

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5149614号
(P5149614)

(45) 発行日 平成25年2月20日 (2013. 2. 20)

(24) 登録日 平成24年12月7日 (2012. 12. 7)

(51) Int. Cl.

F 1

A 6 1 K	8/92	(2006. 01)	A 6 1 K	8/92
A 6 1 K	8/34	(2006. 01)	A 6 1 K	8/34
A 6 1 K	8/86	(2006. 01)	A 6 1 K	8/86
A 6 1 K	8/19	(2006. 01)	A 6 1 K	8/19
A 6 1 K	8/36	(2006. 01)	A 6 1 K	8/36

請求項の数 7 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2007-338963 (P2007-338963)
 (22) 出願日 平成19年12月28日 (2007. 12. 28)
 (65) 公開番号 特開2009-161439 (P2009-161439A)
 (43) 公開日 平成21年7月23日 (2009. 7. 23)
 審査請求日 平成22年11月1日 (2010. 11. 1)

(73) 特許権者 000000918
 花王株式会社
 東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1
 〇号
 (74) 代理人 110000084
 特許業務法人アルガ特許事務所
 (74) 代理人 100068700
 弁理士 有賀 三幸
 (74) 代理人 100077562
 弁理士 高野 登志雄
 (74) 代理人 100096736
 弁理士 中嶋 俊夫
 (74) 代理人 100117156
 弁理士 村田 正樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 浴用剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の成分 (A)、(B)、(C) 及び (D)：

(A) (A 1) 油性成分、(A 2) グリセリン及び (A 3) ポリエチレングリコールを含有する粒子であって、グリセリンを粒子中に 1 ~ 10 質量% 含有し、かつポリエチレングリコールを粒子中に 60 ~ 95 質量% 含有する粒子 8.1 ~ 50 質量%

(B) 水不溶性の無機顔料粉体

(C) 炭酸水素ナトリウム及び / 又は炭酸ナトリウム

(D) 有機酸

を含有し、かつ成分 (A 2) の成分 (B) に対する質量比 $((A 2) / (B))$ が $0.01 \sim 1$ である発泡性圧縮成型型浴用剤。

【請求項 2】

粒子 (A) 中の (A 1) 油性成分の含有量が (A 2) グリセリンの含有量の 0.1 質量倍以上である請求項 1 記載の浴用剤。

【請求項 3】

(A 1) 油性成分として、分子量 100 以上であって ClogP 値が $6 \sim 12$ の脂肪酸エステル類を、粒子中に 0.1 質量% 以上含むものである請求項 1 又は 2 に記載の浴用剤。

【請求項 4】

脂肪酸エステル類の含有量が、浴用剤全量中に $0.1 \sim 10$ 質量% である請求項 3 に記載の浴用剤。

【請求項 5】

さらに、粒子（A）中に香料を含む請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載の浴用剤。

【請求項 6】

粒子（A）が、板上滴下造粒法により得られるものである請求項 1 ～ 5 のいずれか 1 項に記載の浴用剤。

【請求項 7】

（B）無機顔料粉体の含有量が、0.1 ～ 10 質量％である請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の浴用剤。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、水不溶性の無機顔料粉体を含有する発泡性の圧縮成型型浴用剤に関する。

【背景技術】

【0002】

炭酸塩と酸とを組み合わせた炭酸ガス発生物を配合した浴用剤が、血行促進効果に優れ、湯冷めを惹起し難いことが知られている（特許文献 1 参照）。最近では、あたたまり感に加えて、入浴剤を浴湯に溶かしたときの色や香り等の嗜好性に対する関心も高くなり、温まり感や肌に対する感触だけでなく、嗜好性を加味した検討が行われている。色に対する嗜好性向上の研究・開発としては、例えば、タール系の水溶性色素や天然物から抽出した水溶性色素を用いた透明感の高い色調の入浴剤や、水不溶性の無機顔料を用いて温泉の湯の雰囲気を持たせた濁りのある色調の入浴剤が知られている。特に、温泉の雰囲気を楽しめる濁りを付与した入浴剤は嗜好性が高いだけでなく、濁りを付与する成分である無機顔料は入浴後にさっぱり感を与えるため広く使用されている。しかしながら、白濁剤・にごり剤として使用される酸化チタン等の無機顔料は水に不溶性の粉体（粉末）であるため、浴湯に均一に分散させることが必要である。例えば、油分と界面活性剤を含浸させた多糖類を併用する技術（特許文献 2）、無機顔料に油剤と非イオン界面活性剤で表面処理を行い分散性を向上させる技術（特許文献 3）、多価アルコールを無機顔料とともに配合することで、無機顔料をとくに被覆処理することなく、浴湯に対して良好に分散させる技術（特許文献 4 参照）が報告されている。

20

【特許文献 1】特開昭 59 - 70609 号公報

30

【特許文献 2】特開平 4 - 108727 公報

【特許文献 3】特開平 7 - 196471 号公報

【特許文献 4】特開平 8 - 325137 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

しかしながら、錠剤型の入浴剤においては、油剤や、グリセリンのような多価アルコールを直接配合した際には、圧縮成形時にスティッキングが生じやすくなるという問題がある。

従って、本発明の目的は、水不溶性の無機顔料粉体を浴湯中に安定に分散させることが可能で、かつ成形性の良好な発泡性の圧縮成型型浴用剤を提供することにある。

40

【課題を解決するための手段】

【0004】

そこで本発明者は、無機顔料粉体の浴湯中での分散性と、製造性、成形性との両立を図るべく種々検討した結果、油性成分、グリセリン及びポリエチレングリコールを造粒し、これに炭酸塩と有機酸とを組み合わせた炭酸ガス発生物を配合して圧縮成形すれば、発泡性が良好であって、無機顔料粉体を浴湯中に安定に分散させることが可能で、スティッキングが生じにくい成形性に優れた圧縮成型型浴用剤が得られることを見出した。

【0005】

すなわち、本発明は、次の成分（A）、（B）、（C）及び（D）を含有する発泡性圧

50

縮成型浴用剤を提供するものである。

(A)(A1)油性成分、(A2)グリセリン及び(A3)ポリエチレングリコールを含有する粒子であって、ポリエチレングリコールを粒子中に60～95質量%含有する粒子、

(B)水不溶性の無機顔料粉体、

(C)炭酸水素ナトリウム及び/又は炭酸ナトリウム、

(D)有機酸。

【発明の効果】

【0006】

本発明の圧縮成型浴用剤は、製造性に優れ、かつ浴湯中への無機顔料粉体の分散性が良好であるため嗜好性にも優れたものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0007】

本発明の発泡性圧縮成型浴用剤に用いられる粒子(A)は、(A1)油性成分と、(A2)グリセリンと、(A3)ポリエチレングリコールを含有し、ポリエチレングリコールを粒子中に60～95質量%含有するものである。粒子(A)中にグリセリンを配合し、さらに油性成分を併用することにより、浴湯中に水不溶性無機顔料粉体が十分に分散できるだけでなく、圧縮成形時のスティッキングを改善することができる。

【0008】

本発明の(A1)油性成分としては、液状、半固型及び固形状の、合成及び天然由来の油性成分で、例えば炭化水素油、エステル油、エーテル油、シリコン油等の油性成分が含まれる。特に、分子量100以上であってClogP値が6～12の脂肪酸エステル類を含むことが好ましい。前記脂肪酸エステル油を含むことにより、ポリエチレングリコールを主成分としてグリセリンを添加した粒子(A)と、炭酸塩等の炭酸ガス発生物とを成形する時のスティッキングを防止し、かつ錠剤に含まれる水不溶性無機粉体の浴湯中への分散性の向上に有効である。ここで、ClogP値は、A.Leo Comprehensive Medicinal Chemistry, Vol.4 C.Hansch, P.G. Sammens, J.B Taylor and C.A. Ramsden, Eds., P.295, Pergamon Press, 1990に記載の方法で計算した“計算logP(ClogP)”であり、プログラムCLOGP v4.01により計算したClogP値である。

【0009】

好ましい脂肪酸エステル類としては、総炭素数8～40の脂肪酸エステルが挙げられ、特に炭素数6～20の脂肪酸基と炭素数1～18のアルキル基を有するエステルが好ましく、炭素数6～20の脂肪酸基と炭素数2～16のアルキル基を有するエステルがより好ましい。具体的にはオクタン酸セチル、イソオクタン酸セチル、ラウリン酸ブチル、ラウリン酸イソアミル、ミリスチン酸メチル、ミリスチン酸エチル、ミリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸エチル、ステアリン酸ブチル、イソノナン酸イソトリデシル、イソノナン酸イソノニル、リノール酸イソプロピル、イソステアリン酸イソプロピル、オレイン酸メチル、オレイン酸エチル等が挙げられる。これらの脂肪酸エステル類は単独で、又は2種以上を組み合わせることで造粒粒子中に配合できる。

【0010】

これら脂肪酸エステル類の含有量は、スティッキングを抑制する点から、粒子(A)中に0.1質量%以上含むことが好ましく、特に0.1～20質量%、さらに0.1～15質量%であることが好ましい。また、脂肪酸エステル類の浴用剤全量中の含有量は、無機粉体の分散性向上とスティッキング抑制とのバランスから、0.1～10質量%であることが好ましく、特に0.1～3質量%含有するのが好ましい。

【0011】

上記以外の油性成分としては、例えば、大豆油、ヌカ油、ホホバ油、アボガド油、アーモンド油、ヘーゼルナッツ油、マカダミアナッツ油、サフラワー油、米胚芽油、オリーブ油、カカオ脂、ゴマ油、パーシク油、ヒマシ油、ヤシ油、ミンク油、牛脂、豚脂等の天然油脂、これらの天然油脂を水素添加して得られる硬化油及びミリスチン酸グリセリド、

10

20

30

40

50

2 - エチルヘキサン酸グリセリド等のグリセリド類；流動パラフィン、ワセリン、パラフィン、マイクロクリスタリンワックス、セレシン、スクワラン、スクアレン、ジオクチルシクロヘキサン、プリスタン等の炭化水素油；ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘニン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、ラノリン酸、イソステアリン酸等の高級脂肪酸類；ラウリルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、コレステロール、2 - ヘキシルデカノール等の高級アルコール類；シリコン油類が挙げられる。

【0012】

また、粒子(A)中の(A1)油性成分の含有量は、無機顔料粉体の分散性向上とスティッキング抑制とのバランスから、0.1～30質量%であることが好ましく、さらに0.1～20質量%、特に0.5～20質量%であることが好ましい。さらに、浴用剤全量中の(A1)油性成分の含有量は、無機顔料粉体の分散性向上とスティッキング抑制とのバランスから、0.1～20質量%であることが好ましく、さらに0.1～10質量%、特に0.1～5質量%であることが好ましい。

10

【0013】

また、粒子(A)中の(A1)油性成分の含有量は、スティッキングの抑制の点から、後述のグリセリン1質量部あたり0.1質量倍以上であることが好ましく、特に0.1～5質量倍であることが好ましい。

【0014】

本発明に用いる粒子(A)において(A2)グリセリンは、圧縮成型浴用剤に含まれる水不溶性無機顔料粉体を浴湯中に分散させる成分作用を有する。粒子(A)中のグリセリンの含有量は、0.1～20質量%であることが好ましく、さらに0.5～15質量%、特に1～10質量%であることが好ましい。また、浴用剤中への含有量は、0.01～10質量%が好ましく、特に0.1～5質量%であることが好ましい。

20

【0015】

さらに、無機顔料粉体の分散性の観点から、グリセリンの無機顔料粉体に対する質量比(グリセリン/水不溶性無機顔料粉体)は0.01～1が好ましく、特に0.05～0.5が好ましい。この範囲であると、無機顔料粉体等の浮きや付着が生じずに乳白色の浴湯とすることができる。この比率がおおきくなる、すなわちグリセリンが多くなると入浴剤の安定性が損なわれたり、スティッキングが生じやすくなり、少なすぎると分散性が悪くなり浮きや付着が生じやすくなる。

30

【0016】

(A3)ポリエチレングリコールは、粒子(A)の基材となる成分であり、25で固形かつ加温溶融するもの、例えば、重量平均分子量で2000～20000のものが好ましい。ポリエチレングリコールの含有量は、粒子(A)中に60～95質量%であるが、スティッキングや浴湯への溶解性を考慮すると65～95質量%が好ましく、特に70～90質量%が好ましい。

【0017】

上記成分(A1)～(A3)を含有する粒子(A)は、塊状や液体から粒径の小さい粒子を造粒する方法で製造できる。粒子の製造法としては、錠剤とした際の審美性の観点から、板上滴下造粒法より製造することが好ましい。具体的には、(A1)～(A3)を加熱溶融して均一に混合した後、一定量を平らな板状の上に滴下して、固化、造粒し、0.1～5mmの粒状の粒子を得ることができる。加熱溶融の温度は、使用する(A3)ポリエチレングリコールが溶融する温度であることが好ましい。造粒粒子の粒径は、浴湯中での溶解性の観点から100～5000μm、特に500～2000μmの範囲であることが好ましい。粒径は、ふるいを用いて選別、測定する。

40

【0018】

また、粒子(A)の強度は、1mm円柱のプローブを装着したフドーレオメータを用いて10mm/minの速度で1.0mm貫入した時の最大応力で、0.3kgf以上が好ましく、成形時にスティッキングを起こし難いとの観点から、特に0.4kgf以上、さらに0.5kgf

50

以上であることが好ましい。なお、強度の測定は、得られた粒子(A)7gを63で溶解し、20で20の水浴に浸漬したアルミ製の皿(直径25mm、厚さ7mm)に注形して円柱状に成形してサンプルとした。

【0019】

粒子(A)は、本発明の浴用剤中に0.1~50質量%、特に0.5~35質量%、さらに1~15質量%含有するのが、打錠時のスティッキングの点及び浴湯全体に速やかに分散し、溶解する点で好ましい。

【0020】

また、本発明の粒子(A)には、さらに(A4)香料を添加することができる。香料成分を粒子中に配合することは、特にスティッキング性の向上のために効果的である。香料としては、入浴中に揮散することによりリラックス感やアロマテロピー効果等を与えるもので、通常の入浴剤に用いられるものを使用できる。具体的には、ラベンダー油、ジャスミン油、レモン油、ローズ油、オレンジ油、パイン油等の天然香料類；ゲラニオール、シトロネロール、リナロール等の脂肪族アルコール類、フェニルエチルアルコール、フェニルヘキサノール等の芳香族アルコール類、ベンジルアセテート等の合成香料類などが挙げられ、1種以上を用いることができる。香料は、リラックス効果等の点から粒子中に0.01~20質量%、特に0.1~10質量%含有するのが好ましい。

【0021】

本発明に用いる(B)水不溶性の無機顔料粉体としては、例えば、酸化チタン、酸化亜鉛、カオリン、タルク、マイカ、雲母チタン及び酸化マグネシウムから選ばれる1種又は2種以上を用いることができ、特に酸化チタン及び/又は酸化亜鉛を用いることが好ましい。(B)無機顔料粉体の含有量は、濁りのある色調と顔料の分散性を得る点から、浴用剤中0.1~10質量%、特に0.5~10質量%、さらに1~5質量%とすることが好ましい。また、タール系水溶性色素や天然物から抽出した水溶性色素を併用することにより浴湯の色調を様々な変化に富んだものとし、入浴を楽しむことができる。

【0022】

本発明の浴用剤には、炭酸ガス発生物としての(C)炭酸水素ナトリウム及び/又は炭酸ナトリウムと、(D)有機酸とを含有する。

【0023】

炭酸水素ナトリウム及び/又は炭酸ナトリウムは、本発明浴用剤中に総量で20~80質量%、特に40~60質量%含有するのが、浴湯中に十分な炭酸ガスを溶解できるので好ましい。

【0024】

有機酸としては、例えばコハク酸、フマル酸、リンゴ酸、アジピン酸、酒石酸、クエン酸、マロン酸、マレイン酸等が挙げられる。このうち、コハク酸又はフマル酸が特に好ましい。また、有機酸は、本発明浴用剤中にそれぞれ20~80質量%、特に40~60質量%含有するのが、浴湯中に十分な炭酸ガスを溶解できるので好ましい。さらに、炭酸水素ナトリウム及び/又は炭酸ナトリウムと、有機酸との総含有量は60~98質量%、特に70~98質量%が好ましい。

【0025】

また、本発明の浴用剤には、前記成分以外に、(A1)油性成分の分散性を高めるために非イオン性界面活性剤を配合できる。非イオン性界面活性剤としては、例えばグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリコール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル等が挙げられる。これらの界面活性剤は、粒子中に含有させてもよいし、粒子とは別に含有させてもよい。当該界面活性剤は、本発明浴用剤中に0.01~30

10

20

30

40

50

質量%、特に1～20質量%含有するのが好ましい。

【0026】

本発明の浴用剤には、さらに通常浴用剤に用いられる成分、例えば無機酸類、生薬類、アルコール類、薬効剤、色素類、ビタミン類等を配合できる。

【実施例】

【0027】

実施例1～7及び比較例3～4

表1の処方に従って粒子を製造した。ポリエチレングリコール6000を約60で溶融し、香料、グリセリン、油剤（パルミチン酸イソプロピル）を加えて、これらを均一に混合した後、20の平らな板に滴下し、直径約0.3～5mmの粒状に造粒して粒子を得た。得られた粒子と、上記以外の成分（表2の処方）を混合し、1錠50gの錠剤をエキセントリック打錠機（マシーナ社）を用いて圧縮成形した。

10

【0028】

比較例1及び2

比較例1は、油剤（パルミチン酸イソプロピル）を粒子に配合しない以外は実施例1と同様に粒子を製造し、圧縮成形時に油剤を配合して浴用剤を製造した。また、比較例2は、グリセリンを粒子に配合しない以外は実施例1と同様に粒子を製造し、圧縮成形時にグリセリンを配合して浴用剤を製造した。

【0029】

〔打錠時の杵へのスティッキング〕

20

表2の実施例1～7、及び比較例1～4に組成で、1錠50gの錠剤を100錠連続圧縮成形した後、そのスティッキング評価（杵に硬く付着した粉末の有無）を下記基準で行った。結果を表2に示す。

【0030】

〔スティッキングの評価基準〕

4：スティッキングが全くなし

3：杵表面にうっすらと付着があるが、錠剤表面は滑らか

2：錠剤表面に少し付着を認める

1：錠剤表面に著しい付着を認める

【0031】

30

〔顔料分散性の評価〕

表2の実施例1～7、及び比較例1～4で得られた錠剤を40～150リットルの湯に溶かし、全量溶解直後の状態を目視で評価し、結果を表2に示した。

3：浴湯表面に顔料の浮きがまったくない

2：浴湯表面に顔料の浮きがほとんどない

1：浴湯表面に顔料の浮きが著しい

【0032】

【表 1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
パルミチン酸イソプロピル(ClogP=8.65)	0.9	4.5	12.4	4.7	4.3	6.2	1.6	0.0	4.8	32.1	1.0
グリセリン	5.6	5.4	5.0	1.9	8.7	7.4	1.9	5.7	0.0	3.8	1.2
ポリエチレングリコール6000	84.2	81.1	74.4	84.1	78.3	74.1	93.4	84.9	85.7	57.7	95.9
香料	9.3	9.0	8.2	9.3	8.7	12.3	3.1	9.4	9.5	6.4	1.9
合計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0

【 0 0 3 3 】

10

20

30

40

【表 2】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
粒子中											
バルミチン酸イソブプロピル(ClogP=8.65)	0.1	0.5	1.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.0	0.5	5.0	0.5
グリセリン	0.6	0.6	0.6	0.2	1.0	0.6	0.6	0.6	0.0	0.6	0.6
ポリエチレングリコール6000	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	6.0	30.0	9.0	9.0	9.0	50.0
香料	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
粒子合計	10.7	11.1	12.1	10.7	11.5	8.1	32.1	10.6	10.5	15.6	52.1
バルミチン酸イソブプロピル(ClogP=8.65)								0.5			
グリセリン									0.6		
炭酸水素ナトリウム	43	43	43	43	43	43	33	43	43	43	23
フマル酸	43.3	42.9	41.9	45.3	42.5	45.9	31.9	42.9	42.9	38.4	21.9
酸化チタン	3	3	3	1	3	3	3	3	3	3	3
溶剤合計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
評価											
スティキング	3	4	3	4	3	3	4	1	1	2	4
顔料分散	3	3	3	3	3	3	2	3	3	3	1

実施例 1 ～ 7 のように油剤とグリセリンとをポリエチレングリコールとともに造粒して得られた粒子を用いた圧縮成形型（錠剤）浴用剤は、スティッキングが生じにくく、浴用剤を溶解した浴湯は均一な乳白色を呈し、顔料の浮きは認められなかった。これに対し、油剤やグリセリンを直接錠剤に配合した浴用剤（比較例 1、2）や、粒子中のポリエチレングリコール量が少ない浴用剤、すなわち粒子中のグリセリンと油剤量が多い場合（比較例 3）は、スティッキングが生じた。また、粒子中にポリエチレングリコール量が多い（比較例 4）場合は、顔料分散性が悪くなった。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
A 6 1 Q 19/10 (2006.01) A 6 1 Q 19/10

(74)代理人 100111028

弁理士 山本 博人

(72)発明者 空閑 佑子

東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

(72)発明者 工藤 道誠

東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

(72)発明者 森 かつら

東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

審査官 弘實 謙二

(56)参考文献 特開 2 0 0 0 - 2 2 9 8 4 3 (J P , A)

特開 2 0 0 5 - 0 2 3 0 8 9 (J P , A)

特開平 0 7 - 2 3 3 0 4 8 (J P , A)

特開昭 5 9 - 2 0 5 9 7 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

A 6 1 Q 1 / 0 0 - 9 0 / 0 0

C A / R E G I S T R Y (S T N)