

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4471497号  
(P4471497)

(45) 発行日 平成22年6月2日(2010.6.2)

(24) 登録日 平成22年3月12日(2010.3.12)

(51) Int.Cl. F I  
**C O 7 C 309/24 (2006.01)** C O 7 C 309/24  
**C O 7 C 45/66 (2006.01)** C O 7 C 45/66  
**C O 7 C 49/683 (2006.01)** C O 7 C 49/683  
**C O 7 C 303/22 (2006.01)** C O 7 C 303/22  
**C O 7 D 233/96 (2006.01)** C O 7 D 233/96

請求項の数 2 (全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-574502 (P2000-574502)  
(86) (22) 出願日 平成11年9月21日 (1999. 9. 21)  
(65) 公表番号 特表2002-526525 (P2002-526525A)  
(43) 公表日 平成14年8月20日 (2002. 8. 20)  
(86) 国際出願番号 PCT/EP1999/006985  
(87) 国際公開番号 W02000/020384  
(87) 国際公開日 平成12年4月13日 (2000. 4. 13)  
審査請求日 平成18年9月12日 (2006. 9. 12)  
(31) 優先権主張番号 98810992.2  
(32) 優先日 平成10年10月2日 (1998. 10. 2)  
(33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者 396023948  
チバ ホールディング インコーポレーテ  
ッド  
C i b a H o l d i n g I n c .  
スイス国, 4057 バーゼル, クリベツ  
クシュトラーセ 141  
(74) 代理人 100078662  
弁理士 津国 肇  
(74) 代理人 100075225  
弁理士 篠田 文雄  
(72) 発明者 ツィンク, ルドルフ  
スイス国 ツェーハー 4106 テルヴ  
イル ネルケンシュトラーセ 19

最終頁に続く

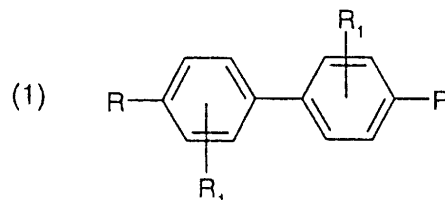
(54) 【発明の名称】 日焼け止め組成物としてのショウノウ誘導体又はヒダントイン誘導体で置換されたジフェニル化合物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

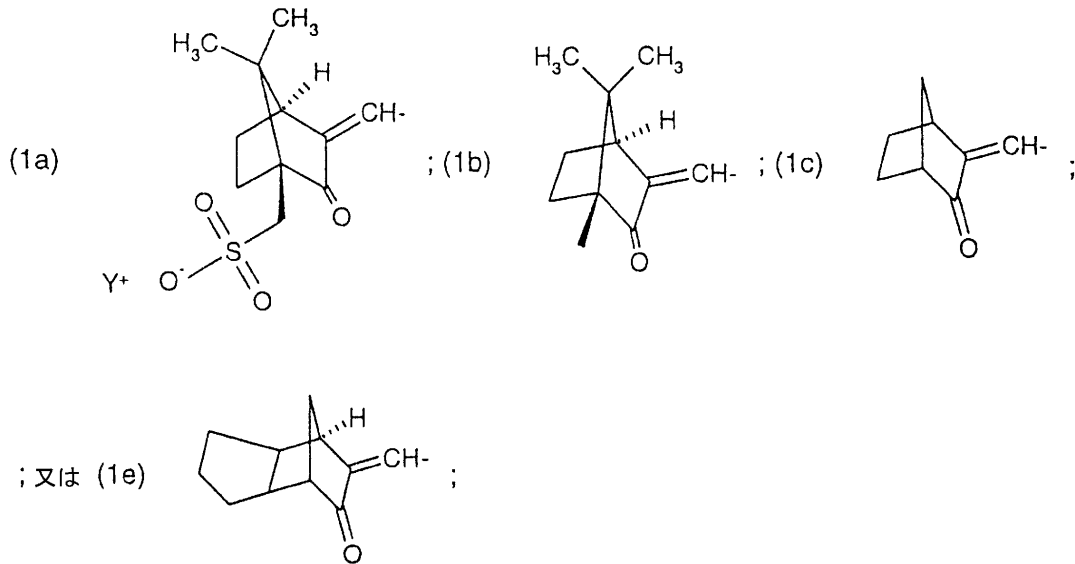
式(1):

【化1】



(式中、Rは、ショウノウ誘導体であり、かつ  
式(1a); (1b); (1c)又は(1e):

## 【化2】



10

(式中、 $Y^+$ は、水素；アルカリ金属イオン； $1/2 Zn^{2+}$ 、 $1/3 Al^{3+}$ 又は $1/2 Ba^{2+}$ である)の基から選択され、

$R_1$ は水素又は $C_1 - C_5$ アルキルである)で示されるジフェニル化合物。

20

## 【請求項2】

ヒト及び動物の毛髪及び皮膚をUV放射の有害作用から保護するための、請求項1に記載された式(1)の化合物を含む配合物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、ジフェニル化合物、これらの調製のための方法及びこれらの光安定剤としての使用に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

ベンジリデンシオウノウ及びこれらの化粧品中での日焼け止め剤としての使用は知られており、例えばEP-A-0,693,471やEP-A-0,370,867がある。

## 【0003】

## 【発明が解決しようとする課題】

驚くべきことに、ジフェニルビスアルデヒドと、シオウノウ化合物及びヒダントイン化合物との反応生成物が、顕著な光安定性を示すことが見出された。

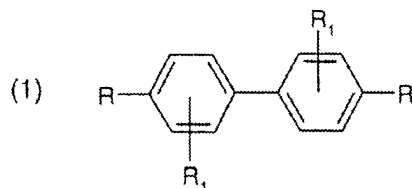
## 【課題を解決するための手段】

## 【0004】

したがって、本発明は式(1)

## 【0005】

## 【化6】



## 【0006】

(式中、Rは、シオウノウ誘導体又はヒダントイン誘導体であり、 $R_1$ は水素又は $C_1 - C_5$ アルキルである)で示されるジフェニル化合物に関するものである。

50

## 【0007】

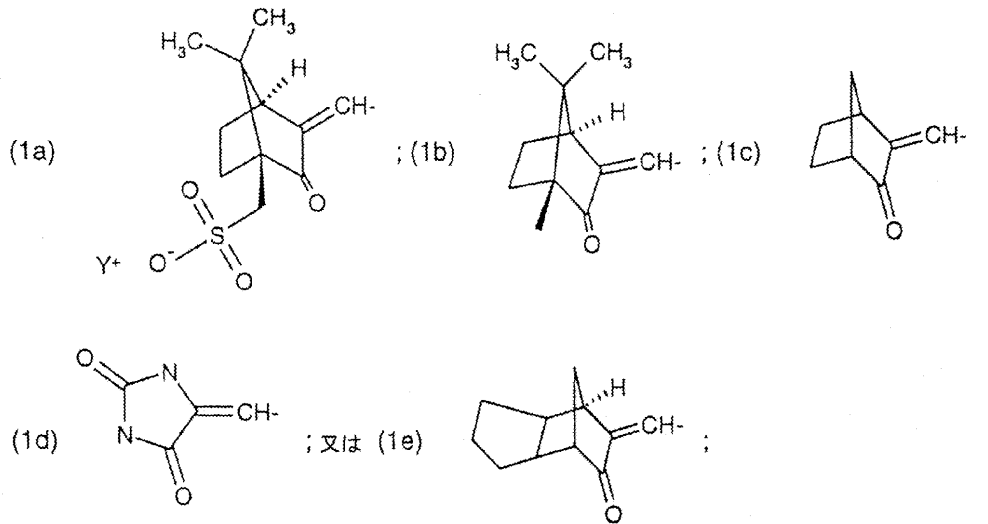
C<sub>1</sub> - C<sub>5</sub>アルキルは、メチル、エチル、n - プロピル、イソプロピル、n - ブチル、sec - ブチル、tert - ブチル、アミル、イソアミル又はtert - アミルのような直鎖状又は分枝状のアルキル基である。

## 【0008】

好ましいジフェニル化合物は、Rが式(1a) ; (1b) ; (1c) ; (1d) ; 又は(1e)

## 【0009】

## 【化7】



10

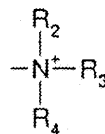
20

## 【0010】

(式中、Y<sup>+</sup>は、水素 ; アルカリ金属 ; アルカリ土類金属、1/2 Zn<sup>2+</sup>、1/3 Al<sup>3+</sup>、1/2 Ba<sup>2+</sup>、

## 【0011】

## 【化8】



30

## 【0012】

であり、

R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>及びR<sub>4</sub>は、互いにおのおの独立して、水素 ; C<sub>1</sub> - C<sub>5</sub>アルキル又はヒドロキシ - C<sub>1</sub> - C<sub>5</sub>アルキルである)の基である、式(1)で示されるものである。

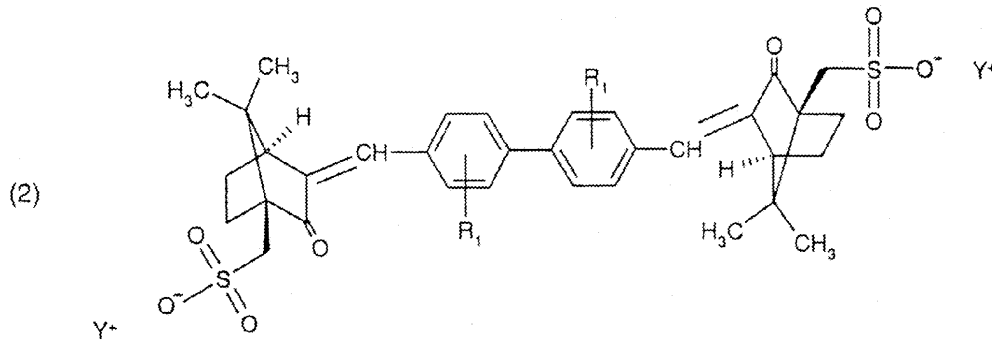
## 【0013】

特に好ましい化合物は、式(2)

## 【0014】

## 【化9】

40



10

## 【0015】

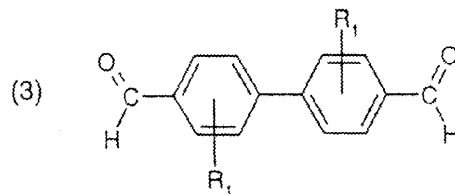
(式中、 $R_1$ は、水素又は $C_1 - C_5$ アルキルであり、 $Y^+$ は、式(1)の中で与えられた意味を持つ)で示される化合物である。

## 【0016】

式(1)の化合物は、例えば、式(3)

## 【0017】

## 【化10】



20

## 【0018】

(式中、 $R_1$ は、式(1)の中で与えられた意味を持つ)で示されるジフェニルビスアルデヒドを、塩基又はルイス酸の存在下で、対応するショウノウ誘導体又はヒダントイン誘導体と反応させることにより得られる。

## 【0019】

反応は、通常、不活性の希釈剤中、好ましくはプロトン性溶媒、特にアルコール(例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール若しくはtert-ブタノール)の中で、又はジエチルエーテル、トルエン、シクロヘキサンのような非プロトン性溶媒の中で、又は挙げられた溶媒の混合物の中で、行われる。

30

## 【0020】

塩基は、アルカリアルコラート、例えばナトリウムメチラート、ナトリウムエチラート、又はカリウムtert-ブチラートが好ましい。

## 【0021】

反応は、0 から反応混合物の沸点の範囲の温度で行うことが可能であるが、好ましい反応温度は25から60の範囲である。

40

## 【0022】

概して、式(1)の化合物1モルに基づき、約0.8から1.2モルのショウノウ誘導体又はヒダントイン誘導体が使われる。

## 【0023】

出発化合物として使われるショウノウ誘導体又はヒダントイン誘導体は、商業上入手できる既知の化合物である。

## 【0024】

式(1)の化合物の調製のための方法は、この発明におけるもう一つの主題である。

## 【0025】

式(1)の化合物は、特にUVフィルターとして、すなわち紫外線に敏感な有機物、特に

50

ヒトや動物の皮膚や毛髪を、UV放射の有害作用から保護することに適している。ゆえに、これらの化合物は、化粧用、薬剤用、家畜病治療用の配合物における光安定剤として適している。化合物は、溶解させても、微粉の状態にしても、どちらでも使用することができる。

【0026】

もう一つの態様として、本発明は、式(1)の化合物を含む化粧用の配合物に関する。

【0027】

化粧品の用途のためには、これらの光安定剤は、水溶性でない限り、通常、0.02から2nm、好ましくは0.05から1.5nm、特に好ましくは0.1から1.0nmの範囲の平均粒径 (particle size) を持つ。本発明の不溶解性の光安定剤は、例えばノズルミル、  
10 ボールミル、振動又はハンマーミルを用いた例えば粉碎というような従来からの方法で、所定の粒径にすることができる。粉碎は、UV吸収剤に基づいて、0.1から30重量%、好ましくは0.5から15重量%の粉碎助剤 (grinding aid)、例えばビニルピロリドンポリマー、ビニルピロリドン-ビニルアセテートコポリマー、アシルグルタメート、アルキルポリグルコシド、又は好ましくはリン脂質、の存在下で行うことが好ましい。

【0028】

光安定剤は、粉末の形で乾式使用することもできる。このために、光安定剤を、既知の粉碎工程、例えば真空中での霧化 (vacuum atomisation)、逆流噴霧乾燥 (countercurrent spray drying) などに付すことができる。これらの粉末は、0.1nmから2µmの粒径  
20 を有する。凝集を防ぐために、粉状化の処理の前に、光安定剤を界面活性剤、例えばアニオン性、非イオン性又は両性の界面活性剤、例えばリン脂質又は既知のポリマー、例えばPVP、アクリレートなどで被覆することもできる。

【0029】

化粧用の配合物には、この新規なUV吸収剤に加えて、1種又は数種の下記に示すクラス (substance classes) のUV保護剤も含めることができる。

1. p-アミノ安息香酸誘導体、例えば4-ジメチル安息香酸-2-エチルヘキシルエステル；

2. サリチル酸誘導体、例えばサリチル酸-2-エチルヘキシルエステル；

3. ベンゾフェノン誘導体、例えば2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン及びその5-スルホン酸誘導体；  
30

4. ジベンゾイルメタン誘導体、例えば1-(4-tert-ブチルフェニル)-3-(4-メトキシフェニル)-プロパン-1,3-ジオン；

5. ジフェニルアクリレート、例えば2-エチルヘキシル-2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリレート及び3-(ベンゾフラニル)-2-シアノアクリレート；

6. 3-イミダゾール-4-イル-アクリル酸及び3-イミダゾール-4-イル-アクリレート；

7. ベンゾフラン誘導体、特にEP-A-582,189、US-A-5,338,539、US-A-5,518,713及びEP-A-613,893に記載されている2-(p-アミノフェニル)ベンゾフラン誘導体；

8. ポリマー性UV吸収剤、例えば、とりわけEP-A-709,080に記載されているベンジリデンマロネート誘導体；  
40

9. ケイ皮酸誘導体、例えば、4-メトキシケイ皮酸-2-エチルヘキシルエステル又はイソアミルエステル又はとりわけUS-A-5,601,811及びWO97/00851に開示されているケイ皮酸誘導体；

10. ショウノウ誘導体、例えば3-(4-メチル)ベンジリデンボルナン-2-オン、3-ベンジリデンボルナン-2-オン、N-[2(及び4)-2-オキシボルン-3-イリデンメチル]ベンジルアクリルアミドポリマー、3-(4-トリメチルアンモニウム)ベンジリデンボルナン-2-オンメチルスルフェート、3,3-(1,4-フェニレンジメチン)ビス(7,7-ジメチル-2-オキソ-ピシクロ-[2.2.1]ヘプタン-1-メタンスルホン酸)及びその塩、3-(4-スルホ)ベンジリデンボルナン  
50

- 2 - オン及びその塩；

1 1 . トリアニリン - s - トリアジン誘導体、例えば 2 , 4 , 6 - トリアニリン - ( p - カルボ - 2 - エチル - 1 - オキシ ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン及び U S - A - 5 , 3 3 2 , 5 6 8 , E P - A - 5 1 7 , 1 0 4 , E P - A - 5 0 7 , 6 9 1 , W O 9 3 / 1 7 0 0 2 及び E P - A - 5 7 0 , 8 3 8 に開示されている U V 吸収剤；

1 2 . 2 - ヒドロキシフェニルベンゾトリアゾール誘導体；

1 3 . 2 - フェニルベンゾイミダゾール - 5 - スルホン酸及びこれらの塩；

1 4 . メンチル - o - アミノベンゾエート；

1 5 . 無機の微顔料 ( micropigments ) 、例えば  $TiO_2$  ( 様々に被覆されている ) ；

1 6 . N - 置換ベンゾイミダゾール、例えば E P - A 0 , 8 4 3 , 9 9 5 に記載されて 10  
いるもの；

1 7 . ヒドロキシフェニルベンゾトリアゾール及びこれらの誘導体、特にシロキサン誘導  
体；

1 8 . オキサニリド誘導体のシロキサン、例えば E P - A - 0 , 7 1 2 , 8 5 6 に記載さ  
れているもの。

【 0 0 3 0 】

本発明の配合物に追加する U V 保護剤として、 “ Sunscreens ” , Eds. N. J. Lowe , N. A. Shaath , Marcel Dekker , Inc. , New York and Basel 又は Cosmetics & Toiletries ( 107 ) , 50 ff ( 1992 ) に記載されている U V 吸収剤も使用することができる。

【 0 0 3 1 】

この新規な化粧用の配合物は、さらに既知の酸化防止剤、例えばアミノ酸 ( 例えばグリセ  
ロール、ヒスチジン、チロシン、トリプトファン ) 及びこれらの誘導体、ペプチド ( 例  
えばカルノシン ) 及びこれらの誘導体、ビタミン E 若しくはビタミン A 及びこれらの誘導体  
、ビタミン C の誘導体、カロチノイド、フラボノイド及びこれらの誘導体、及びユビキノ  
ン又は H A L S ( = ヒンダードアミン光安定剤 ) 化合物と併用することもできる。

【 0 0 3 2 】

化粧用の配合物は、配合物の全重量に基づいて、0 . 1 から 1 5 重量 % 、好ましくは 0 .  
5 から 1 0 重量 % の、式 ( 1 ) の光安定剤又は光安定剤と化粧用に適合しうる助剤との混  
合物を含む。

【 0 0 3 3 】

化粧用の配合物は、1 種又は複数の U V 吸収剤と助剤とを通常の方法による物理的混合、  
例えば個々の成分を単に一緒にかき混ぜることにより、好ましくは、例えば O M C 、イソ  
オクチルサリチラート等の既知の化粧品用 U V 吸収剤の溶解性についての特性を利用す  
ることにより、調製することができる。

【 0 0 3 4 】

化粧用の配合物は、油中水滴型若しくは水中油滴型エマルション、アルコール中油滴型ロ  
ーション、イオン性若しくは非イオン性の両親媒性脂質の小胞状分散液、ゲル、棒状固形  
物又はエアゾル配合物として配合することができる。

【 0 0 3 5 】

油中水滴型若しくは水中油滴型エマルションの場合、化粧用に適合しうる助剤は、好まし  
くは、5 ~ 5 0 % の油相、5 ~ 2 0 % の乳化剤、3 0 ~ 9 0 % の水を含む。この場合、油  
相は、化粧用の配合物として適当などのような油、例えば 1 種又は数種の炭化水素油、ワ  
ックス、天然油、シリコーン油、脂肪酸エステル又は脂肪アルコールをも含むことができ  
る。好ましい一価又は多価アルコールは、エタノール、イソプロパノール、プロピレング  
リコール、ヘキシレングリコール、グリセロール又はソルビトールである。また、1 種又  
は数種のアルキルカルボン酸の 2 価の又は / 及び 3 価の金属塩 ( アルカリ土類金属、 $Al^{3+}$  等 ) を使用することもできる。

【 0 0 3 6 】

化粧用の配合物の調製には、従来から用いることのできるどのような乳化剤も使用す  
ことができ、典型的には 1 の又は数種の天然の誘導体のエトキシ化エステル、例えば水素 40  
50

化ヒマシ油のポリエトキシ化エステル；シリコーンポリオールのようなシリコーン油乳化剤；遊離の（free）若しくはエトキシ化された脂肪酸石けん；脂肪アルコール若しくは脂肪酸及びこれらのポリオキシエチレン誘導体；遊離の若しくはエトキシ化されたソルピタンエステル；エトキシ化された脂肪酸若しくは脂肪酸エステル；又はエトキシ化されたグリセリドである。

【 0 0 3 7 】

他の適当な乳化剤は、多価アルコールの脂肪酸部分エステル（partial fatty acid esters of polyvalent alcohols）、例えばグリコール、1, 2 - プロピレングリコール、グリセロール、ソルピトール及びペンタエリトリトール、そしてタンパク質 - 脂肪酸縮合物誘導体及びラノリン誘導体、アルキルカルボン酸の塩、アルキルスルフェート若しくはアルキルスルホネート若しくはポリグリコールエーテルである。また、アニオン活性剤と非イオン性の乳化剤との混合物又は異なるHLB値を持つ純粋な非イオン性の表面活性物質の混合物も使用することができる。脂肪アルコールエーテルと脂肪酸ポリグリコールエーテル又はエトキシ化された脂肪の混合物も、従来から使用される。

【 0 0 3 8 】

化粧用の配合物は、その他の成分、例えばエモリエント（emollients）、乳化安定剤、皮膚湿潤剤、日焼け促進剤、キサントンのような増粘剤、グリセロールのような湿潤保持剤、保存剤、香料及び着色剤を含むことができる。

【 0 0 3 9 】

本発明の化粧配合物は、様々な化粧用の組成物を含む。特に適当な組成物は、例えば、

- スキン - ケア用の生産品、例えば、棒状の石けん若しくは液状の石けん、合成洗剤、洗浄用のペースト（washing pastes）といった皮膚の洗浄やクレンジングのための生産品、
- 入浴用の生産品、例えば、液状の（泡風呂（foam baths）、ミルク（milks）、シャワー用の生産品）又はバスパールやバスソルトのような固体の入浴用の生産品；
- スキン - ケア用の生産品、例えば皮膚用のエマルジョン、複合のエマルジョン（multiple emulsions）若しくは皮膚用のオイル；
- 装飾のためのポディー - ケア用の生産品、例えばデイ若しくはパウダークリーム（day or powder creams）の形のフェースメイクアップ、（ルーズな及び圧縮された（loose and compressed））おしろい、紅若しくはクリームメイクアップ、アイ - ケア用の生産品、例えばアイシャドウ用の生産品、マスカラ、アイライナー、アイクリーム若しくはアイ - フィックスクリーム；リップ - ケア用の生産品、例えば棒口紅、リップグロス、リップライナー、ネイル - ケア用の生産品、例えばマニキュア液、マニキュア液のリムーバー、爪用硬化剤、あま皮のリムーバー；
- 女性の衛生用の生産品（feminine hygiene products）、例えば女性の衛生用の洗浄用ローション若しくはスプレー；
- フット - ケア用生産品、例えばフットバス、フットパウダー、フットクリーム若しくは足用のバalm剤（foot balms）、特別な防臭剤及び発汗抑制剤又はたこ（calluses）をこすり落とすための生産品；
- 日焼け止め剤、例えばサンミルク、ローション、クリーム、オイル、サンプロテクター若しくはトロピカル、日焼け前（pre-sun）用の生産品若しくは日焼け後（after-sun）用の生産品；
- 日焼け用の生産品、例えば日焼け用のクリーム（self-tanning creams）；
- 脱色素用の生産品、例えば皮膚のブリーチング若しくはライトニング用の生産品；
- 防虫剤、例えば虫用オイル、ローション、スプレー、スティック；
- 防臭剤、例えば防臭用スプレー、エアロゾルを含まないスプレー（non-aerosol sprays）、防臭用ゲル、スティック若しくはローラー；
- 発汗抑制剤、例えば発汗抑制用スティック、クリーム、ローラー；
- 不潔な皮膚を洗浄及び処理するための生産品、例えば合成洗剤（固体若しくは液体）、皮をむく若しくはこすりおとすための生産品又はピーリングマスク；
- 化学的脱毛用の生産品、例えば脱毛用のパウダー、液状の脱毛用生産品、クリーム状の

10

20

30

40

50

若しくはペースト状の脱毛用の生製品、脱毛用のゲル若しくはエーロゾルフォーム；

- ひげ剃り用の生製品、例えばひげ剃り石けん、フォーム状ひげ剃りクリーム、非フォーム状ひげ剃りクリーム、ひげ剃り用フォーム及びゲル、ドライシェービングのためのひげ剃り前用の生製品、アフターシェーブ若しくはひげ剃り後用のローション；

- 香、例えば香水（オーデオロン、オーデトワレ、オーデパルファン、パルファンデトワレ、香水）、香油、パヒュームクリーム；

- 口の及び歯の衛生用の生製品、同様に義歯用のもの、例えばねり歯磨き、歯用のゲル、歯磨き粉、口ゆすぎ液の濃縮液、プラーク防止用の口ゆすぎ液、義歯洗浄用の生製品若しくは義歯粘着用の生製品；

- 毛髪の処理のための化粧用配合物、例えばシャンプー状の毛髪洗浄剤、ヘアコンディショナー、ヘアケア用の生製品、例えば前処理用の生製品、ヘアトニック、ヘアスタイリング用のクリーム及びゲル、ボマード、ヘアリンス、デープコンディショニングトリートメント（deep conditioning treatments）、集中的なヘアケアトリートメント（intensive hair care treatments）、毛髪のセッティング用の生製品、例えばパーマ（ホットウェーブ、マイルドウェーブ、コールドウェーブ）のためのウェーブ剤、毛髪をまっすぐにするための生製品、液状の毛髪用の媒染剤、ヘアフォーム、ヘアスプレー、ブリーチング剤、例えば過酸化水素溶液、ブリーチングシャンプー、ブリーチングクリーム、ブリーチングパウダー、ブリーチングペースト若しくはオイル、一時的、準一時的若しくは永久用の毛髪用染料、自己酸化性の染料を含む生製品、又はヘンナ若しくはカモミールのような天然の毛髪用染料。

10

20

#### 【0040】

上記にリストした配合物は、表示されたものとは異なる形態でもよく、例えば、

- W/O、O/W、O/W/O、W/O/W、PITエマルジョン及びすべてのタイプのマイクロエマルジョンのような液状の配合物の形態、

- ゲルの形態、

- オイル、クリーム、ミルク又はローションの形態、

- パウダー、ラッカー、ペレット又はメイクアップの形態、

- スティックの形態、

- スプレー（推進剤を含むスプレー又はエーロゾルを含まないスプレー）又はエーロゾルの形態、

30

- 泡の形態、

- ペーストの形態、である。

#### 【0041】

この化粧用の配合物は、太陽光の有害作用から、ヒトの皮膚を卓越して保護する点で特徴づけられる。

#### 【0042】

以下の実施例では、パーセント表示は重量基準であり、使用量は純粋な物質に基づく。

#### 【実施例】

#### 【0043】

実施例 1：

40

23.3gの(+ -)のショウノウ-10-スルホン酸を100mlのトルエン及び5mlのメタノールに25で溶解し、そしてその後11.2gのナトリウムメチラートを加え、混合物を攪拌しながら、66まで加熱した。

その後、10.5gの1,1-ジフェニル-4,4-ビスアルデヒドを145mlのトルエン及び16mlのメタノールの中にいれてなる、約50のあたたかい溶液を、上記の混合物に、66~70で、2時間にわたって加えた。この温度を、さらに5時間、DCの中で生成物の増加が見られなくなるまで保った。

その後、トルエンとメタノールを、全部で115mlの水を継続的に加えながら、共沸化合物として留去した。98で溶液が生じ、カーボンを使い、ろ過により浄化した。約50

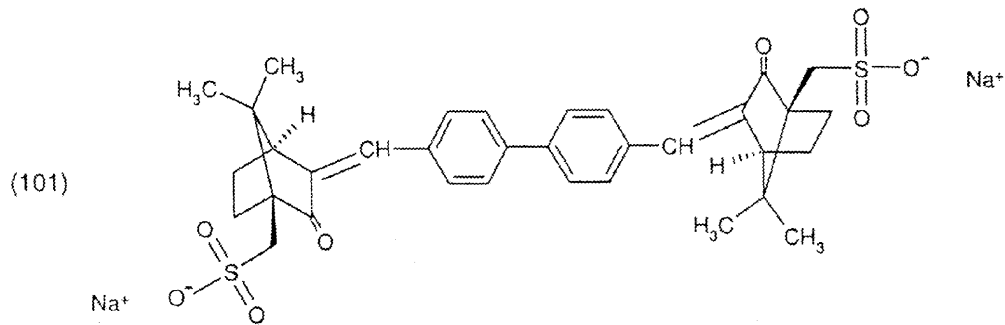
で、300mlのメタノールを滴加し、混合物を10に冷却し、化合物をナトリウム塩

50

として晶出させた。2時間後、沈殿物をろ過にかけ、その後100mlのメタノールで洗浄した。乾燥収量が16.8gである、式(101)の化合物の粗製物が得られた。

【0044】

【化11】



【0045】

粗製物を精製するため、それを150mlのメタノールと200mlの水に、50 で溶解させ、ろ過により浄化した。結晶化のために、200mlの15%塩水と100mlのメタノールを加えて、混合物を10 に冷却した。2時間後に、沈殿物をろ過により収集し、1:1のメタノール/水、20mlで洗浄し、その後乾燥した。

第一の画分として、5.8gの式(101)の純化合物からなる精製物が得られた。追加の画分は、ろ液から得ることができた。

【0046】

元素分析(空气中での平衡化後 = 6.2% H<sub>2</sub>O) :

【0047】

【表1】

	C	H	S	O
計算値	56.1	5.7	8.8	23.1
実測値	55.5	5.7	8.4	23.6

30

【0048】

応用例 :

実施例2 : O/Wローションの調製

【0049】

【表2】

	INCI 名	%
A	ポリグリセリル-3メチルグルコースジステアレート	2.0
	デシロレエート	5.7
	イソプロピルパルミテート	5.0
	カプリル/カプリントリグリセリド	6.5
	オクチルメトキシシンナメート	5.0
B	グリセロール	3.0
	フェノキシエタノール&(メチル,エチル,プロピル,ブチル)パラベン	0.5
	式(101)の化合物	2.0
	脱イオン水	60.9
C	カーボマー	0.2
	イソプロピルパルミテート	0.8
D	メチレンビス-ベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノール (50% 懸濁液)	8.0
E	NaOH (10%)	必要に応じて

10

20

## 【0050】

相AとBを、別々に75 - 80 まで加熱し、その後、徐々に合せた。これに続けて、激しく均質化し、軽く攪拌しながら室温まで冷却した。攪拌しながら、Dをそうして得られたエマルションの中に混合し、その後Eによって、pH 6.5に調節した。

## 【0051】

オプトメトリックスSPF - 290アナライザー(2 μl/cm<sup>2</sup>、トランスポアフィルム上)によって測定したインビトロSPFは23だった。

30

## 【0052】

実施例3：O/Wエマルションの調製

## 【0053】

## 【表3】

	INCI 名	%
A	ポリグリセリル-3メチルグルコースジステアレート	2.0
	デシロレエート	5.7
	イソプロピルパルミテート	5.0
	ビタミンEアセテート	1.5
	カプリル/カプリントリグリセリド	6.5
	オクチルメトキシシンナメート	7.5
B	グリセロール	3.0
	フェノキシエタノール&(メチル,エチル,プロピル,ブチル)パラベン	0.5
	式(101)の化合物	3.0
	脱イオン水	64.3
C	カーボマー	0.2
	イソプロピルパルミテート	0.8
E	NaOH (10%)	必要に応じて

10

20

## 【0054】

相AとBを、別々に75 - 80 まで加熱し、ゆっくりと合せ、そして均質化した。ゆっくり攪拌しながら冷却した後、生成物をEでpH7に調節した。

## 【0055】

オプトメトリックスSPF - 290アナライザー(2 μl/cm<sup>2</sup>、トランスポアフィルム上)によって測定したインビトロSPFは16だった。

## 【0056】

実施例4：O/Wローションの調製

## 【0057】

## 【表4】

30

	INCI 名	%
A	ポリグリセリル-3メチルグルコースジステアレート	2.0
	デシロレート	5.7
	イソプロピルパルミテート	5.0
	カプリル/カプリントリグリセリド	6.5
	ビス-オクチルフェノールメトキシフェニルトリアジン	3.0
B	グリセロール	3.0
	フェノキシエタノール&(メチル,エチル,プロピル,ブチル)パラベン	0.5
		2.0
	脱イオン水	63.3
C	カーボマー	0.2
	イソプロピルパルミテート	0.8
D	メチレンビス-ベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノール (50% 懸濁液)	8.0
E	NaOH (10%)	必要に応じて

10

20

## 【0058】

相AとBを、別々に75 - 80 まで加熱し、その後、徐々に合せた。これに続いて、激しく均質化し、軽く攪拌しながら室温まで冷却した。攪拌しながら、Dをそうして得られたエマルションの中に混合し、その後Eによって、混合物をpH6.5に調節した。

## 【0059】

オプトメトリックスSPF-290アナライザー(2μl/cm<sup>2</sup>、トランスポアフィルム上)によって測定したインビトロSPFは18だった。

30

## 【0060】

実施例5：W/Oエマルションの調製

## 【0061】

## 【表5】

INCI 名	% 重量/ 重量
PEG-30 ジポリヒドロキシーステアレート	3.50
PEG-22/ドデシルグリコールコポリマー	1.50
マイクロクリスタリンワックス	1.00
水素化ヒマシ油	1.00
マグネシウムステアレート	1.00
オクチルステアレート	15.00
ココグリセリド	2.00
鉱油	3.00
フェノキシエタノール及び(メチル, エチル, プロピル, ブチル)パラベン	1.00
オクチルメトキシシンナメート	5.00
ジメチコン	0.10
脱イオン水	51.90
アラントイン	0.10
硫酸マグネシウム	1.00
式(101)の化合物	3.00
プロピレングリコール	4.00
メチレンビス-ベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノール (pH 5.5)	6.00

10

20

## 【0062】

油相と水相を、別々に75 - 80 まで加熱し、その後、徐々に合せた。これに続けて、激しく均質化し、軽く攪拌しながら室温まで冷却した。攪拌しながら、メチレンビス-ベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノールをそうして得られたエマルションの中に混合した。

## 【0063】

オーストラリアのUVAプロテクションの基準(オーストラリア/ニュージーランドの基準、15/NZS2604:1993)を満たした。

30

## 【0064】

実施例6: W/Oエマルションの調製:

## 【0065】

## 【表6】

INCI 名	配合(A) %	配合(B) %
メトキシ PEG-22/ドデシルグリコールコポリマー	3.00	3.00
PEG-22/ドデシルグリコールコポリマー	3.00	3.00
ヒドロキシオクタコサニルヒドロキシステアレート	3.00	3.00
オクチルステアレート	15.00	15.00
ココグリセリド	2.00	2.00
鉱油	3.00	3.00
フェノキシエタノール及び(メチル, エチル, プロピル, ブチル)パラベン	1.00	1.00
オクチルメトキシシンナメート	5.00	5.00
ジメチコン	0.20	0.10
水	47.70	46.30
アラントイン	0.10	0.10
式(101)の化合物	4.00	1.5
硫酸マグネシウム	1.00	1.00
プロピレングリコール	4.00	4.00
メチレンビス-ベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノール (pH 5.5) (50% 懸濁液)	8.00	12.00

10

20

## 【0066】

油相と水相を、別々に75 - 80 まで加熱し、その後、徐々に合せた。これに続けて、激しく均質化し、軽く攪拌しながら室温まで冷却した。攪拌しながら、メチレンビス-ベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノールをそうして得られたエマルションの中に混合した。

## 【0067】

オプトメトリックスSPF - 290アナライザー(2  $\mu$ l/cm<sup>2</sup>、トランスポアフィルム上)によって測定したインビトロSPFは18(A)及び22(B)だった。

## 【0068】

実施例7: W/Oエマルションの調製

## 【0069】

## 【表7】

30

INCI 名	%
ポリグリセリル-2 ジポリヒドロキシステアレート	2.00
PEG-30 ジポリヒドロキシステアレート	2.00
ヒドロキシオクタコアニルヒドロキシステアレート	2.00
ステアリン酸亜鉛	1.00
オクチルステアレート	15.00
ココグリセリド	2.00
鉱油	3.00
フェノキシエタノール及び(メチル, エチル, プロピル, ブチル)パラベン	1.00
ビス-オクチルフェノールメトキシフェニルトリアジン	3.00
オクチルメトキシシンナメート	7.00
ジメチコン	0.20
	3.00
脱イオン水	53.70
アラントイン	0.10
硫酸マグネシウム	1.00
プロピレングリコール	4.00

10

20

## 【0070】

油相と水相を、別々に75 - 80 まで加熱し、その後、徐々に合せた。これに続けて、激しく均質化し、軽く攪拌しながら室温まで冷却した。

## 【0071】

オプトメトリックスSPF - 290アナライザー(2  $\mu$ l/cm<sup>2</sup>、トランスポアフィルム上)によって測定したインビトロSPFは15だった。

---

 フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
A 6 1 K 31/125 (2006.01)		A 6 1 K 31/125
A 6 1 P 17/16 (2006.01)		A 6 1 P 17/16
C 0 7 B 61/00 (2006.01)		C 0 7 B 61/00 3 0 0

(72)発明者 ライナー, ディーター  
 ドイツ国 デー - 7 9 4 0 0 カンデルン ヴォルフスホイレ 1 0

(72)発明者 ルター, ヘルムート  
 ドイツ国 デー - 7 9 6 3 9 グレンツァハ - ヴィーレン テュリンガーヴェーク 3 アー

(72)発明者 ヘルツォーク, ベルト  
 ドイツ国 デー - 7 9 6 3 9 グレンツァハ - ヴィーレン ホルンライン 2 1

審査官 野口 勝彦

(56)参考文献 Monatshefte fuer Chemie , 1 9 5 5 年 , Vol. 8 6 , p. 2 3 3 - 2 5 0

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C07C 45/66  
 C07C 49/683  
 C07C 309/24  
 CA(STN)  
 REGISTRY(STN)