

(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
2012 年 11 月 8 日(08.11.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/150705 A1

- (51) 国際特許分類:
C11B 9/00 (2006.01) *A61K 9/107* (2006.01)
A61K 8/06 (2006.01) *A61K 9/113* (2006.01)
A61K 8/25 (2006.01) *A61Q 13/00* (2006.01)
A61K 8/86 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/061525
- (22) 国際出願日: 2012 年 5 月 1 日(01.05.2012)
- (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:
PCT/EP2011/057161 2011 年 5 月 4 日(04.05.2011) EP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社 資生堂(SHISEIDO COMPANY, LTD.) [JP/JP]; 〒1048010 東京都中央区銀座 7 丁目 5 番 5 号 Tokyo (JP). シセイドー インターナショナル フランス エス. エー. エス. (SHISEIDO INTERNATIONAL FRANCE S.A.S.) [FR/FR]; 75008 パリ、リュ デュ フォブール サントノーレ、11 PARIS (FR).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 尾島 晃司郎(OJIMA, Koujiro) [JP/JP]; 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早渕 2 丁目 2 番 1 号 株式会社資生堂 リサーチセンター(新横浜)内 Kanagawa (JP). 佐倉 徹(SAKURA, Tooru) [JP/JP]; 〒2248558 神奈川県横浜市都筑区早渕 2 丁目 2 番 1 号 株

式会社資生堂 リサーチセンター(新横浜)内 Kanagawa (JP). サバディ、ミッシェル(SABADIE, Michel) [FR/FR]; 45140 オルム、アベニュー ドゥ ジェネラル デュ ゴール、ユニテ デュ バルド ロワール、シセイドー インターナショナル フランス エス. エー. エス. ORMES (FR). ラス、ベネディクト(RACE, Benedicte) [FR/FR]; 45140 オルム、アベニュー ドゥ ジェネラル デュ ゴール、ユニテ デュ バルド ロワール、シセイドー インターナショナル フランス エス. エー. エス. ORMES (FR). ド シャパンヌ、カリーヌ(DE CHABANNES, Karine) [FR/FR]; 45140 オルム、アベニュー ドゥ ジェネラル デュ ゴール、ユニテ デュ バルド ロワール、シセイドー インターナショナル フランス エス. エー. エス. ORMES (FR).

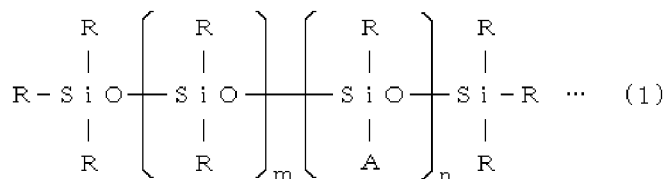
(74) 代理人: 岩橋 祐司(IWAHASHI, Yuji); 〒2210045 神奈川県横浜市神奈川区神奈川 2-18-16 Kanagawa (JP).

(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, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST,

[続葉有]

(54) Title: SEMI-TRANSPARENT FRAGRANCE COMPOSITION

(54) 発明の名称: 半透明フレグランス組成物



(57) Abstract: The present invention provides a stable, semi-transparent, alcohol-based fragrance composition into which a large amount of a fragrance material is blended. This fragrance composition is characterized in that: the total amount of a silicone oil (a) and an α -olefin oligomer (b) that is a hydrogenated product of a trimer to hexamer of an α -olefin having 4-12 carbon atoms is 2-12% by mass of the composition; the mass ratio (b)/(a) is 0.1-0.7; a polyether-modified silicone (c) represented by formula (1) is in an amount of 2-10 times the mass of the α -olefin oligomer (b); a fragrance material (d) is contained in the composition in an amount of 3-30% by mass; a lower alcohol (e) having 1-4 carbon atoms is contained in the composition in an amount of 50% by mass or more; water (f) is contained in the composition in an amount of 3.5-15% by mass; and the L value of the composition, said L value representing the ratio (%) of the intensity of transmitted light relative to the intensity of irradiated light, is 70-95. (In the formula, A represents a polyoxyalkylene group represented by the following general formula $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_m\text{R}'$ (wherein R' represents a hydrogen atom or a group that is selected from the group consisting of acyl groups having 1-10 carbon atoms and alkyl groups having 1-4 carbon atoms, a represents an integer of 5-50, and b represents an integer of 5-50); R represents a methyl group or a phenyl group; m represents an integer of 50-1,000; and n represents an integer of 1-40.)

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2012/150705 A1



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, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

本発明は、多量の香料を配合したアルコールベースの安定な半透明フレグランス組成物を提供する。本発明のフレグランス組成物は、(a) シリコーン油と (b) 炭素数 4 ～ 12 の α -オレフィンの 3 ～ 6 量体の水素添加物である α -オレフィンオリゴマーの合計量が組成物中 2 ～ 12 質量%で (b) / (a) の質量比が 0.1 ～ 0.7、(c) 式 (1) のポリエーテル変性シリコーンが (b) α -オレフィンオリゴマーに対して 2 ～ 10 質量倍、(d) 香料が組成物中 3 ～ 30 質量%、(e) 炭素数 1 ～ 4 の低級アルコールが組成物中 50 質量%以上、(f) 水が組成物中 3.5 質量% ～ 15 質量%であり、組成物の照射光強度に対する透過光強度の割合 (%) である L 値が 70 ～ 95 である。(1) (A は一般式: $-C_3H_6O(C_2H_4O)_a(C_3H_6O)_bR'$ (式中、R' は水素原子、炭素数 1 ～ 10 のアシル基及び炭素数 1 ～ 4 のアルキル基からなる群から選択される基であり、また a は 5 ～ 50 の整数であり、b は 5 ～ 50 の整数) で示されるポリオキシアルキレン基; R はメチル基又はフェニル基; m は 50 ～ 1,000 の整数; n は 1 ～ 40 の整数。)

明 細 書

発明の名称：半透明フレグランス組成物

関連出願

[0001] 本出願は、2011年5月4日付け出願の国際出願PCT/EP2011/057161の優先権を主張しており、ここに折り込まれるものである。

技術分野

[0002] 本発明はフレグランス組成物、特に半透明で安定性に優れたアルコールベースの半透明フレグランス組成物に関する。

背景技術

[0003] 香水やオーデコロン、オードトワレ、オードパルファムなどに代表されるフレグランス組成物としては、1～30質量%の香料を多量のエタノールに溶解した透明なアルコール溶液が広く用いられている。

一方、化粧品などの製品において、外観は消費者が選択する上での重要な要素の一つとなっており、フレグランス組成物においても高級感のある新しい外観の製品、例えば半透明のフレグランス製品が得られれば、製品の競合性を高めることができる。

しかしながら、フレグランス組成物は、その芳香性、使用性などから、多量の香料とともに多量のアルコールを含んでいる。このため、安定な半透明のフレグランス組成物を得ることは困難であった。

[0004] 特許文献1には、低級アルコールを主体とする外相中に油相を均一かつ安定に分散させたアルコール・水中油型乳化組成物が記載されている。この乳化組成物は、エタノール等の低級アルコールを50重量%以上含有しており、さらに油分、水、及び乳化剤として特定のポリエーテル変性シリコーン乳化剤を必須成分として含有するものである。なお、特許文献1には、香料を適量配合したアルコール・水中油型乳化組成物である毛髪化粧品も記載されているが、毛髪化粧品における香料の配合量は通常は1質量%以下、典型的には0.2質量%以下に過ぎない。

[0005] 本発明者らは、香料も油性成分の一つであることから、特許文献1の技術を応用して、多量の香料を配合したアルコールベースのフレグランス組成物の調製を試みた。しかしながら、油分の代わりに香料を用いると透明な組成物となってしまう、半透明で安定なフレグランス組成物を得ることは非常に困難であった。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特許第3417567号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 本発明は前記背景技術に鑑みなされたものであり、その目的は、多量の香料を配合したアルコールベースの安定な半透明フレグランス組成物を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明者らが鋭意検討を行った結果、特定の組成とすることで、香料を高配合したアルコールベースの安定な半透明フレグランス組成物が容易に得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0009] すなわち、本発明にかかる半透明フレグランス組成物は、

(a) シリコーン油と、

(b) 炭素数4～12の α -オレフィンの3～6量体の水素添加物である α -オレフィンオリゴマーと、

(c) 下記式(1)で示されるポリエーテル変性シリコーンと、

(d) 香料と、

(e) 炭素数1～4の低級アルコールと、

(f) 水と、

を含有し、

(a) シリコーン油と (b) α -オレフィンオリゴマーの合計量が組成物

中 2 ～ 1 2 質量％で、且つ、(b) / (a) の質量比が 0.1 ～ 0.7 であり、

(c) ポリエーテル変性シリコンが (b) α -オレフィンオリゴマーに対して 2 ～ 10 質量倍であり、

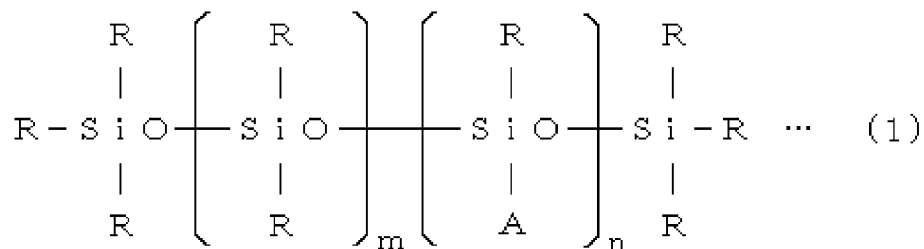
(d) 香料が組成物中 3 ～ 30 質量％であり、

(e) 低級アルコールが組成物中 50 質量％以上であり、

(f) 水が組成物中 3.5 質量％～ 15 質量％であり、

組成物の照射光強度に対する透過光強度の割合 (%) である L 値が 70 ～ 95 であることを特徴とする半透明フレグランス組成物である。

[0010]



(式中、A は一般式： $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b\text{R}'$ (式中、 R' は水素原子、炭素数 1 ～ 10 のアシル基及び炭素数 1 ～ 4 のアルキル基からなる群から選択される基であり、また a は 5 ～ 50 の整数であり、b は 5 ～ 50 の整数である。) で示されるポリオキシアルキレン基である。R はそれぞれメチル基又はフェニル基であり、また m は 50 ～ 1,000 の整数であり、n は 1 ～ 40 の整数である。)

[0011] また、本発明は、前記フレグランス組成物において、低級アルコールがエタノールであることを特徴とする半透明フレグランス組成物を提供する。

発明の効果

[0012] 本発明によれば、多量の香料を含有するアルコールベースの半透明フレグランス組成物が得られ、この組成物は安定性に優れるものである。

発明を実施するための形態

[0013] (a) シリコン油

本発明において用いるシリコン油としては、通常化粧品等に配合される

ものを用いることができる。このようなシリコーン油としては、例えば、鎖状ポリシロキサン（ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジフェニルポリシロキサン等）；環状ポリシロキサン（デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン等）、3次元網目構造を形成しているシリコーン樹脂、シリコーンゴム、各種変性ポリシロキサン（アミノ変性ポリシロキサン、ポリエーテル変性ポリシロキサン、アルキル変性ポリシロキサン、フッ素変性ポリシロキサン等）等が挙げられる。本発明において好適なシリコーン油の例としては、鎖状ポリシロキサン、環状ポリシロキサンが挙げられる。

[0014] (b) α -オレフィンオリゴマー

α -オレフィンオリゴマーは、高分子量（平均分子量は通常300以上）で、常温液体の炭化水素である。本発明で用いる α -オレフィンオリゴマーは、炭素数4～12（好ましくは炭素数6～12、さらに好ましくは炭素数8～12）の直鎖 α -オレフィンの3～6量体（好ましくは3～5量体）の水素添加物であり、 α -オレフィンを重合した後、末端の二重結合を水素添加して得られる分岐飽和炭化水素である。このような α -オレフィンオリゴマーは、公知の方法で合成できるが、市販品を利用することもできる。市販品としては、例えば、「シンセラン 4」（日光ケミカルズ（株））、「ノムコートHP-30」（日清オイリオグループ（株））などが挙げられる。

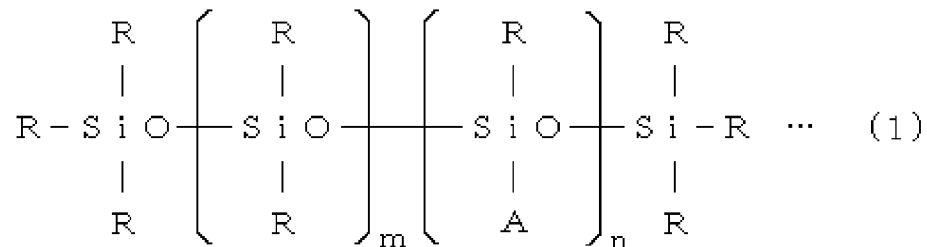
[0015] 本発明のフレグランス組成物中、 α -オレフィンオリゴマーは、前記シリコーン油に対して0.1質量倍以上、さらには0.2質量倍以上であることが好ましい。また、0.7質量倍以下、さらには0.6質量倍以下であることが好ましい。 α -オレフィンオリゴマーがシリコーン油に対して少なすぎる場合には、組成物が透明になってしまうことがあり、多すぎる場合には十分に乳化できず安定な半透明組成物が得られないことがある。

[0016] また、(a)シリコーン油と(b) α -オレフィンオリゴマーの合計量は、本発明のフレグランス組成物中2質量%以上、さらには4質量%以上であることが好ましい。また、12質量%以下、さらには10質量%以下である

ことが好ましい。(a) シリコン油と (b) α -オレフィンオリゴマーの合計量が少なすぎると組成物が透明になってしまうことがあり、多すぎると十分に乳化できず安定な半透明組成物が得られないことがある

[0017] (c) ポリエーテル変性シリコン

本発明で用いられるポリエーテル変性シリコンは、下記式 (1) で示される。



[0018] 式 (1) 中、R はそれぞれメチル基又はフェニル基であり、また m は 50 ~ 1,000 の整数であり、n は 1 ~ 40 の整数である。

A は式 $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b\text{R}'$ で示されるポリオキシアルキレン基である。

R' は水素原子、炭素数 1 ~ 10 のアシル基及び炭素数 1 ~ 4 のアルキル基からなる群から選択される基であり、また a は 5 ~ 50 の整数であり、b は 5 ~ 50 の整数である。

[0019] R' の炭素数 1 ~ 10 のアシル基として、飽和又は不飽和のアシル基が挙げられ、具体的には、ホルミル基、アセチル基、プロピオニル基、ブチリル基、アクリロイル基、ベンゾイル基、トルオイル基等が例示される。炭素数 1 ~ 4 のアルキル基として、具体的には、メチル基、エチル基、i-プロピル基、n-プロピル基、t-ブチル基、n-ブチル基等が例示される。

ポリオキシアルキレン基において、a 又は b が 5 未満である場合には、ポリエーテル変性シリコンが十分な界面活性効果を示さなくなり、また a 又は b が 50 を超える場合には、得られた組成物がべとつき感を有するようになる。

[0020] ポリオキシアルキレン基の分子中での含有量は特に限定されないが、ポリ

オキシアルキレン基の含有量が全分子量中20質量%を超えるものが望ましい。これは、ポリオキシアルキレン基の含有量が全分子量中20質量%以下の場合には、ポリエーテル変性シリコーンの効果が著しく低下し、安定性が不十分となることがあるためである。

[0021] また、 m は50～1,000の整数であり、 n は1～40の整数である。これは、 m が50未満であり、 n が1未満である場合には、安定性に乏しく、また m が1,000を超え、 n が40を超える場合には、得られた組成物にべたつき感が生じるようになるからである。また、 $m:n$ は200:1～5:1であることが好ましく、60:1～15:1であることが特に好ましい。

[0022] 本発明に用いられるポリエーテル変性シリコーンの分子量は特に限定されず、またその25℃における粘度は特に限定されないが、特に安定性のあるエマルジョンを形成し、さらさら感を有することから、ポリエーテル変性シリコーンをオクタメチルテトラシロキサン又はイソパラフィンの50質量%溶液とした時の粘度が1,000～100,000cpsの範囲であることが望ましい。

[0023] ポリエーテル変性シリコーンは α -オレフィンオリゴマーに対して2質量倍以上、さらには3質量倍以上であることが好ましい。また、10質量倍以下、さらには9質量倍以下であることが好ましい。ポリエーテル変性シリコーンが α -オレフィンオリゴマーに対して少なすぎる場合には十分に乳化できず安定な半透明組成物が得られないことがあり、多すぎる場合には透明になってしまうことがある。

[0024] (d) 香料

本発明において用いる香料は特に制限されず、化粧料や医薬品、あるいは芳香剤などに通常用いられる香料はいずれも使用することができる。例えば、動物系、植物系、鉱物系の天然香料及び合成香料が挙げられる。

[0025] 香料は本発明の組成物中3質量%以上、さらには5質量%以上が好ましい。また、30質量%以下、さらには20質量%以下が好ましい。香料の配合

量が少なすぎると十分な芳香が得られず、また、組成物が透明になってしまふことがある。一方、香料を過剰に配合すると芳香が強くなりすぎたり、べたつきを生じたり、透明性が増大することがあり、また、他の成分の配合量が制限される。

[0026] (e) 低級アルコール

本発明において低級アルコールはフレグランス組成物の連続相の主成分であり、香料の芳香性や使用性などから組成物中50質量%以上配合される。

本発明に用いられる低級アルコールは炭素数1～4の一価アルコールが挙げられるが、安全性の面を考慮すればエタノールが特に好ましい。

なお、i s o -プロパノール、n -プロパノール、t e r t -ブタノール、s e c -ブタノール等は疎水性が強すぎるため、これらを配合する場合にはエタノールと併用することが望ましい。

[0027] (f) 水

水は本発明のフレグランス組成物中3.5質量%、さらには4質量%以上とすることが好ましい。また、15質量%以下、さらには13質量%以下とすることが好ましい。水が少なすぎると組成物が透明になってしまうことがあり、多すぎると、ミルク状に白濁したり、安定性が低下することがある。

[0028] 本発明のフレグランス組成物は、例えば、次のように製造することが好適である。

(i) (a) シリコーン油、(b) α -オレフィンオリゴマー、(c) ポリエーテル変性シリコーン、及び(d) 香料を、(e) 低級アルコールの一部を用いて室温で混合溶解する(パートB)。

(i i) (e) 低級アルコールの残部と(f) 水とを室温で混合溶解する(パートA)。

(i i i) パートAとパートBとを混合してフレグランス組成物を得る。

[0029] このような方法によれば、パートAとパートBとをスターラーなどを用いて室温で混合・攪拌するだけで簡単に安定なマイクロエマルジョンである半透明フレグランス組成物を得ることができ、加熱や乳化機が不要である。

前記（i）の工程においては、パーツBが透明な一液相溶液になるように可溶化されることが好適である。また、パーツBは高粘度のポリエーテル変性シリコンを含むが、（e）低級アルコールの一部を用いることで低粘度になっている。このようなパーツBをパーツAと室温で混合するだけで、特に機械的に乳化せずとも、分散乳化粒子が1 μm 以下であるマイクロエマルジョンが容易に形成され、安定性に優れる半透明フレグランス組成物（分散相：油相、連続相：含水エタノール相）が得られる。

なお、本発明において、前記必須成分以外の成分を配合する場合には、その親和性に応じてパーツA又はパーツBに適宜配合してフレグランス組成物を調製すればよい。通常の場合、親油性成分はパーツBに、親水性成分はパーツAに配合すればよい。

[0030] 本発明のフレグランス組成物において、半透明の指標としては、組成物の照射光強度に対する透過光強度の割合（％）であるL値を採用することができる。組成物のL値が大きいほど透明であることを意味し、小さいほど白濁していることを意味する。本発明においてL値は後述の実施例のようにして測定されたものである。

本発明の半透明フレグランス組成物のL値は70～95、好ましくは75～90である。L値が70より小さい組成物は明らかに白濁しており、高級感がない。一方、L値が95より大きいと透明性が高く、やはり高級感が得られず、従来品とも外観上の差異がほとんどなくなってしまう。

[0031] 本発明のフレグランス組成物には、上記必須成分の他に、本発明の効果を損なわない限り、通常フレグランス組成物に配合される成分や、化粧料、医薬部外品、医薬品などに配合可能な成分など、その他の成分を配合することができる。例えば、シリコン油や α -オレフィンオリゴマー以外の油分、紫外線吸収剤、美白剤、界面活性剤、保湿剤、多価アルコール、ビタミン、増粘剤、被膜剤、酸化防止剤、各種薬剤等が挙げられる。

[0032] 本発明のフレグランス組成物は、香水（パルファム）、オードパルファム、オードトワレ、オードコロンなどの芳香化粧料として好適に用いられる。

また、家庭用芳香剤などとしても利用可能である。

実施例

[0033] 以下、代表例を挙げて本発明をさらに説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。配合量は特に指定のない限り質量%で示す。評価方法は次の通り。

(外観)

試料を調製直後に肉眼で観察した。

[0034] (L 値)

サンプルを希釈せずに石英ガラスセル（光路長 10 mm）に充填し、20℃で、積分球分光光度計（GRETAG MACBETH社 CE7000A）で透過測定を行なった。

すなわち、サンプルに対して積分球によりあらゆる角度から均等に光を照射し、サンプル面の法線方向で受光した透過光強度の照射光強度に対する割合（%）をL値として得た。

[0035] (安定性)

試料を室温（約20℃）で1ヶ月保存後、外観を肉眼で観察し、次のように評価した。

○：分離等の外観変化が認められない。

△：分離等の外観変化がほとんど認められない。

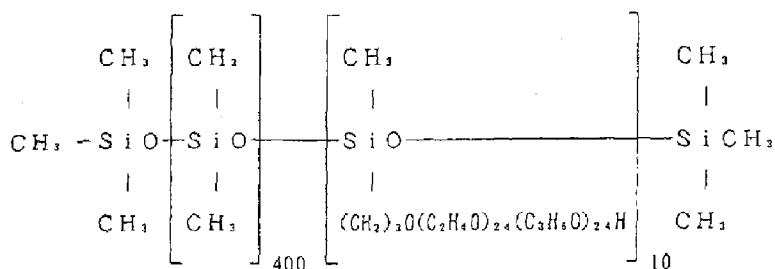
×：分離等の外観変化が認められる。

[0036]

[表1]

	試料				
	1	2	3	4	5
<パーツA>					
イオン交換水	3	3	3	3	3
96%エタノール	62	67	62	62	62
<パーツB>					
96%エタノール	10	10	10	10	10
ホリエーテル変性シリコン*1	10	10	10	10	10
香料*2	10	10	10	10	10
α -オレフィンオリゴマー*4	1	0	0	5	0
ジメチルホリシロキサン(6mPa・s)	4	0	5	0	4
イソパラフィン*3	0	0	0	0	1
合計	100	100	100	100	100
外観	半透明	透明	透明	乳化不良	透明
L値	88	99	97	—	99
安定性(室温×1M)	○	○	○	×(分離)	○

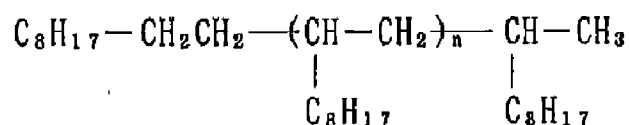
*1: 下記式のポリマーの50質量%イソパラフィン溶液、以下同様。



*2: INCI 名 Ethylene Brassylate (A&E Connock 社)。以下同様。

*3: 日石アイソゾール 400(新日本石油(株)製、主成分は C_{16} イソパラフィン)。

*4: シンセラン 4(日光ケミカルズ(株))。構造式は下記の通り(n=1~3)。以下同様。



[0037] (製法)

パーツ A の成分をマグネチックスターラーを用いて室温で混合溶解し、透

明溶液を得た。別に室温で混合したパーツBにマグネチックスターラーで攪拌しながら前記パーツAを室温で添加・混合して、目的のフレグランス組成物を得た。

[0038] 表1の組成でフレグランス組成物を調製した。試料2のように、油性成分として香料のみを配合した場合には、透明な組成物となってしまった。これは、香料は油性成分であるものの、シリコーン油や α -オレフィンオリゴマーなど通常の油分とは異なってエタノール可溶性であるため、香料が多量のエタノール中に溶解してしまうためであると考えられた。

これに対して、試料1のように、香料とともにシリコーン油と α -オレフィンオリゴマーとを併用した場合には安定な半透明の組成物とすることができた。 α -オレフィンオリゴマーなしでは、例え他の炭化水素油を用いたとしても、外観が透明となり、半透明組成物は得られなかった（試料3、試料5）。また、シリコーン油なしでは十分な乳化ができず安定な半透明組成物は得られなかった（試料4）。

そこで、 α -オレフィンオリゴマー／シリコーン油の比率を変えてさらに検討を行った。

[0039]

[表2]

	試料				
	6	7	8	9	10
<パーツA>					
イオン交換水	3	3	3	3	3
96%エタノール	62	62	62	62	62
<パーツB>					
96%エタノール	10	10	10	10	10
ポリエーテル変性シリコン*1	10	10	10	10	10
香料*2	10	10	10	10	10
α -オレフィンオリゴマー*4	0	1	2	3	4
ジメチルポリシロキサン(6mPa・s)	5	4	3	2	1
合計	100	100	100	100	100
α -オレフィンオリゴマー/シリコン油	0.00	0.25	0.67	1.50	4.00
外観	透明	半透明	半透明	乳化不良	乳化不良
L値	97	88	70	—	—
安定性(室温×1M)	○	○	○	×(分離)	×(分離)

[0040] 表2の組成でフレグランス組成物を調製した。製法は表1に準じた。

表2のように、シリコン油に対して α -オレフィンオリゴマーが少なすぎると、透明になってしまうことがあり、多すぎると十分な乳化が困難となって安定な半透明組成物が得られないことがあった。

このようなことから、 α -オレフィンオリゴマー／シリコン油の比率は、0.1～0.7、さらには0.2～0.6であることが好ましいと考えられた。

さらに、シリコン油と α -オレフィンオリゴマーとの合計量を変えて検討を行った。

[0041]

[表3]

	試料			
	11	12	13	14
<パーツA>				
イオン交換水	3	3	3	3
96%エタノール	66	62	57	52
<パーツB>				
96%エタノール	10	10	10	10
ポリエーテル変性シリコン*1	10	10	10	10
香料*2	10	10	10	10
α -オレフィンオリゴマー*4	0.2	1	2	3
ジメチルポリシロキサン(6mPa・s)	0.8	4	8	12
合計	100	100	100	100
α -オレフィンオリゴマー/シリコン油	0.25	0.25	0.25	0.25
外観	透明	半透明	半透明	乳化不良
L値	98	88	72	—
安定性(室温×1M)	○	○	○	×(分離)

[0042] 表3の組成でフレグランス組成物を調製した。製法は表1に準じた。

表3のように、 α -オレフィンオリゴマーとシリコン油の合計量が少なすぎると透明になってしまうことがあり、多すぎると十分に乳化できず安定な半透明組成物が得られないことがあった。

このようなことから、 α -オレフィンオリゴマーとシリコン油の合計量は組成物中2～12質量%、さらには4～10質量%であることが好適であると考えられた。

また、水の量を変えて検討を行った。

[0043]

[表4]

	試料				
	15	16	17	18	19
<パーツA>					
イオン交換水	0	1	2	10	15
96%エタノール	65	64	63	55	50
<パーツB>					
96%エタノール	10	10	10	10	10
ポリエーテル変性シリコン*1	10	10	10	10	10
香料*2	10	10	10	10	10
α -オレフィンオリゴマー*4	1	1	1	1	1
ジメチルポリシロキサン(6mPa・s)	4	4	4	4	4
合計	100	100	100	100	100
水合計(%)	3	3.96	4.92	12.6	17.4
α -オレフィンオリゴマー/シリコン油	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
外観	透明	僅か半透明	半透明	半透明	ミルク状
L値	98	95	94	73	42
安定性(室温×1M)	○	○	○	○	×(分離)

[0044] 表4の組成でフレグランス組成物を調製した。製法は表1に準じた。

表4のように、水が少なすぎると、フレグランス組成物が透明になってしまう場合がある。一方、水を過剰に配合するとミルク状に白濁したり、分離を生じたりすることがある。

このような結果から、水は組成物中3.5質量%～15質量%、さらには4～13質量%が好適であると考えられた。

また、香料の量を変えて検討を行った。

[0045]

[表5]

	試料				
	20	21	22	23	24
<パーツA>					
イオン交換水	3	3	3	3	2
96%エタノール	71	69	62	52	43
<パーツB>					
96%エタノール	10	10	10	10	10
ポリエーテル変性シリコン*1	10	10	10	10	10
香料*2	1	3	10	20	30
α -オレフィンオリゴマー*4	1	1	1	1	1
ジメチルポリシロキサン(6mPa・s)	4	4	4	4	4
合計	100	100	100	100	100
α -オレフィンオリゴマー/シリコン油	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
外観	ミルク状	半透明	半透明	半透明	僅か半透明
L値	67	85	88	93	95
安定性(室温×1M)	クリーミング	○	○	○	○

[0046] 表5の組成でフレグランス組成物を調製した。製法は表1に準じた。

表5のように、香料が少なすぎると、フレグランス組成物がミルク状に白濁してしまうことがあった。一方、香料を増量すると半透明組成物が得られ、30質量%の配合も可能であった。しかしながら、香料増量に伴って、L値が上昇して透明に近づく傾向が認められた。

このような結果から、本発明においては、香料の配合量を組成物中3～30質量%、さらには5～20質量%とすることが好適である。

さらに、ポリエーテル変性シリコンの量を変えて検討を行った。

[0047]

[表6]

	試料						
	25	26	27	28	29	30	31
<パーツA>							
イオン交換水	3	3	3	3	3	3	3
96%エタノール	69	66	62	52	48	49	54
<パーツB>							
96%エタノール	10	10	10	10	10	10	10
ポリエーテル変性シリコン*1	3	6	10	18	24	15	20
香料*2	10	10	10	10	10	15	3
α -オレフィンオリゴマー*4	1	1	1	1	1	2	2
ジメチルポリシロキサン(6mPa・s)	4	4	4	4	4	6	8
合計	100	100	100	98	100	100	100
α -オレフィンオリゴマー/シリコン油	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.33	0.25
変性シリコン/ α -オレフィンオリゴマー	1.5	3	5	9	12	4	5
外観	乳化不良	半透明	半透明	半透明	透明	半透明	半透明
L値	—	86	88	92	—	85	78
安定性(室温×1M)	×(分離)	○	○	○	○	○	○

[0048] 表6の組成でフレグランス組成物を調製した。製法は表1に準じた。

表6のように、 α -オレフィンオリゴマーに対してポリエーテル変性シリコンの量が少なすぎると、十分に乳化できず安定な半透明組成物が得られないことがあった。一方、ポリエーテル変性シリコンを過剰に配合すると組成物が透明になることがあった。

このような結果から、ポリエーテル変性シリコンは α -オレフィンオリゴマーに対して2～10質量倍、さらには3～9質量倍であることが好適であると考えられた。

[0049] 表7は、試料1において、香料の種類を変えた結果である。表7からわかるように、多様な香料を用いて安定な半透明のフレグランス組成物を得ることができる。

[0050]

[表7]

	試料		
	32	33	34
<パーツA>			
イオン交換水	3	3	3
96%エタノール	62	62	62
<パーツB>			
96%エタノール	10	10	10
ポリエーテル変性シリコン*1	10	10	10
HEDION*5	10	–	–
LINALOOL*6	–	10	–
ISO E SUPER*7	–	–	10
α -オレフィンオリゴマー*4	1	1	1
ジメチルポリシロキサン(6mPa・s)	4	4	4
合計	100	100	100
外観	半透明	半透明	半透明
L値	89	92	87
安定性(室温×1M)	○	○	○

*5: INCI 名 Methyl dihydrojasmonate (Firmenich 社)

*6: INCI 名 Linalool (Takasago 社)

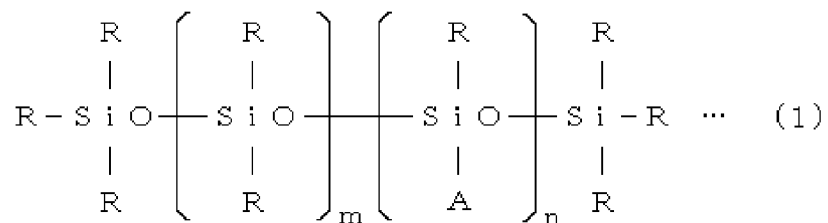
*7: INCI 名 Tetramethyl Acetyloctahydronaphthalenes
(International Flavors&Fragrances 社)

請求の範囲

[請求項1]

(a) シリコーン油と、
 (b) 炭素数4～12の α -オレフィンの3～6量体の水素添加物である α -オレフィンオリゴマーと、
 (c) 下記式(1)で示されるポリエーテル変性シリコーンと、
 (d) 香料と、
 (e) 炭素数1～4の低級アルコールと、
 (f) 水と、
 を含有し、

(a) シリコーン油と (b) α -オレフィンオリゴマーの合計量が組成物中2～12質量%で、且つ、
 (b) / (a) の質量比が0.1～0.7であり、
 (c) ポリエーテル変性シリコーンが (b) 前記 α -オレフィンオリゴマーに対して2～10質量倍であり、
 (d) 香料が組成物中3～30質量%であり、
 (e) 低級アルコールが組成物中50質量%以上であり、
 (f) 水が組成物中3.5質量%～15質量%であり、
 組成物の照射光強度に対する透過光強度の割合(%)であるL値が70～95であることを特徴とする半透明フレグランス組成物。



(式中、Aは一般式： $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b\text{R}'$

(式中、R'は水素原子、炭素数1～10のアシル基及び炭素数1～4のアルキル基からなる群から選択される基であり、またaは5～50の整数であり、bは5～50の整数である。)で示されるポリオキ

シアルキレン基である。Rはメチル基又はフェニル基であり、またmは50～1,000の整数であり、nは1～40の整数である。)

[請求項2] 請求項1記載の組成物において、低級アルコールがエタノールであることを特徴とする半透明フレグランス組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/061525

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C11B9/00(2006.01)i, A61K8/06(2006.01)i, A61K8/25(2006.01)i, A61K8/86
(2006.01)i, A61K9/107(2006.01)i, A61K9/113(2006.01)i, A61Q13/00(2006.01)i

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)

C11B9/00, A61K8/06, A61K8/25, A61K8/86, A61K9/107, A61K9/113, A61Q13/00

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	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

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

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2008/143140 A1 (Shiseido Co., Ltd.), 27 November 2008 (27.11.2008), claims; examples (particularly, prescription examples 1 to 3); table 3 & US 2010/0080832 A1 & EP 2149362 A1 & CN 101677914 A	1, 2
A	JP 2010-254632 A (Shiseido Co., Ltd.), 11 November 2010 (11.11.2010), claims; paragraphs [0006], [0010] to [0021], [0043]; examples & WO 2010/125783 A1	1, 2

☒ 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
08 June, 2012 (08.06.12)

Date of mailing of the international search report
19 June, 2012 (19.06.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/061525

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2007-513222 A (Henkel KGaA), 24 May 2007 (24.05.2007), claims; examples & US 2007/0128232 A1 & WO 2005/051339 A1 & DE 10354564 B3	1, 2
A	JP 2010-116354 A (Shiseido Co., Ltd.), 27 May 2010 (27.05.2010), claims; examples; table 1 (Family: none)	1, 2
A	JP 2010-173999 A (Shiseido Co., Ltd.), 12 August 2010 (12.08.2010), claims; examples; tables 1 to 4 & WO 2010/086948 A1	1, 2

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C11B9/00(2006.01)i, A61K8/06(2006.01)i, A61K8/25(2006.01)i, A61K8/86(2006.01)i,
A61K9/107(2006.01)i, A61K9/113(2006.01)i, A61Q13/00(2006.01)i

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. C11B9/00, A61K8/06, A61K8/25, A61K8/86, A61K9/107, A61K9/113, A61Q13/00

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 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 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(JDreamII)

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
A	WO 2008/143140 A1 (株式会社資生堂) 2008.11.27, 請求の範囲、実施例 (特に、処方例 1 - 3)、表 3 等 & US 2010/0080832 A1 & EP 2149362 A1 & CN 101677914 A	1, 2
A	JP 2010-254632 A (株式会社資生堂) 2010.11.11, 特許請求の範囲、【0006】、【0010】 - 【0021】、 【0043】、実施例等 & WO 2010/125783 A1	1, 2

☒ 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

0 8 . 0 6 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

1 9 . 0 6 . 2 0 1 2

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)

井上 恵理

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 8 3

4 V

4 7 6 7

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
A	JP 2007-513222 A (ヘンケル・コマンディットゲゼルシャフト・ア ウフ・アクチエン) 2007.05.24, 特許請求の範囲、実施例等 & US 2007/0128232 A1 & WO 2005/051339 A1 & DE 10354564 B3	1, 2
A	JP 2010-116354 A (株式会社資生堂) 2010.05.27, 特許請求の範囲、実施例、表 1 等 (ファミリーなし)	1, 2
A	JP 2010-173999 A (株式会社資生堂) 2010.08.12, 特許請求の範囲、実施例、表 1 - 4 等 & WO 2010/086948 A1	1, 2