30	1	5	5	5	1	5	5	1	15	15	25	25	25	1
ペパーミント精製油 (前溜部・後溜部 15%カット)	5	25	1	5	5	5	1	5	5	1	10	10	15	15	15	1
スぺアミント油	1	1	30	1	1	5	1	1	1	5	1	1	1	1	1	1
スぺアミント精製油 (前溜部 20%カット)	1	1	20	1	1	5	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
和種ハッカ油	1	1	1	25	1	1	1	1	10	1	1	1	1	1	1	1
和種ハッカ精製油 (前溜部 30%カット)	1	1	1	20	1	1	1	1	10	1	1	1	1	1	1	1
メントール	10	10	5	10	55	30	30	20	30	20	30	30	10	10	10	5
カルボン	1	1	1	1	1	20	1	1	1	5	1	1	1	1	1	1
1,8-シネオール	1	1	1	1	1	1	20	1	1	1	1	1	1	1	1	1
アネオール	5	1	5	1	5	1	20	5	1	1	1	1	1	1	1	1
シンナミックアルデヒド	1	1	1	1	1	1	1	20	1	10	1	1	1	1	1	1
オイゲノール	1	1	1	1	1	1	1	1	10	1	1	1	1	1	1	1
メチルサリシレート	1	1	1	1	1	1	1	1	1	30	1	1	1	1	1	1
フレーバー 1(表 7)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
フレーバー 2(表 8)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	20	1	1	1	1	1
フレーバー 3(表 9)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	20	1	1	1	1
フレーバー 4(表 10)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	20	1	1	1
フレーバー 5(表 11)	1	5	0.1	10	5	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
フレーバー 6(表 12)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	20	1	10
フレーバー 7(表 13)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	20	20
溶剤(表 14)	残	残	残	残	残	残	残	残	残	残	残	残	残	残	残	残
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

【 0 0 4 3 】

10

20

30

40

50

【表 7】

フレーバー 1	質量部
リナロール	1
メンソフラン	1
アネトール	1
メントン	1
メンチルアセテート	1
合計	5

10

【 0 0 4 4 】

【表 8】

フレーバー 2	質量部
オレンジ油	1
オレンジ精製油(前溜部 80%カット)	1
レモン油	1
レモン精製油(前溜部 95%カット)	1
ライム油	1
マンダリン油	1
柚子油	1
シト랄	1
デカナル	1
合計	9

20

【 0 0 4 5 】

30

40

50

【表 9】

フレーバー 3	質量部
アニス油	1
ユーカリ油	1
カシア油	1
クローブ油	1
タイム油	1
セージ油	1
カルダモン油	1
コリアンダー油	1
ローズマリー油	1
ローレル油	1
カモミル油	1
キャラウェイ油	1
バジル油	1
合計	13

10

20

【 0 0 4 6 】

【表 1 0】

フレーバー 4	質量部
ウインターグリーン油	1
マスチック油	1
ラベンダー油	1
ネロリ油(オレンジフラワー油)	1
レモングラス油	1
ジャスミン油	1
ローズ油	1
イリス油	1
バニラ	1
合計	9

30

40

【 0 0 4 7 】

50



【表 1 1】

フレーバー 5	質量部
メンチルラクテート	1
3-トメントキシプロパン-1,2-ジオール	1
メンチルグリセリルエーテル	1
オランダセンニチ抽出物(スピラントール 70%含有)	1
メンチルサクシネート	1
リナロールオキサイト	1
バニリルブチルエーテル	1
イソプレノール	1
トウガラシ抽出物	1
ジンジャー抽出物	1
ペッパー抽出物	1
合計	11

10

20

【 0 0 4 8 】

【表 1 2】

フレーバー 6	質量部
マルトール	1
エチルマルトール	1
バニリン	1
エチルバニリン	1
フラネオール	1
エチルシクロペンテノン	1
3-ヒドロキシ-4,5-ジメチルフラン-2-オン	1
シクロテン	1
2-メチルブチリクアシッド	1
アセチクアシッド	1
プロピオニックアシッド	1
合計	11

30

40

【 0 0 4 9 】

50

【表 1 3】

フレーバー 7	質量部
p-メトキシシナミックアルデヒド	1
シス-3-ヘキセノール	1
トランス-2-ヘキセノール	1
ウンデカラクトン	1
デカラクトン	1
エチルブチレート	1
イソアミルアセテート	1
ヘンズアルデヒド	1
ヘキシルアセテート	1
エチル-2-メチルブチレート	1
ヘンジールアルコール	1
$\alpha$ -テルピネオール	1
リナリルアセテート	1
フェニルエチルグリシデート	1
フェニルエチルアルコール	1
アリルヘキサノエート	1
オクタノール	1
メチルシナメート	1
メチルヘプチンカーボネート	1
ヨノン	1
エチル- $\beta$ -メチルチオプロピオネート	1
シス-6-ノネノール	1
7-メチル-3,5-ジヒドロ-2H-ベンゾシオキセピン-3-オン	1
メチルジャスモネート	1
合計	24

10

20

30

【0 0 5 0】

【表 1 4】

溶剤	質量部
エタノール	1
プロピレングリコール	1
グリセリン脂肪酸エステル	1
中鎖脂肪酸トリグリセリド	1
合計	4

40

50

---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特表 2 0 1 2 - 5 0 8 7 4 1 ( J P , A )  
特開 2 0 0 3 - 1 3 7 7 5 5 ( J P , A )  
特表 2 0 1 4 - 5 0 5 1 0 1 ( J P , A )  
特開 2 0 1 7 - 2 1 4 3 0 0 ( J P , A )

(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)

A 6 1 K 8 / 0 0 - 8 / 9 9 、  
3 1 / 0 0 - 3 1 / 3 2 7  
A 6 1 Q 1 / 0 0 - 9 0 / 0 0  
A 6 1 P 1 / 0 2  
M i n t e l G N P D