

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3640959号
(P3640959)

(45) 発行日 平成17年4月20日(2005.4.20)

(24) 登録日 平成17年1月28日(2005.1.28)

(51) Int. Cl.⁷

F I

A 6 1 K 7/42

A 6 1 K 7/42

A 6 1 K 7/06

A 6 1 K 7/06

請求項の数 6 (全 11 頁)

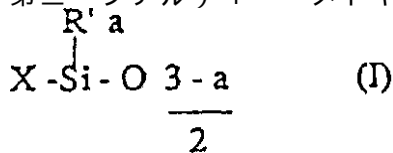
(21) 出願番号	特願平6-507853	(73) 特許権者	ロレアル
(86) (22) 出願日	平成5年9月15日(1993.9.15)		フランス国エフ — 75008 パリ,
(65) 公表番号	特表平8-504184		リュ ロワイヤル, 14
(43) 公表日	平成8年5月7日(1996.5.7)	(74) 代理人	弁理士 浅村 皓
(86) 国際出願番号	PCT/FR1993/000886	(74) 代理人	弁理士 浅村 肇
(87) 国際公開番号	W01994/006404	(74) 代理人	弁理士 長沼 暉夫
(87) 国際公開日	平成6年3月31日(1994.3.31)	(74) 代理人	弁理士 歌門 章二
審査請求日	平成12年9月8日(2000.9.8)	(72) 発明者	ハンセンヌ, イザベル
(31) 優先権主張番号	92/11099		フランス国エフ — 75017 パリ,
(32) 優先日	平成4年9月17日(1992.9.17)		リュ レジェンドル, 156-158
(33) 優先権主張国	フランス (FR)		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 A紫外線濾光剤とベンゾトリアゾールシリコーン型ポリマー濾光剤とを含有する光安定性の濾光用化粧品組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

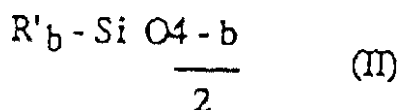
少くとも一つの油脂相を含む化粧品として許容できる媒体中に、0.5~4重量%の4-(第三-ブチル)4-メトキシジベンゾイルメタンと0.1~20重量%の、式



(式中、R¹ はC₁~C₃₀の飽和もしくは不飽和炭化水素基、C₁~C₈ハロゲン化炭化水素基またはトリメチルシリルオキシ基を表わし、aは1または2であり、Xは-A-Yであり、Aは少くとも2個の炭素原子を含み、必要なら一つ以上の酸素原子を含む脂肪族または芳香族の2価の炭化水素基を表わし、Yは一つまたは二つの芳香環上に一つ以上のC₁~C₈アルキル、C₂~C₈アルケニル、ハロゲン、アルコキシ、カルボキシ、ヒドロキシまたはアミノ置換基を必要に応じて有する2-(2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール残基を表わす)の単位を少くとも一つ含むベンゾトリアゾールシリコーン型の濾光性ポリマーとを含み、またベンゾトリアゾールシリコーンと4-(第三-ブチル)-4-メトキシジベンゾイルメタンとの重量比が1~10であることを特徴とする、波長280~380nmの範囲の紫外線から皮膚および毛髪を保護するための光安定性の濾光性化粧品組成物。

【請求項2】

ベンゾトリアゾールシリコーンが、式(I)の単位に加えて式



(式中、R は請求の範囲第1項におけるのと同じ意味をもち、bは1、2または3の整数であり、基Rの少なくとも40%はメチル基である)の単位を含む請求の範囲第1項記載の組成物。

【請求項3】

1,4-〔ジ(3-メチリデン10-カンホスルホン)〕酸、2-フェニルベンズイミダゾール-5-スルホン酸および2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸またはこれらの塩のうちから選択され、水性相中に存在する水溶性紫外線濾光剤を含有する、イオン性または非イオン性の両親媒性脂質のエマルジョンまたは小胞分散体の形の、請求の範囲第1項又は第2項に記載の組成物。

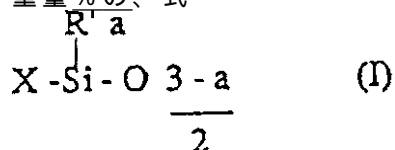
10

【請求項4】

油脂相および(または)水性相の中に分散された金属酸化物のナノ顔料をさらに含む、請求の範囲第1項から第3項のいずれか1項に記載の組成物。

【請求項5】

0.5~4重量%の4-(第三-ブチル)-4-メトキシジベンゾイルメタンに、0.1~20重量%の、式



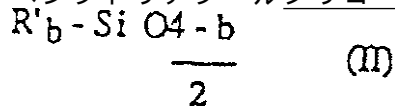
20

(式中、RはC₁~C₃₀の飽和もしくは不飽和炭化水素基、C₁~C₈ハロゲン化炭化水素基またはトリメチルシリルオキシ基を表わし、aは1または2であり、Xは-A-Yであり、Aは少なくとも2個の炭素原子を含み、必要なら一つ以上の酸素原子を含む脂肪族または芳香族の2価の炭化水素基を表わし、Yは一つまたは二つの芳香環上に一つ以上のC₁~C₈アルキル、C₂~C₈アルケニル、ハロゲン、アルコキシ、カルボキシ、ヒドロキシまたはアミノ置換基を必要に応じて有する2-(2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール残基を表わす)の単位を少なくとも一つ含むベンゾトリアゾールシリコーン型の濾光性ポリマーとを添加することからなり、ベンゾトリアゾールシリコーンと4-(第三-ブチル)-4-メトキシジベンゾイルメタンとの重量比が1~10であることを特徴とする、4-(第三-ブチル)-4-メトキシジベンゾイルメタンを紫外線に対して安定化する方法。

30

【請求項6】

ベンゾトリアゾールシリコーンが、式(I)の単位に加えて、式



(式中、R は請求の範囲第1項におけるのと同じ意味をもち、bは1、2または3の整数であり、基Rの少なくとも40%はメチル基である)の単位を含む請求の範囲第5項記載の方法。

40

【発明の詳細な説明】

本発明は、A紫外線濾光剤とベンゾトリアゾールシリコーンとを含有する、皮膚および毛髪を紫外線から保護するための光安定性の香粧品組成物、皮膚および毛髪を紫外線から保護するためにこの組成物を使用することならびにベンゾトリアゾールシリコーンによりA紫外線濾光剤を安定化する方法に関する。

波長280~400nmの光線がヒトの表皮の褐色化を惹起し得ることおよびB紫外線の名称で知られる波長280~320nmの光線が紅疹および皮膚の日焼けを惹起しまたこれらはブロンズ色の日焼けをつくるのを阻害するおそれがあることが知られており、従ってこのB紫外線は濾光されるべきである。

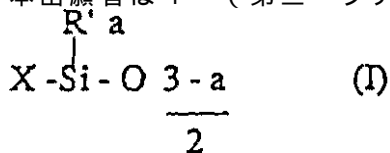
50

同様に、皮膚の褐色化を惹起する波長320nm～400nmのA紫外線は、敏感な皮膚または日光に継続的に曝される皮膚の場合は特に、皮膚の変化を誘発しうることも知られている。A - 紫外線は特に皮膚の弾力性の低下およびしわの発生を惹起し、これらは早すぎる老化につながる。A - 紫外線は紅疹反応の開始を促進しあるいはある種の患者の紅疹反応を増強し、また光毒性または光アレルギー性反応のもとにさえなりうる。従ってA - 紫外線もまた濾光するのが好ましい。

フランス特許第2,440,993号明細書は、A - 紫外線濾光剤として4 - (第三 - ブチル) 4 - メトキシジベンゾイルメタンを記載している。波長280～380nmの紫外線をまとめて吸収するために、特に、ジボーダン社により「PARSOL1789」の名で発売のA - 紫外線濾光剤を種々のB - 紫外線濾光剤と組み合わせることが提案されている。

このA - 紫外線濾光剤を単独でまたはB - 紫外線濾光剤と合わせて使用する場合、A紫外線濾光剤は長期間の日光への曝露に際して皮膚を恒常的に保護するのを保証するのに十分な光化学的安定性を残念ながら有さない。このため、紫外線から皮膚を効果的に保護しようと望むならば規則的なかつ近接した間隔でのA紫外線濾光剤の適用が必要になる。

本出願者は4 - (第三 - ブチル) 4 - メトキシジベンゾイルメタンを式



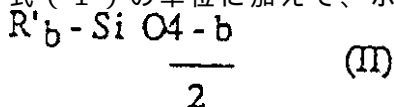
(式中、R はC₁～C₃₀の飽和もしくは不飽和炭化水素基、C₁～C₈ハロゲン化炭化水素基またはトリメチルシリルオキシ基を表わし、aは1または2であり、Xは-A-Yであり、Aは少なくとも2個の炭素原子を含み、必要なら一つ以上の酸素原子を含む脂肪族または芳香族の2価の炭化水素基を表わし、Yは一つまたは二つの芳香環上に一つ以上のC₁～C₈アルキル、C₂～C₈アルケニル、ハロゲン、アルコキシ、カルボキシ、ヒドロキシまたはアミノ置換基を一つ以上必要に応じて有する2 - (2 - ヒドロキシフェニル) ベンゾトリアゾール残基を表わす)の単位を少なくとも一つ含むベンゾトリアゾールシリコン型の濾光性ポリマーと規定の割合および重量比で組み合わせることにより、4 - (第三 - ブチル) 4 - メトキシジベンゾイルメタンの満足すべき光化学的安定性が得られることを見出した。従って、波長280nm～380nmの紫外線からヒトの表皮および毛髪を保護する安定性のある組み合わせが利用できる。

さらにこのような組み合わせは、これを含む濾光組成物に対して、良好なA - 紫外線中での保護指数および良好な日光保護係数に加えて、適用時の粘着作用および浸透後の最終的な油ぎった外観に関して改善された香粧品特性、水に対する良好な残留効果つまり悪天候の際の、特にシャワーまたは水浴後の保護指数の安定性を与える。

A - 紫外線中での保護指数および日光保護係数(SPF)はB,L,DIFFEYらによってJ.Soc.Cosmet.Chem.40 - 127 - 133 (1989)に記載されている試験管中での方法を用いて測定される。

この方法は波長290～300nmの範囲にわたって5nmおきに単色光保護係数を測定しそしてこれらの係数から日光保護係数を算出することからなる。

式(I)の単位に加えて、ポリマー濾光剤は式



(式中、R は式(I)と同じ意味をもち、bは1、2または3の整数である)の単位を含んでよい。

炭化水素基としてC₁～C₃₀アルキル基、C₂～C₃₀アルケニル基、シクロアルキル基または芳香族基例えばフェニルまたはトリル基をあげることができる。

ハロゲン化炭化水素基として3,3,3 - トリフルオロプロピル基をあげることができる。

式(I)そして必要なら式(II)からなるポリマー濾光剤においては、基R の数の少なくとも40%はメチル基である。(I)および(II)の単位の全体の数は250以下であるのが

望ましくまた特に2～50の範囲にある。

シロキサン鎖をもつこのようなポリマー濾光剤はヨーロッパ特許第388,218号および第392,883号明細書中に特に記載されている。

使用する濾光剤はその親油性のために、少くとも一つの油脂相を含むあるいは脂質の小胞の水性分散体の形をとる媒体中に均一に分配されるので、効果的保護膜を形成するために皮膚上に適用されうる。

従って本発明は、波長280～380nmの範囲の紫外線から皮膚または毛髪を保護し、また少くとも一つの油脂相を含有する化粧品として許容できる媒体中に、0.5～4重量%の4-(第三-ブチル)4-メトキシジベンゾイルメタンと0.1～20重量%、望ましくは0.5～15重量%の前記に規定するときベンゾトリアゾールシリコーンとを含有し、ベンゾトリアゾールシリコーンと4-(第三-ブチル)4-メトキシジベンゾイルメタンとの重量比が1～10である光安定性の化粧品組成物を目的とする。

10

この比率の上限は本組成物中で使用される油脂相中へのまたは小胞の分散体中に存在する脂質相中への濾光剤の溶解度によって決まる。

本発明は前記に規定したとき化粧品組成物を有効量、皮膚または毛髪に適用することからなる、波長が280～380nmの範囲の紫外線から皮膚または毛髪を保護するためにこれらを化粧品処理する方法も目的とする。

本発明の他の目的は、前記に規定したときベンゾトリアゾールシリコーンにより紫外線に対して4-(第三-ブチル)4-メトキシジベンゾイルメタンを安定化する方法からなり、この方法においては0.5～4重量%の4-(第三-ブチル)4-メトキシジベンゾイルメタンを安定化するために0.1～20重量%の前記に規定するベンゾトリアゾールが使用され、ベンゾトリアゾールシリコーンと4-(第三-ブチル)4-メトキシジベンゾイルメタンとの重量比は1～10である。

20

本発明の化粧品組成物は、日焼防止組成物またはメーキャップ製品のようなヒトの皮膚または毛髪を紫外線から保護する組成物として使用できる。

本組成物は特に、ローション、増粘ローション、ゲル、油、小胞分散体、クリームまたは乳液のようなエマルジョン、粉末、棒状固体の形をとってよくまた必要ならエアゾルとして包装されまたムースまたはスプレーの形をとってよい。

本組成物は、普通に使用する化粧品補助剤例えば、油脂性物質、有機溶媒、シリコーン、増粘剤、緩和剤、消泡剤、水和剤、香料、保存剤、陰イオン、陽イオン、非イオン、両性界面活性剤またはこれらの混合物、増量剤、金属イオン封鎖剤、陰イオン、陽イオン、非イオン、両性ポリマーまたはこれらの混合物、推進剤、アリカル剤または酸性剤、染料、100nm～20,000nmの粒度の金属酸化物顔料例えば酸化鉄、あるいは香料品中に通常使用する他のあらゆる成分を含有してよい。

30

油脂性物質は油もしくはロウまたはこれらの混合物、脂肪酸、そのエステル、脂肪族アルコール、ワセリン、パラフィン、ラノリン、水素化ラノリン、アセチル化ラノリンからなるとよい。

油は動物性、植物性、鉱物性油または合成油特に水素化パーム油、水素化リシン油、ワセリン油、パラフィン油、パーセリン油、シリコーン油およびイソパラフィンのうちから選択する。

40

ロウは動物性、化石性、植物性、鉱物性ロウまたは合成ロウのうちから選択する。特に密ロウ、カルナウバロウ、カンデリラロウ、蔗糖のロウ、木ロウ、地ロウ、モンタンロウ、微晶ロウ、パラフィン、シリコーンのロウおよびシリコーンの樹脂をあげることができる。

本発明の組成物は油脂相および(または)水性相中に分散した金属酸化物のナノ顔料も含有してよい。

本組成物は他の親油性の紫外線濾光剤特にB紫外線濾光剤も含有してよい。

本発明の組成物は、既知の方法に従って製造されるイオン性または非イオン性の両親媒性脂質の小胞の分散液の形をとってよい。例えばJ.mol.Biol.13巻(1965年)、238頁のBANGHAM、STANDISHおよびWATKINSの文献中または本出願人のFR-2,315,991号および第2,416,0

50

08号明細書中に記載のごとく、分散された小球を形成するために、脂質を水性媒体中で膨潤させることができる。INSERM出版社のJohn Libbery Eurofext (1987年) 6 ~ 18ページの「Les liposomes en biologie Cellulaire et pharmacologie」中に種々な製造方法に関する記述を見出すことができよう。

本組成物がエマルジョンまたは小胞分散体の形をとる場合、水性相は水溶性紫外線濾光剤例えばベンゼン1,4-〔ジ(3-メチリデン10-カンホスルホン)〕酸、2-フェニルペンズイミダゾール5-スルホン酸または2-ヒドロキシ4-メトキシベンゾフェノン5-スルホン酸を含有してよく、これらの酸は塩の形であってもよい。

エアゾルとして包装される組成物の場合、アルカン、フルオロアルカンおよびクロロフルオロアルカンのような標準的な推進剤を使用する。

本発明の化粧品組成物を、紫外線からヒトの表皮を保護するためにまたは日焼防止剤として使用する場合、組成物は溶媒または油脂性物質中のサスペンションまたは分散体の形、小胞分散体、油の形、あるいはクリームまたは乳液のようなエマルジョンの形、ポマード状物、ゲル、固形棒状物またはエアゾルムースの形をとってよい。

本発明の化粧品組成物を毛髪の保護に使用する場合、組成物はシャンプー、ローション、ゲル、エマルジョン、小胞分散体、毛髪用ラッカーの形をとってよく、また例えば、シャンプーの前または後、染毛または脱色の前または後、パーマメントまたはカール除去の前、それらの最中または後にそれぞれ適用するリンス用組成物、整髪用または処理用のローションまたはゲル、ブラシ掛け用またはセット用のローションまたはゲル、毛髪のパーマメントまたはカール除去、染毛または脱色のための組成物であってもよい。

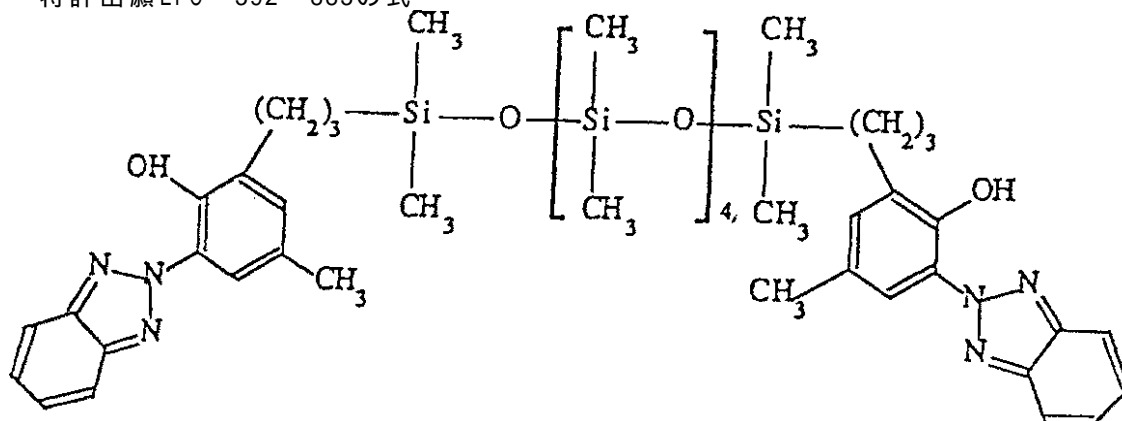
本組成物をまつげ、眉毛または皮膚のためのメーキャップ製品例えば表皮手入れクリーム、ファンデーション、口紅、アイシャドー、頬紅、マスカラまたは「アイライナー」とも称するライナーとして使用する場合、組成物は固体状または無水もしくは水性のペースト状であってもよく、例えば水中油エマルジョンまたは油中水エマルジョン、小胞分散体またはサスペンションの形をとってよい。

本発明は限定的でない以下の諸例によって一層良く例解されよう。

例 1

以下の組成の日焼防止用の水中油エマルジョンを調製する。

- ・ 4 - 第三 - ブチル 4 - メトキシジベンゾイルメタン 2g
- ・ 特許出願EPO 392 883の式



を有する、2-(3-トリメチレン-2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾールでグラフトされたポリジメチルシロキサン 6g

- ・ ヘンケル社により「SINNOWAX A0」の名で発売のセチルステアリルアルコールとエチレンオキサイド33モルでオキシエチレン化されたセチルステアリルアルコールとの混合物

7g

- ・ 自己乳化性のないグリコールのモノステアレートとジステアレートとの混合物

2g

- ・ セチルアルコール 1.5g

- ・ ダウコーニング社によりDC200-350CSTの名で発売のポリジメチルシロキサン

10

20

30

40

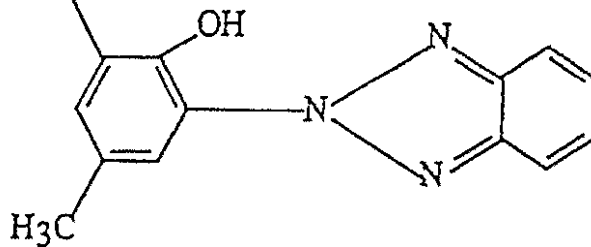
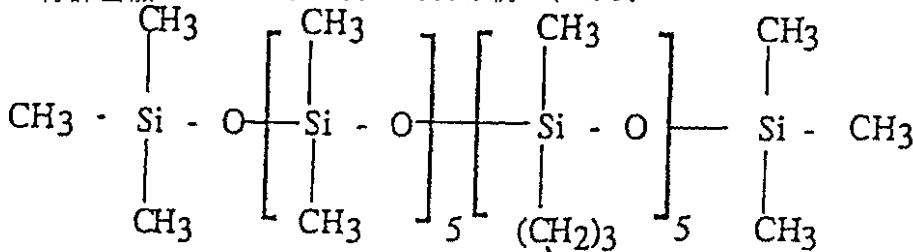
50

- 1.5g
- ・ハルス社によりMIGLYOL 812の名で発売のカプリン酸のおよびカプリル酸のトリグリセリド 15g
- ・グリセリン 20g
- ・保存剤 十分な量
- ・金属イオン封鎖剤 0.1g
- ・水 全体を100gとする量

例 2

以下の組織をもつ日焼防止用油を調製する。

- ・ 4 - 第三 - ブチル 4 - メトキシジベンゾイルメタン 3g
- ・ 特許出願EP - A - O 392 883の例 1、の式



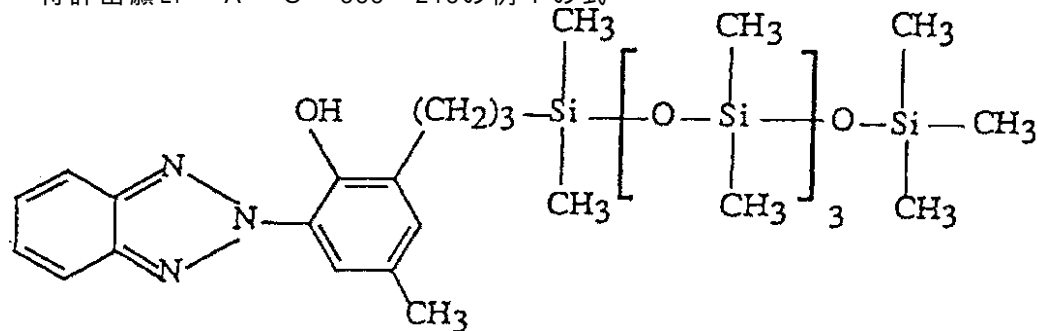
の 2 - (3 - トリメチレン - 2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル) ベンゾトリアゾールでグラフトされたポリジメチルシロキサン 8g

- ・ チオキサイド社によりTiO₂MOTGの名で発売の酸化チタンのナノ顔料 有効物質5g
- ・ ジイソプロピルアジバート 全体を100gとする量

例 3

以下の組成をもつ日焼防止用エマルジョンを調製する

- ・ 4 - 第三 - ブチル 4 - メトキシジベンゾイルメタン 1g
- ・ 特許出願EP - A - O 388 218の例 1 の式



を有する、 2 - (3 - トリメチレン - 2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル) ベンゾトリアゾールでグラフトされたポリジメチルシロキサン 5g

- ・ ソルピタンモノステアレート 5g
- ・ デガッサ社によりAEROSIL R972の名で発売の疎水性発熱シリカ 0.5g
- ・ ベンゼン1,4 - ジ (3 - メチリデン - 10 - カンホ - スルホン) 酸

10

20

30

40

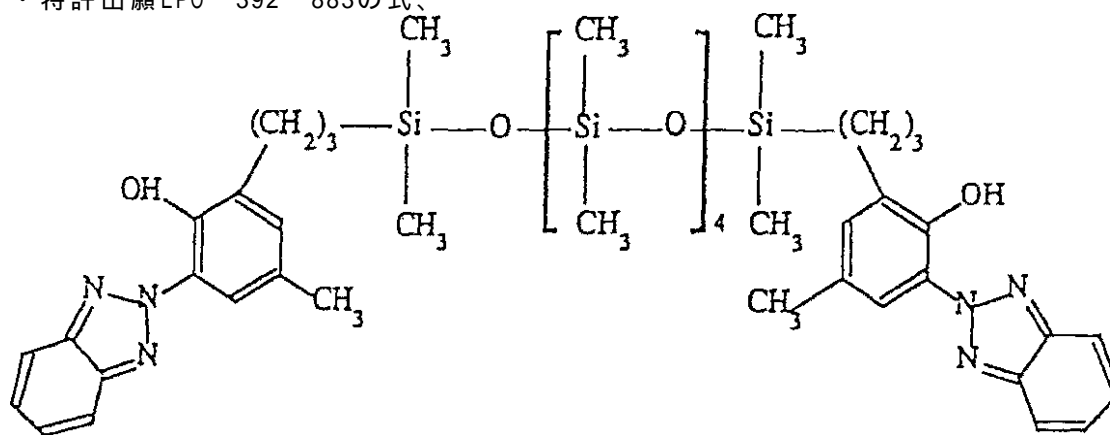
50

- 3g
- ・トリエタノールアミン pHを7とする量
- ・ウイトコ社により「FINSOLV TN」の名で発売のC₁₂~C₁₅アルコールのベンゾエート 15g
- ・純水 全体を100gとする量

例 4

以下の組成をもつ顔用のデイクリームを調製する

- ・4 - 第三 - ブチル - 4 - メトキシジベンゾイルメタン 1.5g
- ・特許出願EPO 392 883の式、 10



を有する、2 - (3 - トリメチレン - 2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル) ベンゾトリアゾールでグラフトされたポリジメチルシロキサン 20

- ・ヘンケル社により「SINNOWAX A0」の名で発売のセチルステアリルアルコールとエチレンオキサイド33モルでオキシエチレン化されたセチルステアリルアルコールとの混合物 1.5g
- 7g

- ・自己乳化性のないグリコールのモノステアレートとジステアレートとの混合物 2g

- ・セチルアルコール 1.5g
- ・ダウコーニング社によりDC200 - 350CSTの名で発売のポリジメチルシロキサン 30
- 1.5g

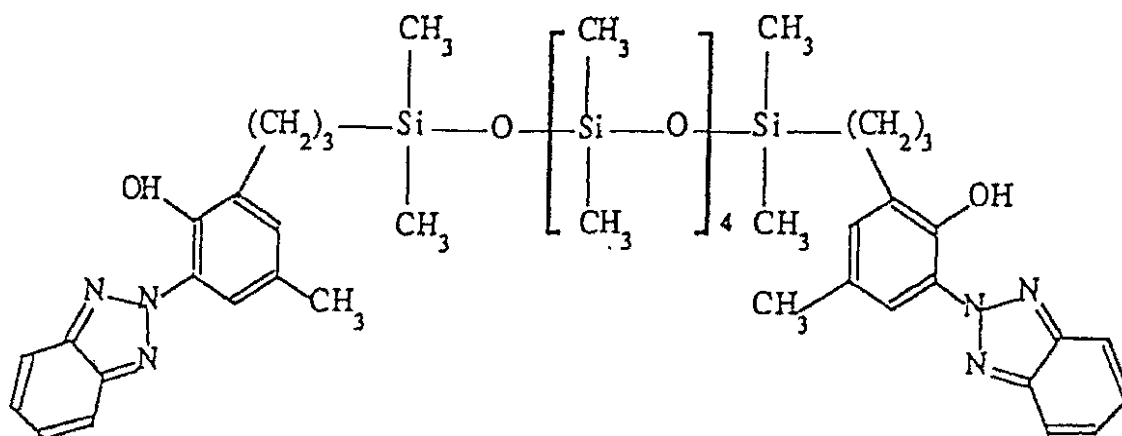
- ・ハルス社によりMIGLYOL 812の名で発売のカプリン酸のおよびカプリル酸のトリグリセリド 15g

- ・グリセリン 20g
- ・保存剤 十分な量
- ・金属イオン封鎖剤 0.1g
- ・水 全体を100gとする量

例 5

毛髪保護ローション

- ・4 - 第三 - ブチル - 4 - メトキシジベンゾイルメタン 0.5g
- ・式 40



10

を有する、2 - (3 - トリメチレン - 2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル) ベンゾトリアゾールでグラフトされたシリコーン (シリコーン B) 2g

・ ウィトコ社より「FINSOLV TN」の名で発売のC₁₂/C₁₅アルコールのベンゾエート 12g

・ エチルアルコール 全体を100gとする量

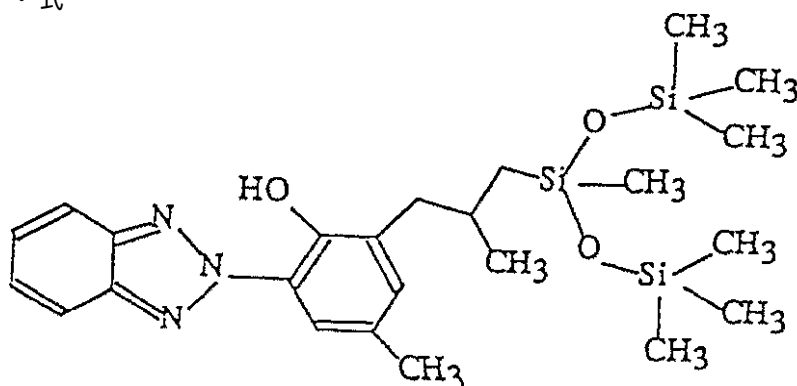
例 6

水中油の日焼防止用エマルジョン

・ 4 - 第三 - ブチル - 4 - メトキシジベンゾイルメタン 1.75g

20

・ 式



30

を有する、2 - [3 - (2 - メチルトリメチレン) - 2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル] ベンゾトリアゾールでグラフトされたシリコーン (シリコーン C) 5g

・ ヘンケル社により「SINNOWAX A0」の名で発売のセチルステアリルアルコールとエチレンオキサイド33モルでオキシエチレン化されたセチルステアリルアルコールとの混合物 8g

・ 自己乳化性のないグリコールのモノステアレートとジステアレートとの混合物 2g

・ セチルアルコール 2g

40

・ ジイソプロピルアジペート 10g

・ ワセリン油 5g

・ グリセリン 10g

・ 保存剤 十分な量

・ 水 全体を100gとする量

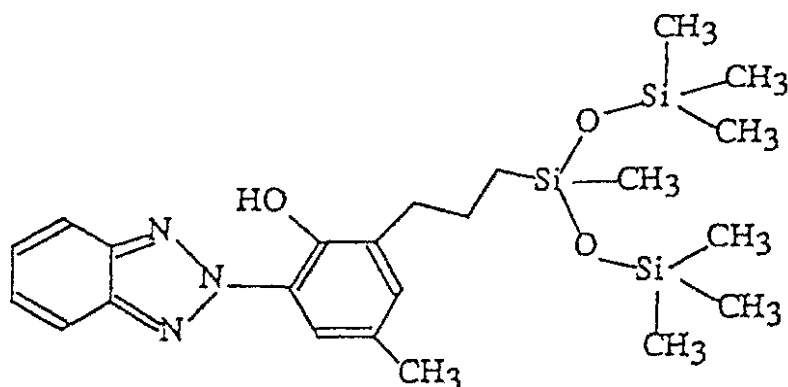
例 7

油中水の日焼防止用エマルジョン

・ 4 - 第三 - ブチル - 4 - メトキシジベンゾイルメタン 1g

・ 式

50



10

を有する、2 - (3 - トリメチレン - 2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル) ベンゾトリアゾールでグラフトされたシリコーン (シリコーン A) 2g

・ICI社により「ARLACEL 780」の名で発売の、プロピレンオキシド 2 モルでオキシプロピレン化されたまた 3 モルのエチレンオキシドでオキシエチレン化された混合物 (ソルビトールおよびグリセロールそれぞれのヒドロキシステアレートおよびイソステアレート) 6g

・ワセリン油 10g

・ハルス社により「MIGLYOL 812」の名で発売のカプリン酸のおよびカプリル酸のトリグリセリド 5g

・アクゾ社により「ELFACOS C26」の名で発売のベータヒドロキシオクタコサニル - 12 - ヒドロキシステアレート 20 3g

・ダウコーニング社により「DC345 FLUID」の名で発売のシクロペンタジメチルシロキサン、シクロテトラジメチルシロキサン、シクロヘキサジメチルシロキサンの混合物 3g

・グリセリン 5g

・硫酸マグネシウム 0.7g

・保存剤 十分な量

・水 全体を 100g とする量

シリコーン A、B および C の調製方法

シリコーン A

30

60~70 の無水のトルエン (8ml) 中の 3 - アリル 2 - ヒドロキシ 5 - メチルフェニルベンゾトリアゾール (5g、18ミリ当量)、ビス (トリメチルシロキシ) メチルシラン (Petrarch Systems社、B2497、4.2g、SiHとして18ミリ当量) およびシクロビニルメチルシロキサンの白金との錯体 (Petrarch社、PC0 85、5 μl) の混合物を攪拌しつつ窒素下で 40 に加熱する。

SiH基が消失 (赤外線 2180cm^{-1} のバンドの欠如) するまで、すなわち 2 時間にわたって、40 で攪拌しつづける。溶媒を蒸発する。得られる褐色の油をシリカのカラム (150g、溶出剤は 80:20 のヘプタン / ジクロロメタン) でクロマトグラフィーにかける。最初の留分を除去した後、白色粉末の形で所望の生成物を得る (6g、収率 65%)。

^{13}C 核磁気共鳴スペクトル (CDCl_3) : スペクトルは式に一致する。

40

^{29}Si 核磁気共鳴スペクトル (CDCl_3) : スペクトルは式に一致する。

・紫外線 (エタノール)

$\lambda_{\text{max}} = 303\text{nm}$, $\lambda_{\text{max}} = 16000$

$\lambda_{\text{max}} = 342\text{nm}$, $\lambda_{\text{max}} = 15300$.

・ $\text{C}_{23}\text{H}_{37}\text{N}_3\text{O}_3\text{Si}_3$ としての分析

	C	H	N	Si
計算値	56, 63	7, 65	8, 61	17, 27
実験値	57, 01	7, 71	8, 66	16, 94

融点、68℃

シリコーン B

80~90 の無水のトルエン (150ml) 中の 3 - アリル 2 - ヒドロキシ 5 - メチルフェニルベンゾトリアゾール (61.6g、232ミリ当量) およびシクロピニルメチルシロキサンの白金との錯体 (Petrarch社、PCO 85、5 μ l) の溶液に、1,1,3,3,5,5,7,7,9,9,11,11 - ドデカメチルヘキサシロキサン (50g、SiHとして232ミリ当量) を攪拌しつつ窒素下で添加する。SiH基が消失 (赤外線 2180cm^{-1} のバンドの欠如) するまで、すなわち4時間にわたって、80 で攪拌しつづける。溶媒を蒸発する。得られるオレンジ色の粘稠な油 (103g) をシリカのカラム (500g、モノマーを除去するための溶出剤は9:1のヘプタン/ジクロロメタン、所望の生成物を得るための溶出剤は90:9.8:0.2のヘプタン/ジクロロメタン/AcOH) 上で精製し、白色のロウ状生成物を得る (70g、収率63%)。

^{13}C 核磁気共鳴スペクトル (CDCl_3) : スペクトルは式に一致する。

^{29}Si 核磁気共鳴スペクトル (CDCl_3) : スペクトルは式に一致する。

・紫外線 (エタノール)

$\lambda_{\text{max}} = 302\text{nm}$, $\epsilon_{\text{max}} = 30200$

$\lambda_{\text{max}} = 340\text{nm}$, $\epsilon_{\text{max}} = 27700$.

・ $\text{C}_{44}\text{H}_{68}\text{N}_6\text{O}_7\text{Si}_6$ としての分析

	C	H	N	Si
計算値	54, 96	7, 13	8, 74	17, 52
実験値	54, 90	7, 12	8, 81	17, 11

融点、38℃

シリコーン C

80 の無水のトルエン (130ml) 中の 3 - メタアリル 2 - ヒドロキシ 5 - メチルフェニルベンゾトリアゾール (90g、322ミリ当量) およびシクロピニルメチルシロキサンの白金との錯体 (Petrarch社、PCO 85、0.3ml) の溶液に、ビス - (トリメチルシロキサン) メチルシラン (Petrarch Systems社、B2497、75.4g、SiHとして322ミリ当量) を攪拌しつつ窒素下で少量ずつ1時間15分間にわたって添加する。出発のベンゾトリアゾールが消失するまで、つまり4時間、80 で攪拌しつづける。溶媒を蒸発する。得られる褐色の油をエタノール中で結晶し、砕けた白色粉末の形の所望の生成物を得る (97g、収率60%)。

^{13}C 核磁気共鳴スペクトル (CDCl_3) : スペクトルは式に一致する。

^{29}Si 核磁気共鳴スペクトル (CDCl_3) : スペクトルは式に一致する。

・紫外線 (エタノール)

$\lambda_{\text{max}} = 303\text{nm}$, $\epsilon_{\text{max}} = 16300$

$\lambda_{\text{max}} = 343\text{nm}$, $\epsilon_{\text{max}} = 15600$.

・ $\text{C}_{24}\text{H}_{39}\text{N}_3\text{O}_3\text{Si}_3$ としての分析

	C	H	N	Si
計算値	57, 44	7, 83	8, 37	16, 79
実験値	57, 35	7, 76	8, 09	16, 51

融点、49℃

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(72)発明者 フォレストィエル, セルジュ
フランス国エフ 77410 クレイ スリィ, アレ フェルディナン プワソン, 1
6

(72)発明者 デランドル, アンドレ
フランス国エフ 60560 オリ ラ ビル, ルト ド マノン(番地なし)

審査官 森井 裕美

(56)参考文献 特開昭55-066535(JP, A)
特開平02-243695(JP, A)
特開平02-282319(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
A61K 7/00 - 7/50