

(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
2019年8月8日(08.08.2019)



(10) 国際公開番号

WO 2019/151374 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 21/33 (2006.01) A61Q 17/04 (2006.01)
A61K 8/00 (2006.01) A61B 5/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2019/003305
- (22) 国際出願日: 2019年1月31日(31.01.2019)
- (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 2018-018269 2018年2月5日(05.02.2018) JP
特願 2018-151682 2018年8月10日(10.08.2018) JP
- (71) 出願人: 株式会社 資生堂 (SHISEIDO COMPANY, LTD.) [JP/JP]; 〒1040061 東京都中央区銀座七丁目5番5号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 長井 宏一(NAGAI, Kouichi); 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早渕2-2-1 株式会社資生堂リサーチセンター(新横浜)内 Kanagawa (JP). 氏本 慧(UJIMOTO, Kei); 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早渕2-2-1 株式会社資生堂リサーチセンター(新横浜)内 Kanagawa (JP). トウアティ・マリアンヌ・彩香(TOUATI, Marianne Ayaka); 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早渕2-2-1 株式会社資生堂リサーチセンター(新横浜)内 Kanagawa (JP). 永禮 由布子(NAGARE, Yuko); 〒2248558 神奈川県横浜

(54) Title: METHOD FOR EVALUATING PROTECTIVE EFFECT AGAINST EXTERNAL DAMAGE TO SKIN

(54) 発明の名称: 皮膚への外的ダメージに対する防御効果の評価方法

[図2]

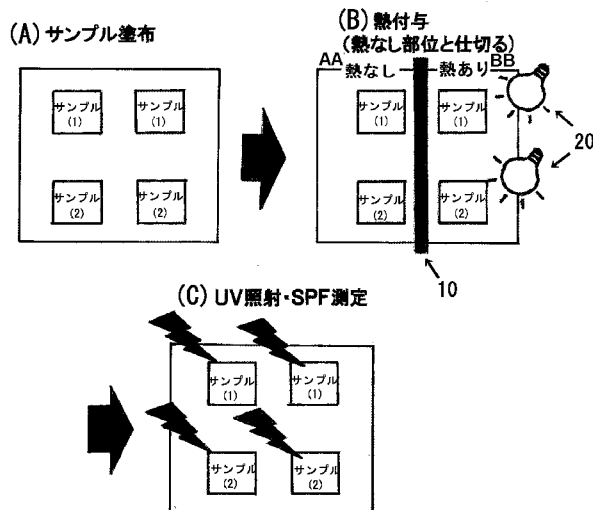


FIG. 2:
(1), (2) Sample
(A) Coating of samples
(B) Application of heat (partitioned from site to which no heat is applied)
(C) UV radiation and SPF measurement
AA Without heat
BB With heat

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to newly provide a method with which it is possible to appropriately evaluate the protective effect of a skin-external agent such as a sunburn-preventing cosmetic, particularly to evaluate how a UV-ray protective effect is affected by heat. This evaluation method is characterized by including (1) a step for forming a coating film of a skin-external agent on a substrate, (2) a step for heat-treating the coating film of the skin-external agent, and (3) a step for measuring the UV-ray protective effect of the heat-treated coating film of the skin-external agent. The heat treatment is preferably carried out for at least one minute at a temperature of 30-70 ° C. The step for measuring

市都筑区早渕 2-2-1 株式会社資生堂リサーチセンター（新横浜）内 Kanagawa (JP). 八巻 悟史(YAMAKI, Satoshi); 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早渕 2-2-1 株式会社資生堂リサーチセンター（新横浜）内 Kanagawa (JP).

(74) 代理人: 内田直人(UCHIDA, Naoto); 〒1010051 東京都千代田区神田神保町 1-37-4 友田三和ビル 302 ウィングリーント特許事務所 Tokyo (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, JO, 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), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (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), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

the UV-ray protective effect preferably includes at least one selected from testing methods that involve comparing some kind of UV-ray protective effect with SPF measurement, UVAPF or PFA measurement, critical wavelength measurement, absorbance measurement, and transmittance measurement. This evaluation method can also be performed in vivo or in vitro.

(57) 要約: 日やけ止め化粧料等の皮膚外用剤の防御効果、特に紫外線防御効果に熱が与える影響を適切に評価できる方法を新たに提供することを目的とする。本発明の評価方法は、(1) 基体上に皮膚外用剤の塗膜を形成する工程、(2) 前記皮膚外用剤の塗膜を加熱処理する工程、及び(3) 前記の加熱処理された皮膚外用剤の塗膜の紫外線防御効果を測定する工程を含むことを特徴とする。そして、前記加熱処理は、30℃～70℃の温度で、1分間以上実施するのが好ましい。また、前記紫外線防御効果を測定する工程は、SPF測定、UVAPF又はPFA測定、臨界波長測定、吸光度測定および透過率測定、及び何らかの紫外線防御効果を比較する試験法から選択される少なくとも1つを含むのが好ましい。また、本発明の評価方法は、インビボ又はインビトロで実施することができる。

明 細 書

発明の名称：皮膚への外的ダメージに対する防御効果の評価方法 技術分野

[0001] 本発明は皮膚外用剤の皮膚への外的ダメージに対する防御効果、特に日やけ止め化粧料等の紫外線防御効果の評価方法に関する。より詳細には、従来の紫外線防御効果の評価では考慮されていなかった加熱処理工程を意図的に組み込むことで、熱による紫外線防御効果の変化を適切に特定することを可能にした評価方法に関する。

背景技術

[0002] 紫外線、ブルーライト、可視光線、赤外線などの光線は、皮膚に影響があることが分かっており、それらによる皮膚への影響を低減する効果を示す皮膚外用剤（スキンケア化粧料等含む）が多く知られている。

とりわけ、日やけ止め化粧料は、化粧料に配合された紫外線吸収剤や紫外線散乱剤の作用によって、当該化粧料を塗布した皮膚に到達する紫外線量を低下させることにより、皮膚への悪影響を抑制する効果がある。

[0003] 日やけ止め化粧料の紫外線防御効果の指標としては、サンプロテクション・ファクター（Sun Protection Factor: SPF）が最も広く知られており、紫外線防御効果がSPF値（例えば、「SPF30」等）として表示される。我が国においては、UVA領域の紫外線に関してPFA（Protection Factor of UVA）又はUVA PF（UVA Protection factor of product）が用いられ、製品のUVA防御効果の程度が、PFA又はUVA PFの値に基づくPA（Protection grade of UVA）分類（「PA++」等）で表示されている。米国では、UVAとUVBの防御効果のバランスを示す臨界波長（Critical Wavelength: CW）が用いられている。

[0004] 日やけ止め化粧料の紫外線防御効果の測定法は、国際標準化機構（International Organization for Standardization: ISO）によって、インビボSPF測定法（2010年）及びインビボUVA防止効果測定法（2011年）

が相次いで国際規格（International Standard: IS）として制定された。我が国においては、ISOに先駆けて、日本化粧品工業連合会（粧工連）が自主基準を設けていたが、現在では上記の国際規格を取り入れて国際ハーモナイゼーションされた測定法が確立されている（非特許文献1）。

[0005] 一方、上記のようなインビボ測定には、特定の肌タイプの被験者の協力が不可欠であり、手間とコストがかかるため、日やけ止め製品の紫外線防御効果をインビトロで簡便に測定する方法も種々提案されている。例えば、特許文献1では、インビトロ測定した値と相関性の高いSPF値が得られるインビトロ測定方法及び測定装置が記載されている。また、インビトロでのSPF予測値から紫外線防御効果を評価する方法及び装置も開発されている（特許文献2）

[0006] 近年、紫外線の皮膚への悪影響を抑制するため、UVAからUVBに渡る広い波長領域で高い紫外線防御効果を発揮する化粧料が求められるようになっており、例えば、SPF50以上（50+）及びPA++++を訴求した日やけ止め製品が上市されるに至っている。

[0007] 日やけ止め製品による紫外線防御効果は、配合されている紫外線吸収剤や紫外線散乱剤（酸化チタン、酸化亜鉛等）によって発揮されるが、紫外線吸収剤の中には光照射によって紫外線吸収能が低下するものがあり（例えば、特許文献3参照）、水分と接触することによって紫外線散乱剤が流出して防御能が低下することもある。従って、ISOにおいても紫外線防御効果の光安定性や耐水性の試験方法について検討されている（非特許文献1）。

[0008] 紫外線防御効果の光劣化を抑制するための工夫は多数提案されており（特許文献3）、耐水性に関しては、水分に接触しても紫外線防御効果が低下せず、逆に防御効果が向上するという革新的な性能を有する日やけ止め化粧料が開発されている（特許文献4）。

[0009] しかしながら、熱に関しては、例えば、日やけ止め化粧料を含む乳化化粧料の乳化安定性に対する熱の影響を検討した例は存在するが（特許文献5）、加熱による紫外線防御効果の変化は今日まで検討対象とされていなかった

。

先行技術文献

特許文献

[0010] 特許文献1：特許第3 3 3 7 8 3 2号公報

特許文献2：特許第4 3 6 5 4 5 2号公報

特許文献3：特開2 0 1 0－1 5 0 1 7 2号公報

特許文献4：WO 2 0 1 6／0 6 8 3 0 0号公報

特許文献5：特許第4 3 9 7 2 8 6号公報

非特許文献

[0011] 非特許文献1：日本化粧品技術者会誌、第4 7巻、第4号、2 7 1～2 7 7頁、2 0 1 3年

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0012] よって本発明における課題は、皮膚外用剤の皮膚に影響を与える光線に対する防御効果に熱が与える影響、特に日やけ止め皮膚外用剤の紫外線防御効果に熱が与える影響を適切に評価できる方法を新たに提供することである。

課題を解決するための手段

[0013] 本発明は、日やけ止め化粧料等の皮膚外用剤の評価方法であって、

(1) 基体上に皮膚外用剤の塗膜を形成する工程、

(2) 前記皮膚外用剤の塗膜を加熱処理する工程、及び

(3) 前記の加熱処理された皮膚外用剤の塗膜の皮膚に影響を与える光線に対する防御効果、好ましくは紫外線防御効果を測定する工程、を含むことを特徴とする評価方法を提供する。

[0014] 前記工程(1)と工程(2)は同時に実施してもよい。

前記紫外線防御効果を測定する工程は、SPF測定、UVA PF又はPFA測定、臨界波長測定、吸光度測定、透過率測定、及び何らかの紫外線防御効果を比較する試験法からなる群から選択される少なくとも1つを含むのが

好ましい。

発明の効果

[0015] 本発明の評価方法によれば、日やけ止め等の皮膚外用剤の光線（紫外線等）防御効果に対する熱の影響を適切に評価できる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]本発明の評価方法の概略を示す説明図である。

[図2]インビボで実施するのに適した本発明の評価方法の一例を示す説明図である。

[図3]本発明の方法に従って評価した日やけ止め化粧料の紫外線防御効果の時間変化を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0017] 本発明の日やけ止め化粧料等の皮膚外用剤の評価方法は、

- (1) 基体上に皮膚外用剤の塗膜を形成する工程、
- (2) 前記皮膚外用剤の塗膜を加熱処理する工程、及び
- (3) 前記の加熱処理された皮膚外用剤の塗膜の防御効果を測定する工程を含む。

なお、本発明の「皮膚外用剤」は、日やけ止め化粧料だけでなく、メイクアップ化粧料、ヘアケア製品等を含んでもよく、また、本発明の「防御効果」は、紫外線からだけでなく、ブルーライトや可視光、赤外線等の光線からの防御効果を含んでもよい。

[0018] 図1は、本発明の評価方法の概略を説明する図である。

工程(1)においては、日やけ止め皮膚外用剤のサンプル(被験資料)1の所定量を基体2に塗布し、任意に乾燥させて、基体2上にサンプル1の塗膜を形成する。なお、形成されたサンプル塗膜の加熱前の紫外線防御効果(吸光度等)を測定する工程(1')を任意に含んでもよい。

[0019] 次の工程(2)において、工程(1)で形成されたサンプル塗膜に熱を付与する。この加熱工程(2)は、基体上にサンプル塗布を形成した後に熱を付与してもよいし、工程(1)における基体を所定温度に加熱しておき、サ

ンプルを塗布することによって加熱する（即ち、工程（１）と工程（２）を同時に実施する）ようにしてもよい。

[0020] 最後に、工程（３）において加熱処理されたサンプル塗膜の紫外線防御効果（吸光度等）を測定する。

[0021] 本発明の評価方法においては、上記サンプルと同一の日やけ止め皮膚外用剤の別のサンプル（第２サンプル）を準備し、前記工程（１）において基体の別の箇所に第２サンプルを塗布して任意に乾燥させて第２サンプル塗膜を形成し（工程１Ａ）、当該第２サンプル塗膜には加熱処理（工程（２））を施さず好ましくは常温に保持し（工程２Ａ）、工程（３）において非加熱の第２サンプル塗膜の紫外線防御効果を測定する工程（工程３Ａ）を含んでいてもよい。さらに、加熱されたサンプル塗膜の紫外線防御効果と、非加熱の第２サンプル塗膜の紫外線防御効果とを比較する工程（４）を含んでいてもよい。

[0022] 一方、前記工程（１）において、加熱前のサンプル塗膜の紫外線防御効果の測定（工程（１'））を実施した場合には、当該加熱前の紫外線防御効果と工程（３）において測定した加熱後の紫外線防御効果とを比較する工程（４'）を含んでいてもよい。

[0023] 本発明の評価方法は、インビボ又はインビトロで実施することができる。
以下に詳述する。

[0024] （Ａ）インビボでの評価方法

図２は、インビボで実施される本発明の評価方法の一例を説明する図である。

以下は、紫外線防御効果測定としてＳＰＦ測定を採用した場合の例である。ＳＰＦ測定方法の詳細に関しては、「日本化粧品連合会ＳＰＦ測定法基準（２０１１年改訂）」及び「ＩＳＯ２４４４４ Cosmetics – Sun protection test methods – In vivo determination of the sun protection factor (SPF)」を参照されたい。

[0025] まず、基体（被験者の皮膚）の所定部位に日やけ止め皮膚外用剤のサンプ

ルを塗布し、任意に乾燥させてサンプル塗膜を形成する（図2（A））。その際、同一のサンプルを、基体の少なくとも2箇所に塗布して塗膜形成させるのが好ましい。図2においては、2種類のサンプル(1)及びサンプル(2)を、各々2箇所に塗布している。

[0026] 前記の所定部位としては、特に限定されないが、被験者の背中の肩甲骨から腰の間の領域とするのが好ましい。

[0027] 次いで、図2（B）に示すように、基体の少なくとも2箇所に形成されたサンプル塗膜の少なくとも1つに熱を付与する加熱処理を実施する。

[0028] 加熱処理に先立って、加熱する部位（「加熱部位」：図2（B）における右側）を加熱したときの熱が加熱処理しない部位（「非加熱部位」：図2（B）における左側）の温度を上昇させないような措置を講じておくのが好ましい。例えば、非加熱部位をタオルやアルミホイルといった断熱性又は遮熱性の部材で被覆しておく、あるいは、加熱部位と非加熱部位との中間に遮蔽材10を設けておくのが好ましい。前記の所定部位として、被験者の背中の肩甲骨から腰の間の領域を用いる場合には、遮蔽材10を被験者の背骨に沿って配設するのが好ましいが、それに限られるものではない。

[0029] 遮蔽材10は、例えば図2（B）における赤外線ランプ20から照射される熱（赤外線）を遮蔽して、熱が非加熱部位に到達することを防止するものである。遮蔽材10は、熱伝導率の低い材料、例えば、ウレタンフォーム等の発泡系断熱材、コルク、セルロースファイバー等の繊維系断熱材などからなる板状の部材を用いるのが好ましい。

[0030] 加熱の方法は特に限られず、例えば、赤外線ランプ20での赤外光照射等が好ましく用いられる。

また、加熱処理中は、加熱部位の温度が所定温度に保持されていることを確認するため、サーモグラフィーや温度計等で確認するのが好ましい。同時に、非加熱部位が温度変化していないこともサーモグラフィーや温度計等で確認するのが好ましい。

[0031] 加熱処理は、体表面温度より高く、かつ約45℃以下の温度で実施するの

が好ましい。体表面温度は環境温度や被験者の状態（発熱の有無や運動前後など）によって変動し得る。好ましくは、被験者として健常者（発熱のない者）を選択し、適温（例えば25℃）に温度調節された環境で所定時間（例えば、10分間、30分間、あるいは1時間など）安静にした被験者の体表面温度を採用するのが好ましい。通常は30℃以上程度、場合によっては、32℃以上、35℃以上、あるいは37℃以上になることもある。加熱処理は、当該体表面温度より少なくとも1℃以上、好ましくは2℃以上、より好ましくは3℃以上高い温度以上で実施するのが好ましい。加熱処理温度の上限は、日やけ止め化粧料の実使用温度（例えば、夏季の太陽光照射下での体表面温度は40℃程度、場合によっては41℃～45℃になることもある）及び被験者の安全等を考慮して、約45℃以下とするのが好ましい。

加熱時間は、熱による影響を的確に評価するために、1分以上とするのが好ましく、より好ましくは10分以上である。加熱時間の上限としては、特に限定されないが、通常は60分以下、好ましくは30分以下である。

[0032] 加熱処理が終了した後、加熱部位の温度が低下して通常の皮膚温に戻るまで放置する。好ましくは、加熱部位と非加熱部位の温度が同等になったことをサーモグラフィーや温度計等で確認する。

[0033] 最後に、任意に遮蔽材10等を除去した後、各サンプル塗膜のSPFを測定する（図2（C））。

具体的には、被験部位のサンプル塗布部分及びサンプル塗布部分に近接した未塗布部分に紫外線を照射し、所定時間（通常は16～24時間）経過後、被照射部分の2/3以上の面積に境界明瞭な、僅かな紅斑を最初に惹起する最小の紫外線量（MED）を決定する。なお、サンプル塗布部分のMEDをMED_p、未塗布部分のMEDをMED_uと称する。

当該被験者について決定したMED_p及びMED_uとを用い、以下の式に従って、当該サンプルの当該被験者におけるSPF（SPF_iともいう）を算出する。

[0034]

[数1]

$$SPFi = (MED_{pi}) / (MED_{ui})$$

[0035] 以上の工程を複数の被験者について実施し、各被験者において得られた $SPFi$ の算術平均（小数点以下切り捨て）の値を当該サンプルの SPF とする。

[0036] インビボで実施される本発明の評価方法において、紫外線防御効果の測定方法として、 PA 測定を採用する場合には、工程（１）及び（２）は上記と同様に実施し、工程（３）における SPF 測定に代えて、好ましくは日本化粧品工業連合会 UVA 防止効果測定法基準（２０１２年改訂）又は $ISO 24442$ に準じて測定した $UVA PF$ 又は PA を算出し、以下の分類に従って PA として表示することができる。

[0037] [表1]

$UVA PF$	分類表示
2 以上 4 未満	$PA+$
4 以上 8 未満	$PA++$
8 以上 16 未満	$PA+++$
16 以上	$PA++++$

[0038] なお、被験者の皮膚に紫外線を照射して SPF 、 $UVA PF$ を算出するインビボ測定においては、被験者に対して事前に説明文書を提示して測定の目的や内容を十分に説明し、文書による同意を得ておくのが好ましい。

また、医学的及び倫理的な配慮から、被験者は SPF 測定を受ける前の最低４週間は被検部（背部）を太陽光に曝さないことが推奨されていることに鑑み、加熱処理前の紫外線防御効果の測定（工程（１'））は実施しないのが好ましい。

[0039] （Ｂ）インビトロでの評価方法

本発明に係るインビトロの評価方法では、基体として $PMMA$ 、ナイロン、又はアクリル板等の樹脂基板、ガラスや石英等の無機物板を用いることが

できる。さらには紙などの有機物でも良い。好ましくは、表面にV字形状の溝を設けたP M M A板からなる皮膚代替膜（「Sプレート」ともいう：特許第4453995号参照）等を用いる。

[0040] 図1に示した工程（1）において、基体表面に所定量の日やけ止め皮膚外用剤のサンプル（被験資料）を塗布し、任意に乾燥させてサンプル塗膜を形成する。

次いで、工程（2）においてサンプル塗膜を形成した基体を加熱する。加熱方法としては、上記した赤外線照射でもよいが、サンプル塗膜を形成した基体を所定温度に調整した恒温槽内に静置することによって実施してもよい。あるいは、予め所定温度に加熱した基体にサンプル塗膜を形成することにより、工程（1）と工程（2）を同時に実施することもできる。

[0041] 加熱温度は30℃～70℃の範囲とするのが好ましい。加熱温度が70℃を超えると樹脂製の基板が溶解する等の問題を生じることがある。前記範囲内の温度であれば特に限定されず、例えば32℃以上、35℃以上、37℃以上、あるいは40℃以上とすることができ、65℃以下、60℃以下、55℃以下、あるいは50℃以下の温度で加熱処理してもよい。

加熱時間は、熱による影響を的確に評価するために、1分以上とするのが好ましく、より好ましくは10分以上である。加熱時間の上限としては、特に限定されないが、通常は60分以下、好ましくは30分以下である。

[0042] 前記工程（1）においては、複数の基体の各々に同量の同一サンプルで塗膜を形成し、その内の少なくとも1つを工程（2）における加熱処理に供し（加熱サンプル）、残り（非加熱サンプル）は常温に保持しておくのが好ましい。

[0043] 工程（2）の終了後、好ましくは基体の温度が常温に戻るまで放置し、各基体のサンプル塗膜の所定波長（U V A又はU V B領域）における吸光度を測定する（工程（3））。

本発明における「吸光度測定」には、単一波長（紫外線領域）での吸光度測定と、所定の波長領域に渡る吸光度測定とが含まれる（臨界波長測定も含

む)。

[0044] 工程(3)で測定した吸光度に基づいてSPF又はUVAPF(又はPPFA)を算出して、それらを紫外線防御効果の指標としてもよい。

[0045] また、工程(3)において、前記「加熱サンプル」の紫外線防御効果と「非加熱サンプル」の紫外線防御効果とを比較することにより、熱による紫外線防御効果の変化が検出できる。

[0046] さらに、工程(1)で形成された各サンプル塗膜の吸光度を測定する工程(1')を設けることにより、「加熱サンプル」及び「非加熱サンプル」の工程(1)と工程(3)における吸光度の変化が明らかになるので、それらの値を参照することにより、例えば経時的な変動といった熱に起因しない紫外線防御効果の変化を補償して、熱による変化を正確に把握することができる。

[0047] インビボ及びインビトロの測定において、熱以外の要因の影響を排除する観点から、加熱処理(工程(2))を、紫外線を遮断した環境で実施するのが好ましい。

[0048] 以上詳述したように、本発明の評価方法は、インビトロ又はインビボでの実施によらず、同一の日やけ止め皮膚外用剤(化粧品)サンプルについて、加熱サンプルの紫外線防御効果と非加熱サンプルの紫外線防御効果とを直接比較することが可能である。紫外線防御効果を比較する試験法とは、感光紙によるものや、紫外線照射により色が変わる物質を利用する試験法を含む。

従って本発明の評価方法は、熱によって紫外線防御効果が変わる、好ましくは熱によって紫外線防御効果が向上する日やけ止め皮膚外用剤(化粧品)をスクリーニングする方法として利用できる。さらに本発明は、当該スクリーニング方法によって同定された、熱によって紫外線防御効果が向上する日やけ止め皮膚外用剤(化粧品)も提供する。

実施例

[0049] 以下に実施例を挙げて本発明をさらに詳述するが、本発明はこれらの実施

例により何ら限定されるものではない。

[0050] 組成の異なる２種類の日やけ止め化粧料（（a）及び（b））を調整した。各外用剤のサンプル（ 2 mg/cm^2 ）を、複数の皮膚代替膜（Sプレート）に塗布して乾燥させた。

[0051] （a）及び（b）の各サンプル塗膜を形成した皮膚代替膜の一部を恒温槽（ 36.4°C ）に所定時間静置した。加熱処理後に各サンプルの紫外線防御効果（吸光度）を測定した。

[0052] （a）及び（b）の各サンプルについて、非加熱サンプルの紫外線防御効果を「100」としたとき、加熱後の紫外線防御効果（吸光度）の変化を以下の式に従って算出した。

[数2]

$$\text{紫外線防御効果の変化} = \left(\frac{\text{加熱後の吸光度}}{\text{非加熱の吸光度}} \right) \times 100$$

なお、紫外線防御効果は $280\sim400\text{ nm}$ の波長領域の吸光度を積算した値を用いて算出した。結果を図3のグラフに示す。

[0053] 図3に示すように、サンプル（a）は、加熱による紫外線防御効果の変化は殆ど観察されなかったが、サンプル（b）は加熱時間が増加するのに伴い紫外線防御効果が著しく向上した。

即ち、本発明の評価方法を利用することにより、熱によって紫外線防御効果が向上するという従来には知られていない新規な特性を有する日やけ止め化粧料を的確に見出すことが可能となった。即ち、本発明の評価方法は、熱によって紫外線防御効果に変化するという特性を有する日やけ止め化粧料をスクリーニングする方法として用いることができる。

符号の説明

[0054] 1：サンプル、2：基体、10：遮蔽材、20：赤外線ランプ

請求の範囲

- [請求項1] 皮膚外用剤の評価方法であって、
- (1) 基体上に皮膚外用剤の塗膜を形成する工程、
 - (2) 前記皮膚外用剤の塗膜を加熱処理する工程、及び
 - (3) 前記の加熱処理された皮膚外用剤の塗膜の皮膚に影響を与える光線に対する防御効果を測定する工程、
- を含むことを特徴とする評価方法。
- [請求項2] 前記(3)の皮膚に影響を与える光線が紫外線である、請求項1に記載の評価方法。
- [請求項3] 前記紫外線防御効果を測定する工程が、SPF測定、UVA PF又はPFA測定、臨界波長測定、吸光度測定、透過率測定、及び何らかの紫外線防御効果を比較する試験法から選択される少なくとも1つを含む、請求項2に記載の評価方法。
- [請求項4] 前記加熱処理が、紫外線を遮断した環境で実施される、請求項2又は3に記載の評価方法。
- [請求項5] インピボで実施される、請求項2から4のいずれか一項に記載の評価方法。
- [請求項6] 前記加熱処理が、体表面温度より高く、かつ45℃以下の温度で、1分間以上実施される、請求項5に記載の評価方法。
- [請求項7] (1A) 前記工程(1)と略同時に、前記基体の(1)における塗膜が形成されていない領域に、前記皮膚外用剤の別のサンプルの塗膜を形成する工程、
- (2A) 前記工程(2)が実施されるのと同じ時間、前記別のサンプル塗膜を常温に保持する工程、
 - (3A) 前記工程(3)と略同時に、前記別のサンプル塗膜の紫外線防御効果を測定する工程を更に含む、請求項5又は6に記載の評価方法。
- [請求項8] 前記基体が動物の皮膚の所定部位であり、前記加熱処理が赤外線を照

射することにより実施される、請求項 5 から 7 のいずれか一項に記載の評価方法。

[請求項9] 前記動物がヒトであり、前記所定部位が背中の肩胛骨から腰の間の領域であり、工程（１）における皮膚外用剤塗膜が、背中の肩胛骨から腰の間を２分割した一方の部位（加熱）部位に形成され、工程（１Ａ）における別のサンプル塗膜が前記２分割した他方の部位（非加熱部位）に形成される、請求項 8 に記載の評価方法。

[請求項10] 前記工程（２）及び（２Ａ）の前に、背中の肩胛骨と腰の間を２分割した一方の部位（加熱）部位と他方の部位（非加熱部位）との間を遮蔽材で仕切ることを含む、請求項 9 に記載の評価方法。

[請求項11] インビトロで実施される、請求項 2 から 4 のいずれか一項に記載の評価方法。

[請求項12] 前記加熱処理が、 30°C ～ 70°C の温度で、１分間以上実施される、請求項 11 に記載の評価方法。

[請求項13] 前記基体が樹脂製の皮膚代替膜である、請求項 11 又は 12 に記載の評価方法。

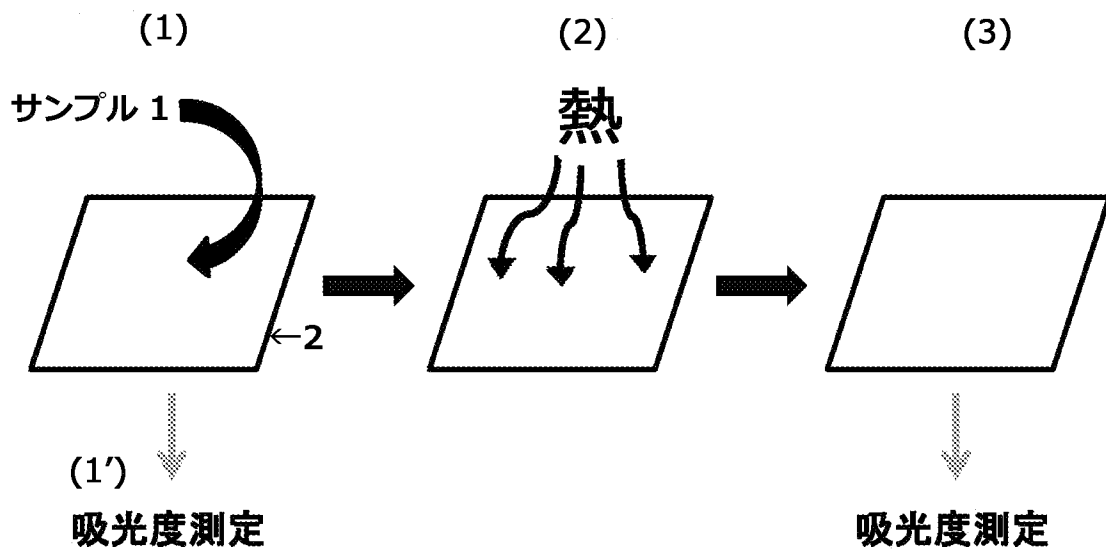
[請求項14] 前記加熱処理が、
（Ａ）皮膚外用剤を塗布したサンプルを恒温槽内に静置すること、又は
（Ｂ）赤外線を照射すること、により実施される、請求項 11 から 13 のいずれか一項に記載の評価方法。

[請求項15] 工程（１）の後に、基体上の塗膜の紫外線防御効果を測定することを更に含む、請求項 11 から 14 のいずれか一項に記載の評価方法。

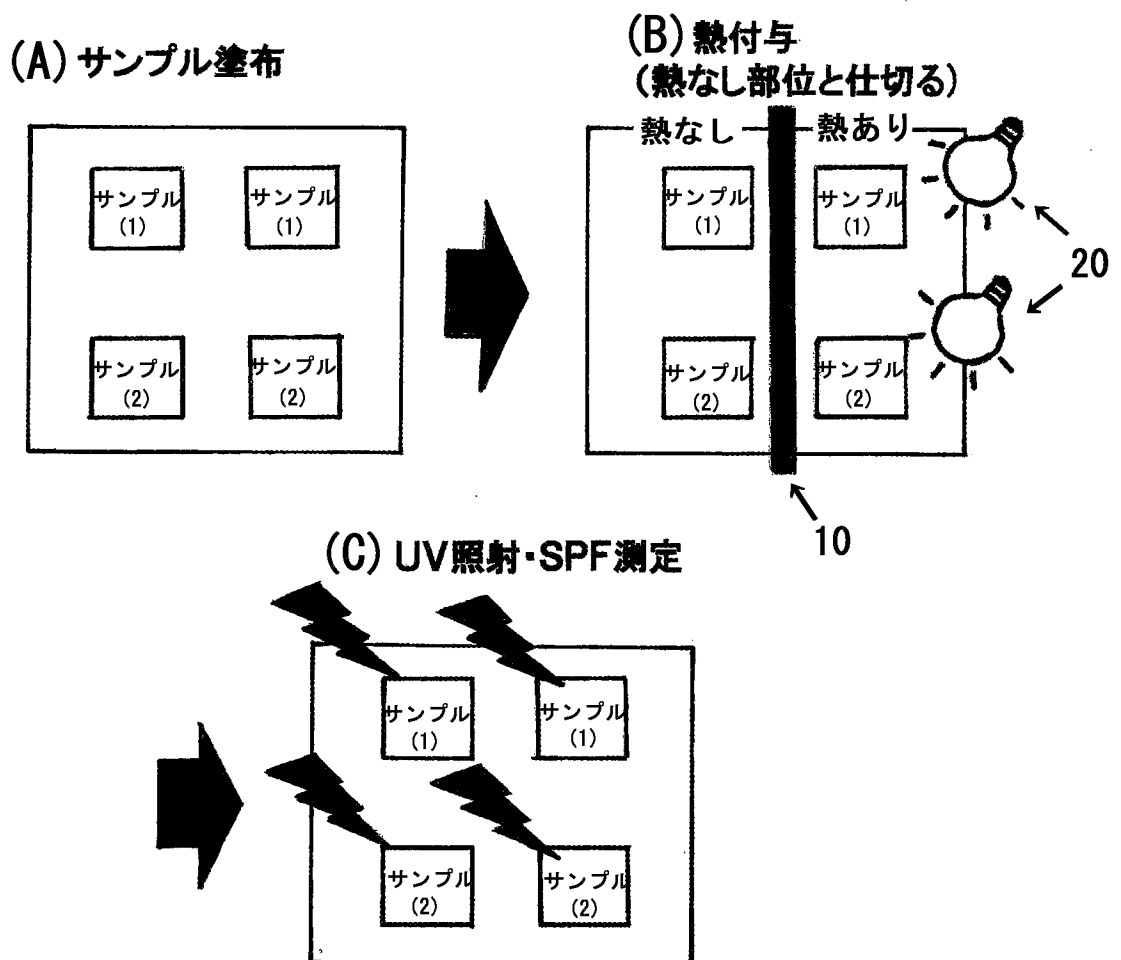
[請求項16] 請求項 2 から 15 のいずれか一項に記載の評価方法を実施し、
次いで、加熱したサンプル塗膜の紫外線防御効果と非加熱のサンプル塗膜の紫外線防御効果とを比較することにより、熱によって紫外線防御効果が向上する日やけ止め化粧料を同定する工程を含む、日やけ止め化粧料のスクリーニング方法。

[請求項17] 請求項16に記載のスクリーニング方法で同定される、熱によって紫外線防御効果が向上する日やけ止め化粧料。

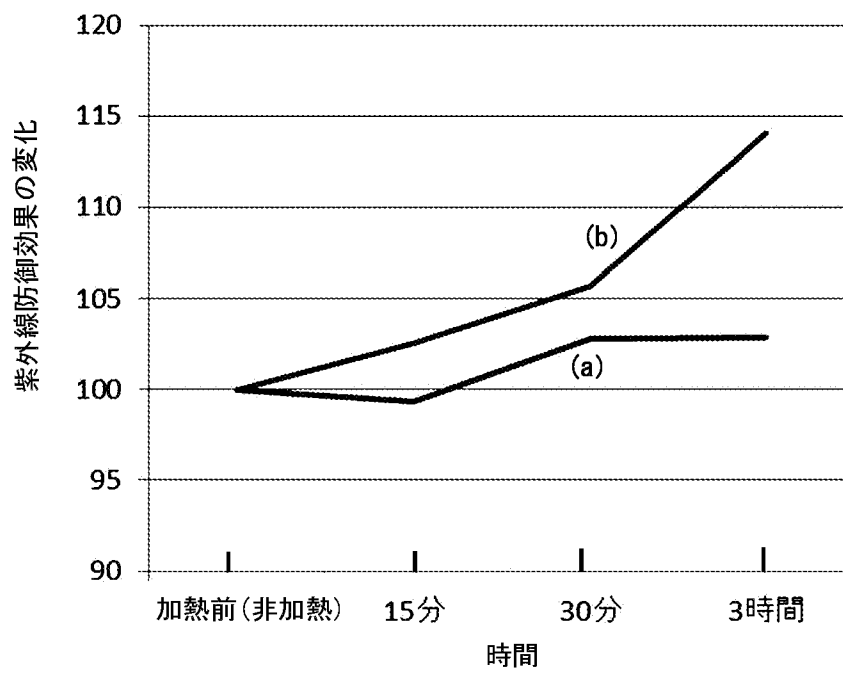
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/003305

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. G01N21/33 (2006.01) i, A61K8/00 (2006.01) i, A61Q17/04 (2006.01) i,
A61B5/00 (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)

Int.Cl. G01N21/00-21/958, A61K8/00-A61K8/99, A61Q17/00-17/04,
A61Q1/00-1/14, A61Q19/00-19/10, A61B5/00-5/22

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

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

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

JSTPlus/JST7580/JSTChina (JDreamIII), Science Direct, J-STAGE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2016/138249 A1 (EDGEWELL PERSONAL CARE BRANDS, LLC) 01 September 2016, page 5, line 17 to page 6,	1-4, 11-12,
Y	line 12, page 15, line 7 to page 17, line 8 & US 2018/0200176 A1 & EP 3261607 A1 & CN 107567328 A	14-17 5-10, 13
Y	美肌を守る紫外線対策, 資生堂インフォメーションレター, vol. 92, no. 2015, 001, 26 March 2015, pp. 1-9, non-official translation ("Countermeasures against UV rays to protect beautiful skin", SHISEIDO Information Letter)	5-10

☒ 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

"I" 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
25 March 2019 (25.03.2019)

Date of mailing of the international search report
09 April 2019 (09.04.2019)

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/JP2019/003305

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	紫外線防御効果測定法に関する最近の動向について, 日本化粧品技術者会誌, April 2013, vol. 47, no. 4, pp. 271-277, doi:10.5107/sccj.47.271, ("Current Conditions of Sun Protection Test Methods for Sunscreen Products", Journal of Society of Cosmetic Chemists of Japan)	5-10
Y	JP 2006-028335 A (HITACHI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) 02 February 2006, paragraph [0041] (Family: none)	13
Y	JP 2007-284516 A (TOYO INK MANUFACTURING CO., LTD.) 01 November 2007, paragraphs [0140], [0161] (Family: none)	13
A	WO 2016/068300 A1 (SHISEIDO CO., LTD.) 06 May 2016 (Family: none)	1-17
A	JP 2012-063323 A (SHISEIDO CO., LTD.) 29 March 2012 & US 2013/0169951 A1 & WO 2012/035864 A1 & EP 2618126 A1 & CN 103119419 A	1-17
A	JP 2014-071007 A (KAO CORP.) 21 April 2014 (Family: none)	1-17
A	JP 2017-146211 A (KAO CORP.) 24 August 2017 (Family: none)	1-17
A	WO 2010/095116 A1 (L'OREAL) 26 August 2010 & FR 2942406 A	1-17

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G01N21/33(2006.01)i, A61K8/00(2006.01)i, A61Q17/04(2006.01)i, A61B5/00(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 (I P C))

Int.Cl. G01N21/00-21/958, A61K8/00-A61K8/99, A61Q17/00-17/04, A61Q1/00-1/14, A61Q19/00-19/10, A61B5/00-5/22

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 9 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 9 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 9 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/JST7580/JSTChina (JDreamIII), Science Direct, J-STAGE

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	WO 2016/138249 A1 (EDGEWELL PERSONAL CARE BRANDS, LLC)	1-4, 11-12,
Y	2016.09.01, page 5, line 17-page 6, line 12, page 15, line 7-page 17, line 8 & US 2018/0200176 A1 & EP 3261607 A1 & CN 107567328 A	14-17 5-10, 13
Y	美肌を守る紫外線対策, 資生堂インフォメーションレター, Vol. 92, No. 2015, 001, 2015.03.26, pp. 1-9	5-10

☑ 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

2 5 . 0 3 . 2 0 1 9

国際調査報告の発送日

0 9 . 0 4 . 2 0 1 9

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

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)

嶋田 行志

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 2 5 7

2 W

8 3 5 3

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
Y	紫外線防御効果測定法に関する最近の動向について, 日本化粧品技術者会誌, 2013.04, 第47巻、第4号, 第271-277頁, doi: 10.5107/sccj.47.271	5-10
Y	JP 2006-028335 A (日立化成工業株式会社) 2006.02.02, [0041] (ファミリーなし)	13
Y	JP 2007-284516 A (東洋インキ製造株式会社) 2007.11.01, [0140]、[0161] (ファミリーなし)	13
A	WO 2016/068300 A1 (株式会社 資生堂) 2016.05.06, (ファミリーなし)	1-17
A	JP 2012-063323 A (株式会社 資生堂) 2012.03.29, & US 2013/0169951 A1 & WO 2012/035864 A1 & EP 2618126 A1 & CN 103119419 A	1-17
A	JP 2014-071007 A (花王株式会社) 2014.04.21, (ファミリーなし)	1-17
A	JP 2017-146211 A (花王株式会社) 2017.08.24, (ファミリーなし)	1-17
A	WO 2010/095116 A1 (L'OREAL) 2010.08.26, & FR 2942406 A	1-17