

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 921094 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 921094

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC⁵)
A61K 7/42

(22) Tekemispäivä - Ingningsdag - Filing date 13.03.1992

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 13.03.1992

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 16.09.1992

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 13.06.2019

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

15.03.1991 JP 3-51591

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **Max Factor K.K.**, 12-3, Nishigotanda 2-chome Shinagawa-ku, Tokyo-to, Japan, JAPANI, (JP)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Yoshioka, Takatsugu**, Japan, JAPANI, (JP)

2 • **Masuda, Hisatoshi**, Japan, JAPANI, (JP)

3 • **Tanaka, Hidekazu**, Japan, JAPANI, (JP)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Kosmeettisia tuotteita, joilla on aurinkosuojaominaisuuksia

Kosmetiska produkter med solskyddsegenskaper

Kosmeettisia tuotteita, joilla on aurinkosuojaominaisuuksia

Tämä keksintö koskee päivettymistä estäviä kosmeettisia aineita ja yksityiskohtaisemmin kosmeettisia aineita, jotka sisältävät metallioksidihiotaletta ja ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävän suurpolymeerihartsin yhdistelmää, niin että niillä on suuret päivettymistä estävät vaikutukset.

Maahan saapuvan ultraviolettisäteilyn tiedetään sisältävän keski-UV-alueen säteilyä (290 - 320 nm; kutsutaan nimellä UV-B), joka saa aikaan ihottumaa iholla, sen jälkeen tulehduksen, joka johtaa ihon tummenemiseen, ja sitä pidetään yhtenä syynä ihosyöpään, ja lähi-UV-alueen säteilyä (320 - 400 nm; kutsutaan nimellä UV-A), joka aiheuttaa vähemmän ihottumaa, mutta hapettaa ihossa olevan pelkistyneen melaniinin aiheuttaen melaniinipigmentin muodostumisen, joka johtaa ihon tummenemiseen tai jonka on katsottu kiihdyttävän ihon vanhenemista pitkäaikaisessa altistuksessa.

Selvitettäessä ultraviolettisäteilyn vaikutuksia ihoon, kasvava kysyntä on kohdistunut päivettymistä estäviin kosmeettisiin aineisiin. Auringonsuojakerroin(SPF)-arvoa on esitetty tunnusluvuksi ihon suojaukseen ultraviolettisäteiltä, ja suurempi SPF-arvo osoittaa parempaa päivettymistä estävää tehoa. Voidaan viitata esimerkiksi julkaisuun Fukuda Minoru, Koshokaishi, "Sun-Screen and SPF", vol. 8, nor 4, sivut 315-323 (1984).

Tavallisesti päivettymistä estävät kosmeettiset aineet sisältävät ultraviolettia absorboivia aineita tai ultraviolettia sirottavia aineita suurten SPF-arvojen saamiseksi.

Tunnettuihin ultraviolettia absorboiviin aineisiin kuuluvat bentsofenoniyhdisteet, kanelihappoyhdisteet ja bentsoehappoyhdisteet. Tehokkaan päivettymisen eston saa-

vuttaminen vaatii suhteellisen suurta määrää ultraviolettia absorboivaa ainetta lisättäväksi kosmeettisiin koostumuksiin. Kuitenkin suurten määrien lisääminen ultraviolettia absorboivaa ainetta aiheuttaa erilaisia ongelmia kuten yhteensopivuuden vähenemistä kosmeettisiin pohjiin, haitallisia vaikutuksia kosmeettisiin pohjiin (esimerkiksi denaturoituminen), ultraviolettia absorboivan aineen hajoamista, joka johtaa ultravioletin absorboituvuuden vähene-
 5 miseen, värjäytymistä jne. ja turvallisuuden huonontumista (esimerkiksi kasvanut ihon ärsytys). Sen vuoksi ultraviolettia absorboivien aineiden käyttö kosmeettisena aineena tuo mukanaan monia haittoja, ja sellaisia aineita suurina määrinä sisältävät kosmeettiset aineet menettävät arvonsa kosmeettisina aineina.

15 Toisaalta ultraviolettia sirottaviin aineisiin kuuluvat sinkkioksidi, titaanioksidi, zirkoniumoksidi ja kaoliini. Näillä epäorgaanisilla pigmenteilla on vaikutusta sirontaan laajalla ultraviolettisäteilyn alueella, ne eivät ole niin alttiita denaturoitumiselle säteilytettäessä ultraviolettisäteilyllä ja ne ärsyttävät vähemmän ihoa,
 20 koska ne eivät tunkeudu ihoon. Kuitenkin niitä iholle käytettäessä rumaa valkoista ainetta jää iholle niiden suuren peittävyysden takia.

Näiden haittojen välttämiseksi on ehdotettu sinkkioksidia, titaanioksidia, zirkoniumoksidia jne. hienoina hiukkasina. Näille hiukkasille tapahtuu kuitenkin sekundaarista agglomeroitumista, kun niitä yhdistetään kosmeettisiin tuotteisiin, ei vain niin, että niiltä puuttuu riittävät päivettymiseltä suojaavat vaikutukset, jollaisia
 25 päivetystä estäviltä kosmeettisilta tuotteilta odotetaan, vaan niillä on myös huono levitettävyyys iholle.

Edellä kuvattujen seikkojen valossa levymäisiä metallioksideja on ehdotettu käytettäväksi kosmeettisina materiaaleina. Näiden aineiden on sanottu olevan hyvin
 35 turvallisia, niillä pystytään saamaan aikaan tyydyttävä

meikin viimeistely ja ne pystyvät sirottamaan hyvin ultraviolettisäteilyä, kuten on esitetty JP-patenttihakemuksissa, joilla on julkaisunumerot Sho-61-161 212, Sho-62-4 212, Sho-63-166 819 ja Hei-1-175 921.

5 Vaikka nämä materiaalit ovat turvallisia ja niillä saadaan aikaan luonnollinen meikin viimeistely, saavutetut päivettymistä estävät vaikutukset ovat vielä riittämättömiä riippumatta siitä, käytetäänkö niitä yksin vai yhdessä tavallisten ultraviolettia absorboivien aineiden
10 kanssa määrinä, jotka eivät aiheuta turvallisuusongelmaa.

Sen mukaan alalla on vielä olemassa tarve kehittää kosmeettisia aineita, jotka ovat turvallisia käyttää ja joilla on vielä hyvät päivettymistä estävät ominaisuudet.

Tämä keksinnön kohteena on sen vuoksi ratkaista
15 edellä mainitut ongelmat. Siis tämän keksinnön kohteena on saada aikaan kosmeettinen aine, jolla on hyvät ultraviolettilta suojaavat vaikutukset (päivettymistä estävät vaikutukset), joka on erittäin turvallinen, joka säilyttää pysyvästi ultraviolettia absorboivan aineen perustassaan ja
20 joka saa aikaan luonnollisen meikin viimeistelyn.

Tämä keksintö koskee sellaisia kosmeettisia koostumuksia käytettäväksi iholle estämään päivettymisvaikutuksia, jotka sisältävät

(a) tehokkaan määrän (edullisesti noin 1 % - noin
25 70 %) metallioksidihiuksia (edullisesti sinkkioksidia, titaanioksidia, zirkoniumoksidia ja niiden seoksia), joiden paksuus on noin 0,01 - noin 3 μm ja keskimääräinen koko noin 1 - noin 100 μm , ja

(b) tehokkaan määrän (edullisesti noin 0,1 % - noin
30 70 %) suurpolymeerihartsijauhetta, jota on saatu polymeeroimalla suurpolymeerihartsin monomeeriä, joka on sekoitettu kauttaaltaan UV:tä absorboivan aineen kanssa.

Edullisissa polymeerihartsijauheissa suurpolymeerihartsiseinä peittää ytimen, joka sisältää ultraviolettia
35 absorboivan aineen. Edullisiin suurpolymeerihartsimateri-

aaleihin kuuluvat vinyylipolymeerit, olefiinivinyylipoly-
 meerit, olefiinialkyyliipolymeerit, polyamidit, akryyli-
 hartsit, polystyreeni, polyesterit ja niiden seokset; kun
 taas edullisia ultraviolettia absorboivia aineita ovat
 5 aminobentsoehappo ja sen johdokset, salisyylihappo ja sen
 johdokset, kanelihappo ja sen johdokset, bentsofenonijoh-
 dokset, 4-imidatsolyyliakryylihappo (urocanic acid) ja sen
 johdokset ja niiden seokset.

Kuvio 1 esittää sellaisten ultraviolettia absorboi-
 10 vaa ainetta sisältävien suurpolymeerihartsijauheiden (UV-
 jauheet) ultraviolettiabsorptio-ominaiskäyriä, joita on
 käytetty tässä keksinnössä.

Kuvio 2 esittää sellaisten monikerroksisten kos-
 meettisten aineiden infrapunasuojausvaikutuksia, joita on
 15 kuvattu tapauksessa 2.

Keksijät ovat suorittaneet runsaasti tutkimuksia
 ratkaistakseen edellä kuvatut ongelmat ja tuloksena kek-
 sineet, että kosmeettisella aineella, joka sisältää me-
 tallioksidihiuksia, joiden keskimääräinen paksuus on
 20 0,01 - 3 μm ja keskimääräinen koko 1 - 100 μm , ja suurpo-
 lymeerihartsijauhetta, joka sisältää ultraviolettia absor-
 boivaa ainetta, jota on saatu polymeroimalla suurpolyme-
 erihartsin monomeeriä, joka on kauttaaltaan sekoitettu ult-
 raviolettia absorboivan aineen kanssa, on hyviä ultravio-
 25 letilta suojaavia vaikutuksia (päivettymistä estäviä vai-
 kutuksia), se on erittäin turvallinen, pitää ultraviolet-
 tia absorboivan aineen perustassaan ja antaa luonnollisen
 meikin viimeistelyn, eli siten täydellistyyttää tämän kek-
 sinnön.

Kun metallioksidihiuksia ja ultraviolettia ab-
 sorboivaa ainetta sisältävää suurpolymeerihartsia yhdiste-
 tään, voidaan saada merkittävän korkea SPF-arvo, vaikkakin
 näiden kahden komponentin kokonaismäärä kosmeettisissa
 tuotteissa on suhteellisen pieni. Turvallisuusnäkökannalta
 35 ei ole tarpeen miettiä turvallisuusongelmaa, koska kahden

komponentin yhteisvaikutus tekee mahdolliseksi sen, että ultraviolettia absorboivan aineen tarvittava määrä on suhteellisen pieni, ja lisäksi ultraviolettia absorboiva aine on päällystetty suurpolymeerihartsilla eikä se pääse suoraan kosketukseen ihon kanssa. Lisäksi hyötynäkökannalta näitä kahta komponenttia sisältävillä kosmeettisilla aineilla on erinomainen teho esimerkiksi ilmaistuna meikin viimeistelynä ja levitettävyytenä iholle.

Levymaisella metallioksidilla, jota voidaan käyttää tässä keksinnössä, keskimääräinen paksuus on 0,01 - 3 μm ja keskimääräinen koko 1 - 100 μm . Termi "keskimääräinen paksuus" tarkoittaa tässä yhteydessä 100 hiutaleesta mitattujen paksuusarvojen keskiarvoa ja termi "keskimääräinen koko" tarkoittaa tässä yhteydessä 100 hiutaleesta mitattujen arvojen (maksimihalkaisija + minimihalkaisija)/2 keskiarvoa. Metallioksidin laatua ei ole rajoitettu, sikäli kuin se vain on sopiva kosmeettiseksi materiaaliksi ja sen muoto tai koko ovat edellä määritellyllä alueella. Käyttökelpoisiin metallioksideihin kuuluvat esimerkiksi epäorgaaniset pigmentit, esimerkiksi sinkkioksidi, titaanioksidi ja zirkoniumoksidi.

Metallioksidihiuksia, joita voidaan käyttää tässä keksinnössä, voidaan valmistaa esimerkiksi seuraavasti. Kaikkein ensimmäiseksi valmistetaan halutun paksuuden omaavaa levymaista metallioksidia esimerkiksi käyttäen menetelmää, jossa metallioksidin liuos orgaanisessa liuotimessa sivellään pehmeälle pinnalle ja saatu kalvo murretaan käyttäen höyryä ohuiden levyjen saamiseksi US-patentissa 2 941 895 kuvatulla tavalla; menetelmä, jossa metallioksidiliuos sivellään gelatiinikalvolle ja sen jälkeen gelatiinikalvo liuotetaan JP-patenttijulkaisussa nro Sho-30-473 kuvatulla tavalla; menetelmä, jossa käytetään alipainehaihdutusta JP-patenttijulkaisussa nro Sho-39-25 280 kuvatulla tavalla; tai menetelmä, jossa metallioksidikuituja käsitellään hapoilla ja sen jälkeen lämmöllä JP-pa-

tenttihakemuksessa julkaisunumero Sho-58-88 121 kuvatulla tavalla. Sen jälkeen saatu levymäinen metallioksidi jauhe-
 taan kuivajauhatuskuulamylyssä, märkäjauhatuskuulamylyssä, tärymylyssä, suihkumylyssä jne. tai siihen käytetään
 5 yhtä tai useampaa lajittelukeinoa kuten täryseuloja (esimerkiksi gyrosiirrin, vasaraseula), märkälajittelijoita (kierrelajittelija, hydraulinen lajittelija), kuivalajittelijoita (esimerkiksi dynaaminen tai keskipakoilmalajittelija) tai flotaatiota tietyn koon saamiseksi. Hiutaleista
 10 titaanioksidia, joka kuuluu tämän keksinnön suojaalaan, on saatavissa yhtiöltä Sumitomo Chemical Co., Ltd. kauppanimellä Luxelen (rekisteröity tavaramerkki).

Ultraviolettia absorboivan aineen sisältävällä suurpolymeerihartsilla on sellainen rakenne, että suurpolymeeriseinä peittää ytimen, joka sisältää ultraviolettia absorboivaa ainetta. Ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävä suurpolymeerihartsi, jolla on sellainen rakenne, eroaa sellaisesta hartsijauheesta, joka sisältää ultraviolettia absorboivaa ainetta ja jota saadaan vain sekoittamalla ultraviolettia absorboiva aine ja suurpolymeerihartsijauhe keskenään yhtenäiseksi, kuten on esitetty JP-patenttihakemuksessa julkaisunumero Sho-62-22 710. Jälkimmäisessä hartsijauheessa olevalla hartsimateriaalilla on nimittäin ominaisuutena vapautua hitaasti, niin että ultraviolettia absorboiva aine on vapautunut kosmeettiseen perustaan ajan kuluessa ja aiheuttanut siten ongelman hartsin huonosta stabiilisuudesta, kun taas tässä keksinnössä esiteyllä ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävällä suurpolymeerihartsilla ei ole sellaista haittaa
 25 edellä kuvatun rakenteen johdosta.

Suurpolymeerihartsimateriaaleihin, jotka ovat sopivia sisältämään ultraviolettia absorboivan aineen, kuuluvat vinyylipolymeerit, olefiinivinyylipolymeerit, olefiiniallyylipolymeerit, polyamidit, akryylihartsit, polystyreeni ja polyesterit, mutta ne eivät ole rajoittavia.
 35

Ultraviolettia absorboiviin aineisiin, joita voidaan yhdistää suurpolymeerihartsimateriaaleihin, kuuluvat, mutta eivät ole rajoittavia, aminobentsoehappo ja/tai sen johdokset, salisyylihappo ja/tai sen johdokset, kanelihappo ja/tai sen johdokset, bentsofenonijohdokset ja 4-imidatsolyyliakryylihappo (urocanic acid) ja/tai sen johdokset. Erityisiä esimerkkejä näistä ultraviolettia absorboivista aineista ovat 2-hydroksi-4-metoksibentsofenoni, 2-hydroksi-4-metoksibentsofenoni-5-sulfonihappo, 2,2'-dihydroksi-4-metoksibentsofenoni, dietanoliamiini-p-metoksihydrokinnamaatti, etyylihydroksipropyli-p-aminobentsoaatti, glyseryyli-p-aminobentsoaatti, homometyylisalisylaatti, metyyli-o-aminobentsoaatti, 2-etyyliheksyyli-2-syano-3,3-difenyyliakrylaatti, oktyyldimetyyli-p-aminobentsoaatti, 2-etyyliheksyyli-p-metoksikanelihappo, 2-etyyliheksyyllisalisyylihappo, p-aminobentsoehappo, 2-fenyylibentsimidatsoyyli-5-sulfonihappo, trietanoliamiinisisylaatti, 3-(4-metyylibentsylideeni)kamferi, 2,4-dihydroksibentsofenoni, 2,2',4,4'-tetrahydroksibentsofenoni, 2,2'-dihydroksi-4,4'-dimetoksibentsofenoni, oktabentsoni, 4-isopropyylidibentsoyylimetaani, 4-t-butyli-4'-metoksibentsoyylimetaani, 2-etyyli-2-syano-3,3'-difenyyliakrylaatti, 4-imidatsolyyliakryylihappo (urocanic acid) ja etyyliurokanaatti. Näitä ultraviolettia absorboivia aineita voidaan käyttää joko erikseen tai niistä kahden tai useamman seoksena. Niitä voidaan käyttää yhdessä tavallisten lisäaineiden kanssa, joita voidaan käyttää kosmeettisissa aineissa, kuten rasvat ja öljyt, esterit, hiilivedyt ja nestemäiset korkeammat alkoholit.

Tässä keksinnössä käytetty ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävä suurpolymeerihartsin voidaan valmistaa esimerkiksi käyttäen in situ -polymerointimenetelmää, jossa ultraviolettia absorboiva aine ja haluttaessa muut mielivaltaiset lisäaineet kuten rasvat ja öljyt sekoitetaan suurpolymeerihartsin monomeerin kanssa liuenneessa

tilassa ja seos emulgoidaan käyttäen epäorgaanista dispersiostabiloijaa, jotta syntyisi öljy vedessä -emulsio, ja sen jälkeen polymeroimalla saatu jauhe.

Suurpolymeerihartsiin liitettävän ultraviolettia absorboivan aineen määrä ei ole tavallisesti alle noin 0,01 paino-% ja edullisesti se on noin 1,0 - noin 50 paino-% 100 paino-% kohti hartsia riippuen määrästä, jona saatua ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävää suurpolymeerihartsia on liitetty kosmeettiseen aineeseen, käytetyn ultraviolettia absorboivan aineen lajista, halutuisista päivetystä estävistä vaikutuksista yms. Jos ultraviolettia absorboivan aineen määrä hartsissa on niin pieni kuin alle noin 0,01 paino-%, ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävällä hartsilla on taipumus olla tuottamatta riittäviä päivetymistä estäviä ominaisuuksia myös liitettäessä kosmeettisiin aineisiin suhteellisen suurena osuutena. Lisäksi sellainen ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävä hartsi on sopimaton kosmeettiseksi aineeksi, kun otetaan huomioon adheesio, levitettävyyys ja kestävyys iholla. Toisaalta jos se ylittää noin 50 paino-%, suurpolymeerihartsiseinä, joka peittää ultraviolettia absorboivan aineen, tulee ohueksi ja epästabiiliksi ajan kuluessa, niin että seinä on altis murtumiselle, kun se yhdistetään kosmeettiseen aineeseen. Toisinaan epäonnistutaan ja saadaan aikaan suurpolymeerihartseja, jotka sisältävät sellaisen suuren määrän ultraviolettia absorboivaa ainetta käytetyn ultraviolettia absorboivan aineen laadusta riippuen.

Ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävän suurpolymeerihartsin koko on tavallisesti noin 5 - noin 20 μm .

Kosmeettisiin aineisiin liitettävien metallioksidihitutaleiden määrä on tavallisesti noin 1 - noin 70 paino-% kosmeettisten aineiden kokonaismassan suhteen vaihdellen kuitenkin haluttujen päivetystä estävien vaikutusten asteen, käytettävän ultraviolettia absorboivaa ainetta si-

sältävän suurpolymeerihartsijauheen määrän yms. mukaan. Jos määrä on pienempi kuin noin 1 paino-%, aineella ei ole riittäviä päivettymistä estäviä vaikutuksia. Jos se ylittää noin 70 paino-%, saatavia kosmeettisia tuotteita ei voida levittää tasaisesti iholle eli niillä on huono käytettävyyttä (levitettävyyttä, kestävyys, värin muodostuminen jne.) ja ne ovat sen vuoksi epätyydyttäviä päivettymistä estävinä kosmeettisina aineina.

Kosmeettiseen aineeseen liitettävän ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävän suurpolymeerihartsin määrä on tavallisesti noin 0,1 - noin 70 paino-% kosmeettisen aineen kokonaismassan suhteen vaihdellen kuitenkin haluttujen päivetystä estävien vaikutusten asteen, yhdistelmäissä käytettävän metallioksidihiutaleiden määrän yms. mukaan. Jos määrä on pienempi kuin noin 0,1 paino-%, aineella ei ole riittäviä päivettymistä estäviä vaikutuksia. Jos se ylittää noin 70 paino-%, saatavia kosmeettisia tuotteita ei voida levittää tasaisesti iholle eli niillä on huono käytettävyyttä (levitettävyyttä, kestävyys, värin muodostuminen jne.) ja ne ovat sen vuoksi epätyydyttäviä päivettymistä estävinä kosmeettisina aineina.

Metallioksidihiutaleitten ja ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävän suurpolymeerihartsijauheen lisäksi tämän keksinnön mukaiset kosmeettiset tuotteet voivat lisäksi sisältää kosmeettisesti hyväksyttävää paikallista kantaja-ainetta, joka voi sisältää tavallisia määriä kosmeettisissa aineissa yleisesti käytettyjä lisäaineita kuten pinta-aktiivisia aineita, öljymäisiä komponentteja, kosteutta säilyttäviä aineita, pigmenttejä, antiseptisiä aineita jne. Katso esimerkiksi US-patenttijulkaisu 5 041 282, Sabatelli et al., 20. elokuuta 1991, joka on liitetty tähän viitteenä. Luonnollisesti näiden komponenttien luonne ja taso voivat vaihdella lopullisen kosmeettisen koostumuksen muodon mukaan (esimerkiksi lotion, pohja, kasvopuuteri, huulipuna, voide tai vaahto muutamia maini-

taksemme). Tämä kosmeettisesti hyväksyttävä kantaja-aine muodostaa koostumusta tasapainottavan aineen ja sitä on tavallisesti mukana noin 98,9 prosenttiin asti, edullisesti noin 20 % - noin 98,9 % koostumuksesta.

5 Teoriaan sitoutumatta on uskottavaa, että odottamattomasti parantuneet ultraviolettita suojaavat vaikutukset, jotka liittyvät tähän keksintöön, ovat tuloksena siitä seikasta, että ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävä suurpolymeerihartsijauhe on tasaisesti dispergoituneena metallioksidihiu-
10 goituneena metallioksidihiu-
kerrosten joukkoon absorboidakseen ultraviolettisäteilyä, joka jää absorboitumatta pelkkiin metallioksidihiu-
taleisiin.

Esimerkkejä

Tätä keksintöä kuvataan nyt yksityiskohtaisemmin
15 esimerkkien avulla, mutta on otettava huomioon, että tämä keksintö ei rajoitu niihin.

Materiaalit:

(1) Metallioksidihiu- taleet

Luxelenia (rekisteröity tavaramerkki), jota valmistaa Sumimoto Chemical Co., käytettiin titaanioksidina.
20 Luxelenin keskimääräinen paksuus on 0,2 µm, keskimääräinen koko 3 - 20 µm, taitekerroin 2,7 ja heijastavuus 7 - 15 %.

Esimerkeissä käytetyillä sinkkioksidilla ja zirkoniumoksidilla keskimääräinen paksuus ja keskimääräinen
25 koko olivat tässä keksinnössä määritellyillä alueilla.

(2) Ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävä suurpolymeerihartsijauhe

Jauhe:

Käytettiin polymetyylimetakrylaattihartsin (PMMA) hiukkasia, jotka sisälsivät ultraviolettia absorboivana
30 aineena oktyyldimetyyli-p-aminobentsoaattia [UV-(1)] ja/tai 4-t-butyli-4'-metoksibentsoyylimetaania [UV-(2)] osuuksina, jotka on esitetty alla taulukossa 1.

Taulukko 1

Ultraviolettia absorboiva koostumus UV-jauheessa

Nimitys	UV-(1):n osuus	UV-(2):n osuus
UV-jauhe 0000	0 (%)	0 (%)
5 UV-jauhe 0703	7 (%)	3 (%)
UV-jauhe 1010	10 (%)	10 (%)
UV-jauhe 2000	20 (%)	20 (%)

10 Käytettyyn nestemäiseen parafiiniin, jota käytettiin dispergoivana aineena, dispergoitiin tasaisesti 2 % kutakin PMMA-hartsia, jotka sisälsivät ultraviolettia absorboivan aineen, jotta saatiin tahnaa. Kunkin tahnan (paksuus: 7 μ m) ultraviolettiabsorption ominaiskäyrät on esitetty kuvassa 1. UV-jauheella 0000 ei ollut ultravio-

15 lettiabsorption ominaiskäyrää, vaan sen absorptiospektri on perusviiva.

SPF-arvon mittaust:

20 Koe-eläiminä käytettiin kymmentä tai useampaa Hartley-naarasmarsua (ruumiinpaino: 250 - 350 g). Eläimen selästä ajettiin karvat pois sähköparranajokoneella ja jäljelle jäänyt karvoitus poistettiin karvanpoistoaineella ennen saattamista auringonvaloon. Valituilla eläimillä ajeltu selkä jaettiin oikeaan osaan ja vasempaan osaan selkärankaa pitkin. Yksi osista (oikea tai vasen) päällystettiin tasaisesti näytteellä niin, että levitetty määrä oli 2 mg/cm, ja toinen osa (vasen tai oikea) jäi päällystämättömäksi. Sitten kooltaan 2 x 10 cm olevan auringolta suojaava teippi, jossa oli seitsemän pystysuorassa rivissä olevaa 1 x 1 cm:n kokoista neliömäistä aukkoa, kiinnitettiin jokaiseen päällystettyyn ja päällystämättömään osaan.

25 Säteilystäminen auringonvalolla aloitettiin 15 min päällystyksen jälkeen. UV-säteilystysannosta tarkkailtiin integroivalla UV-mittarilla Radiometer, valmistaja Suga Test Instrument Co., Ltd., aukot suljettiin auringon valolta

30 aurinkoa estävällä teipillä välittömästi silloin, kun saa-

35

vutettiin vastaava edeltä käsin määriteltä UV-säteilyannos, joka vaihteli portaittain. Suljettaessa kaikki aukot UV-säteily lakkasi, teippi poistettiin ja eläimen annettiin olla 24 tuntia ennen arviointia.

5 Jokaista aukkoa vastaavalla alueella arvioitiin ihoreaktio silmien avulla. Sen alueen integroitu säteilyannos, joka osoitti heikoimman punoituksen (ihottuma), otettiin pienimmäksi punoitusannokseksi (MED, minimum erythema dose).

10 SPF-arvo kullekin näytteelle laskettiin yhtälöstä:

$$\text{SPF} = \frac{\text{MED päällystetyllä osalla}}{\text{MED päällystämättömällä osalla}}$$

15

Käytettävyytesti:

Organoleptisiä testejä suoritettiin kosmeettisen käsittelyn viimeistelyn ja iholle levitettävyyden suhteen. Viittätoista - kahtakymmentä naispuolista arviointiryhmän jäsentä pyydettiin tekemään meikki jokaisella näytteellä tavallisella tavalla ja arvioimaan lopputulos ja levitettävyyys käyttäen 5-arvosanaista asteikkoa: 5 ... erinomainen; 4 ... hyvä; 3 ... kohtalainen; 2 ... hieman huono; 1 ... huono. Kunkin arvosanan saama summa jaettiin testiryhmän jäsenten lukumäärällä ja osamäärät merkittiin seuraavasti.

25

Pisteet: 5 - 4,5 4,5 - 3,5 3,5 - 2,5 2,5 tai vähemmän

Merkintä: ⊙ ○ Δ X

30

Tapaus 1:

Testatut kosmeettisten aineiden formulaatiot (puri-
stettu kasvopuuteri), saadut SPF-arvot ja hyödyllisyys-
testin tulokset on esitetty taulukossa 2.

Taulukko 2

Puristettun kasvopuuterin toimulaatio ja testituloksia

	Raaka-aine	Vert.	Vert.	Vert.	Vert.	Vert.	Vert.	Vert.	Vert.	Vert.
		Esi. 1	Esi. 2	Esi. 3	Esi. 4	Esi. 5	Esi. 6	Esi. 7	Esi. 8	Esi. 9
5	Titaanioksidi	10,0	20,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
	Kiille	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0
	Talkki	35,0	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0
	Serisiitti	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
	Väripigmentti	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
10	Sinkkioksidi			10,0						
	Titaanioksidi, hienot				10,0					
	hiukkaset									
	Sinkkioksidi, hienot					10,0				
	hiukkaset									
15	Titaanioksidihitaleet						10,0			
	(Luxelen)									
	UV-jauhe 0000							10,0		
	UV-jauhe 0703								10,0	
	UV-jauhe 1010									10,0
20	Oktyyldimetyyli-p-									10,0
	aminobentsoaatti									
	Nestemäinen parafiini	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
	Hajuste	Sopiva	Sopiva	Sopiva	Sopiva	Sopiva	Sopiva	Sopiva	Sopiva	Sopiva
		määrä	määrä	määrä	määrä	määrä	määrä	määrä	määrä	määrä
25	Bakterisidinen	"	"	"	"	"	"	"	"	"
	antisepti									
	SPF-arvo	8,9	9,1	8,2	7,8	8,1	9,3	8,7	8,0	8,8
	Meikin viimeistely	⊙	x	○	○	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙
	Levitettävyyys	○	x	△	△	△	○	⊙	⊙	⊙

Taulukko 2 (jatkoa)

[illegible]

Taulukko 2 (jatkoa)

	sidinen											
	antisepti											
	SPF-arvo	7,1	7,5	15,2	16,3	17,6	9,4	15,8	14,9	9,2	16,6	15,8
5	Meikin-	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	○	○	⊙	⊙	⊙	⊙
	viimeis-											
	tely											
	Levitet-	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	△	○	⊙	○	⊙	⊙
	tävyys											

- 10 Kuten taulukosta 2 voidaan havaita, tämän keksinnön mukaiset kosmeettiset aineet, joissa on käytetty titaanioksidihiu-
 15 taleita ja ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävää suurpolymeerihartsia yhdessä (esimerkit nro 1 - 7), ovat erinomaisia sekä SPF-arvon että käytettävyyden
 20 suhteen ja niillä on erityisesti korkeat SPF-arvot verrattuna niihin, jotka sisältävät pelkästään titaanioksidia (vertailuesimerkit 1 - 5 ja vertailuesimerkki 7, joissa
 25 käytettiin suurpolymeerihartsijauhetta, joka ei sisältänyt ultraviolettia absorboivaa ainetta), niihin, jotka sisälsivät pelkästään titaanioksidihiu-
 30 taleita (vertailuesimerkit nro 6 ja 11), niihin, jotka sisälsivät pelkästään ultraviolettia absorboivaa ainetta sisältävää suurpolymeeriä (vertailuesimerkit nro 8 - 10), niihin, jotka sisälsivät titaanioksidia yhdessä ultraviolettia absorboivan aineen
 kanssa (oktyyli-*dimetyyli-p-aminobentsoaatti*) (vertailuesimerkki no. 12) ja niihin, jotka sisälsivät titaanioksidia yhdessä titaanioksidihiu-
 taleiden kanssa.

Tapaus 2:

- 30 Alla olevassa taulukossa 3 esitetään monikerroksisia kosmeettisten aineiden formulaatioita (2 ja 3 sisältävät paikalla ollessaan kaksi erillistä kerrosta, jotka kuitenkin on käytettävä sekoituksen jälkeen, jotta saadaan homogeeninen faasi), niiden SPF-arvoja ja niiden käytettävyyttä.

Taulukko 3

Monikerroksisia kosmeettisen aineiden valmistemuotoja ja testituloksia

		Esim. 8 %	Vertailu- esim. 15 %
5	Yhdistetyt raaka-aineet		
	Oktyyli-isopelargonaatti	3,00	3,00
	(POE 40) Tetraoleyyliisorbitoli	0,05	0,05
10	Oktyyylidimetyyli-p-amino-bentsoaatti	0,50	0,50
	4-t-butyli-4'-metoksibentsoyylimetaani	0,50	0,50
	Puhdistettu vesi	72,95	78,95
	1,3-butyleeniglykoli	3,0	3,0
15	Etanoli	14,00	14,00
	Zirkoniumoksidihitaleet	5,0	
	UV-jauhe 1010	1,0	
	SPF-arvo	16,3	6,2
20	Luonnollinen meikin viimeistely	⊙	⊙
	Hyödyllisyys	⊙	Δ
	(kostea tuntu, vaikka kuiva kosketettaessa)		

- 25 Kuten taulukossa 3 on esitetty, tämän keksinnön mukainen esimerkin 8 kosmeettinen aine on merkittävästi parempi kuin vertailuesimerkin 15 aine SPF-arvon kannalta ja myös erinomainen käytettävyyden kannalta ja sillä on hyviä päivetymiseltä suojaavia vaikutuksia. Lisäksi esi-
- 30 merkin 8 mukaisella aineella oli erinomaisia infrapunalta suojaavia ominaisuuksia, kuten kuvassa 2 on esitetty.

Tapaus 3:

- 35 Useita kosmeettisia aineita, jotka kuuluvat tämän keksinnön suoja-alaan, valmistettiin seuraavasti ja määritettiin SPF-arvo ja käytettävyys. Alla kuvatut koostumukset on esitetty painoprosentteina.

Esimerkki 9**Päivettymistä estävä voide:**

	Komponentti	Koostumus
	Steariinihappo	4,0
5	Itsestään emulgoituva glyseriini-monostearaatti	3,0
	Setanoli	2,0
	Valkaistu mehiläisvaha	3,0
	Oliiviöljy	5,0
10	Skvalaani	10,0
	Antioksidantti	sopiva määrä
	Trietanoliamiini	2,0
	Propyleeniglykoli	7,0
	Bentoniitti	0,5
15	Bakterisidinen antisepti	sopiva määrä
	Titaanioksidihiualeet (Luxelen)	10,0
	UV-jauhe 0703	1,0
	Hajuste	sopiva määrä
	Puhdistettu vesi	QS 100,0
20		

Edellä olevan valmistemuodon mukaisen päivettymistä estävän voiteen SPF-arvo oli 17,2 ja sillä oli tyydyttävä levitettävyyys iholle ja sen avulla saatiin luonnollinen meikin viimeistely.

25 Esimerkki 10**Päivettymistä estävä maitomainen lotion:**

	Komponentti	Koostumus
	(POE 20) Oleyylieetteri	1,2
	Sorbitaaniseskvioleaatti	0,8
30	Valkaistu mehiläisvaha	0,5
	Vaseliini	2,0
	Skvalaani	5,0
	Propyleeniglykoli	5,0
	Etanoli	3,0
35	Bakterisidinen antisepti	sopiva määrä

	Ksantaanikumi	0,2
	Sinkkioksidihitaleet	7,0
	UV-jauhe 2000	3,0
	Hajuste	sopiva määrä
5	Puhdistettu vesi	QS 100,0

Edellä olevan formuloinnin mukaisen päivettymistä estävän maitomaisen lotionin SPF-arvo oli 16,7 ja sillä oli tyydyttävä levitettävyyden iholle ja se antoi luonnollisen meikin viimeistelyn.

Esimerkki 11

Pohja (öljy vedessä -tyyppi):

	Komponentti	Koostumus
	Steariinihappo	4,0
15	Glyseriininimonostearaatti	2,0
	Setostearyylialkoholi	1,5
	Isopropyylimyristaatti	7,0
	Nestemäinen parafiini	10,0
	Silikonioöljy	5,0
20	Trietanoliini	1,5
	Glyseriini	4,0
	Bentoniitti	1,0
	Bakterisidinen antisepti	sopiva määrä
	Titaanioksidi	8,0
25	Kaoliini	3,0
	Talkki	3,0
	Titaanioksidihitaleet	5,0
	UV-jauhe 1010	1,0
	Väripigmentti	2,0
30	Hajuste	sopiva määrä
	Puhdistettu vesi	QS 100,0

Edellä olevan formulaation mukaisen voidepohjan SPF-arvo oli 16,2 ja sillä oli tyydyttävä levitettävyyden iholle, jolloin saatiin luonnollinen meikin viimeistely.

Esimerkki 12

Pohja (vesi öljyssä -tyyppi):

	Komponentti	Koostumus
	Sorbitaaniseskvioliaatti	3,0
5	Itsestään emulgoituva glyseriinimono-oleaatti	2,0
	Alumiinistearaatti	0,5
	Serasiinivaha	5,0
	Skvalaani	10,0
10	Seesamöljy	15,0
	Vaseliini	5,0
	Etyyliurokanaatti	2,0
	Propyleeniglykoli	5,0
	Bakterisidinen antisepti	sopiva määrä
15	Magnesiumoksidi	0,5
	Titaanioksidi	4,0
	Zirkoniumoksidi	4,0
	Talkki	4,0
	Titaanioksidihiualeet	6,0
20	UV-jauhe 0703	2,0
	Hajuste	sopiva määrä
	Puhdistettu vesi	QS 100,0

Edellä olevan formulaation mukaisen voidemaisen pohjan SPF-arvo oli 18,7 ja sillä oli tyydyttävä levitetävyys iholle, jolloin saatiin luonnollinen meikin viimeistely, ja sillä oli erinomainen kestävyys meikkauksen jälkeen.

Esimerkki 13

Kirkas lotion:

	Komponentti	Koostumus
	Etanoli	10,0
	(POE 20) Sorbitaanimonolauraatti	1,0
	Bakterisidinen antisepti	0,2
35	Hajuste	0,2

	1,3-butyleeniglykoli	8,0
	Titaanioksidihutiutaleet	5,0
	UV-jauhe 2000	2,0
	Vedetön piioksidi	0,2
5	Puhdistettu vesi	QS 100,0

10 Edellä olevan formuloinnin mukaisen koostumuksen SPF-arvo oli 14,7 ja sillä oli päिवettymistä estäviä vaikutuksia ja tyydyttävä levitettävyyys iholle, jolloin saatiin luonnollinen meikin viimeistely.

Esimerkki 14

Päivettymistä estävä öljy:

	Komponentti	Koostumus
	Oktyylidimetyyli-p-aminobentsoaatti	4,0
15	4-t-butyli-4'-metoksibentsoyylimetaani	1,0
	Tokoferoliasetaatti	0,1
	Titaanioksidihutiutaleet	10,0
	UV-jauhe 1010	1,0
	Hajuste	sopiva määrä
20	Haihtuva silikoni	QS 100,0

25 Edellä olevan formulaation mukaisen päivettymistä estävän öljyn SPF-arvo oli 17,5, sillä oli päivettymistä estäviä vaikutuksia, se sai aikaan luonnollisen meikin viimeistelyn ja sillä oli tyydyttävä levitettävyyys iholle.

Esimerkki 15

Huulikiilto:

	Komponentti	Koostumus
	Karnaubavaha	4,5
30	Kandelillavaha	9,0
	Seresiini	2,5
	Valkaistu mehiläisvaha	1,5
	Kaakaovoi	4,0
	Sakkaroosirasvahappoesterit	2,0
35	Lanoliini	20,0

	Antioksidantti	sopiva määrä
	Allantoiini	sopiva määrä
	Titaanioksidihutiutaleet	5,0
	UV-jauhe 2000	5,0
5	Red nro 3 alumiinihiutaleet	sopiva määrä
	Hajuste	sopiva määrä
	Nestemäinen parafiini	QS 100,0

10 Edellä olevan formulaation mukaisen huulikiillon SPF-arvo oli 15,6, sillä oli päivetymistä estäviä vaikutuksia, se sai aikaan luonnollisen meikin viimeistelyn ja sillä oli tyydyttävä levitettävyyys iholle.

15 Tämä keksinnön mukaisilla kosmeettisilla aineilla ei ole vain erinomaisia ihoa haitalliselta ultraviolettisäteilyltä suojaavia vaikutuksia, kuten voidaan huomata edellisissä esimerkeissä saaduista SPF-arvoista, vaan ne ovat turvallisia, niillä on tyydyttävä käytettävyyys ja niillä saadaan aikaan tyydyttäviä meikin viimeistelyjä. Ne ovat arvokkaita kosmeettisia aineita, jotka antavat luon-

20 nollisen viimeistelyn, kun niitä käytetään ihon pintakäsittelyyn.

Patenttivaatimukset:

1. Valolta suojaava kosmeettinen koostumus käytettäväksi iholle, t u n n e t t u siitä, että se sisältää

5 (a) tehokkaan määrän metallioksidihiutaleita, joiden paksuus on noin 0,01 - noin 3 μm ja keskimääräinen koko noin 1 - noin 100 μm ; ja

(b) tehokkaan määrän suurpolymeerihartsijauhetta, jota on saatu polymeroimalla suurpolymeerihartsin monomeeriä, joka on sekoitettu kauttaaltaan ultraviolettia absorboivan aineen kanssa.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että sen resepti sisältää kosmeettisesti hyväksyttävää tooppista kantajaa.

15 3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä suurpolymeerihartsijauheen rakenne on sellainen, jossa suurpolymeerihartsiseinä peittää ytimen, joka sisältää ultraviolettia absorboivaa ainetta.

20 4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että metallioksidihiutaleet muodostavat noin 1 % - noin 70 % mainitusta koostumuksesta.

25 5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä suurpolymeerihartsijauhe muodostaa noin 0,1 % - noin 70 % mainitusta koostumuksesta.

30 6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä suurpolymeerihartsijauhe sisältää noin 1 % - noin 50 % (jauheen massasta) ultraviolettia absorboivaa ainetta.

35 7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä suurpolymeerihartsijauhe on valittu ryhmästä, johon kuuluu vinyyli-
lipolymeerejä, olefiinivinyyli-
polymeerejä, olefiinialkyy-

lipolymeerejä, polyamideja, akryylihartseja, polystyreeni, polyestereitä ja niiden seoksia.

5 8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä ultraviolettia absorboiva aine on valittu ryhmästä, johon kuuluvat aminobentsoehappo ja sen johdokset, salisyylihappo ja sen johdokset, kanelihappo ja sen johdokset, bentsofenonijohdokset, 4-imidatsolyyliakryylihappo (urocanic acid) ja sen johdokset ja niiden seokset.

10 9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä ultraviolettia absorboiva aine on valittu ryhmästä, johon kuuluvat 2-hydroksi-4-metoksibentsofenoni, 2-hydroksi-4-metoksibentsofenoni-5-sulfonihappo, 2,2'-dihydroksi-4-metoksibentsofenoni, dietanoliamiini-p-metoksihydrokinnamaatti, 15 etyyliidihiydroksipropyli-p-aminobentsoaatti, glyseryyli-p-aminobentsoaatti, homometyylisalisylaatti, metyyli-o-aminobentsoaatti, 2-etyyliheksyyli-2-syano-3,3-difenyyliakrylaatti, oktyylidimetyyli-p-aminobentsoaatti, 2-etyyli- 20 heksyyli-p-metoksikanelihappo, 2-etyyliheksyylisalisyylihappo, p-aminobentsoehappo, 2-fenyylibentsimidatsoyyli-5-sulfonihappo, trietanoliamiinisalisylaatti, 3-(4-metyylibentsylideeni)kamferi, 2,4-dihydroksibentsofenoni, 2,2',-4,4'-tetrahydroksibentsofenoni, 2,2'-dihydroksi-4,4'-di- 25 metoksibentsofenoni, oktabentsoni, 4-isopropyylidibentsoyylimetaani, 4-t-butyli-4'-metoksibentsoyylimetaani, 2-etyyli-2-syano-3,3'-difenyyliakrylaatti, 4-imidatsolyyliakryylihappo (urocanic acid) ja etyyliurokanaatti ja niiden seokset.

30 10. Patenttivaatimuksen 8 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä metallioksidihitaleet on valittu ryhmästä, johon kuuluvat sinkkioksidi, titaanioksidi, zirkoniumoksidi ja niiden seokset.

11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä suurpolymeerihartsijauheen koko on noin 5 μm - noin 20 μm .

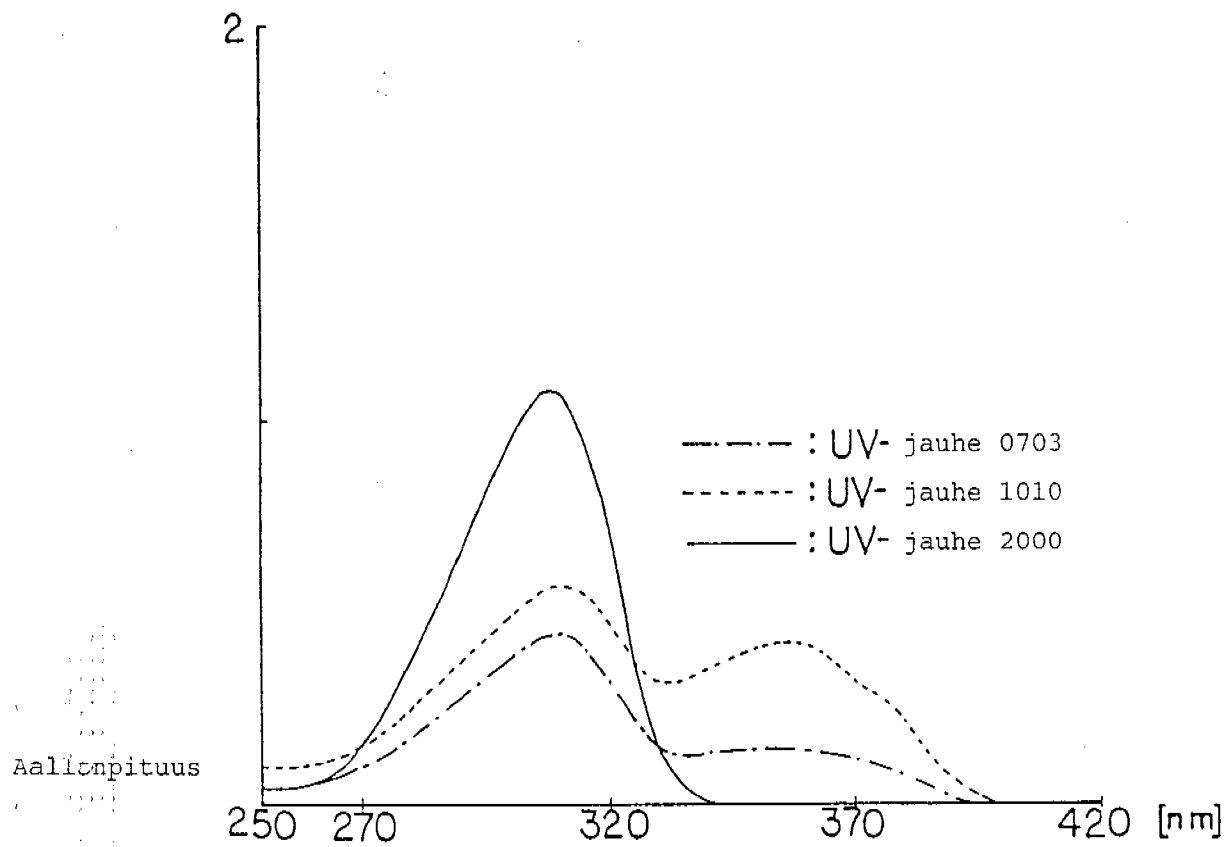
5 12. Patenttivaatimuksen 10 mukainen kosmeettinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä olevassa suurpolymeerihartsijauheessa suurpolymeerihartsin on poly-metyylimetakrylaatti ja ultraviolettia absorboiva aine on valittu ryhmästä, johon kuuluvat oktyylidimetyyli-4-t-bu-tyyli-4'-metoksibentsoyylimetaani ja sen seokset.

10 13. Menetelmä kosmeettisten ja valolta suojaavien etujen saamiseksi iholle, t u n n e t t u siitä, että iholle käytetään tehokas määrä patenttivaatimuksen 5 mukaista kosmeettista koostumusta.

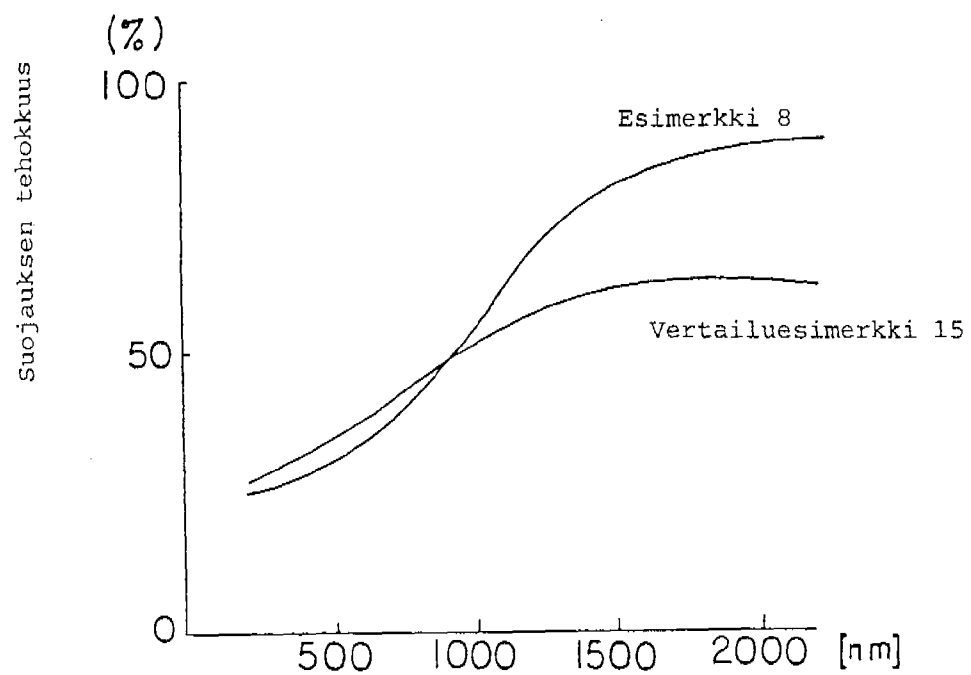
15 14. Menetelmä kosmeettisten ja valolta suojaavien etujen saamiseksi iholle, t u n n e t t u siitä, että iholle käytetään tehokas määrä patenttivaatimuksen 10 mukaista kosmeettista koostumusta.

1/2

KUVIO 1

FIG. 1

KUVIO 2

FIG. 2