(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3618237号
(P3618237)
(45)発行日　平成17年2月9日(2005.2.9)　(24)登録日　平成16年11月19日(2004.11.19)

(51)Int.Cl.[7]　F I
A61K 7/42　A61K 7/42

請求項の数 2　(全 7 頁)

(21)出願番号　特願平10-357725
(22)出願日　平成10年12月16日(1998.12.16)
(65)公開番号　特開2000-178162(P2000-178162A)
(43)公開日　平成12年6月27日(2000.6.27)
審査請求日　平成14年8月29日(2002.8.29)

(73)特許権者　000113470
ポーラ化成工業株式会社
静岡県静岡市弥生町６番４８号
(74)代理人　100089244
弁理士　遠山　勉
(74)代理人　100090516
弁理士　松倉　秀実
(74)代理人　100100549
弁理士　川口　嘉之
(72)発明者　松原　顕吉
神奈川県横浜市神奈川区高島台２７番地１
ポーラ化成工業株式会社　横浜研究所内

審査官　大宅　郁治

最終頁に続く

(54)【発明の名称】化粧料

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
２，４，６－トリス［４－（２－エチルヘキシルオキシカルボニル）アニリノ］－１，３，５－トリアジンと、ポリプロピレングリコール、ポリブチレングリコール、１，５－ヘキサンジオール、イソプレングリコール、１，６－ヘキサンジオールからなる群より選ばれる一種又は二種以上の水酸基を有する化合物と、極性油分とを含有し、前記水酸基を有する化合物の含有量が、２，４，６－トリス［４－（２－エチルヘキシルオキシカルボニル）アニリノ］－１，３，５－トリアジンの含有量の５０重量％以上であることを特徴とする化粧料。
【請求項２】
極性油分の含有量が、２，４，６－トリス［４－（２－エチルヘキシルオキシカルボニル）アニリノ］－１，３，５－トリアジンの含有量の１００重量％以上である請求項１記載の化粧料。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、化粧料に関し、特に紫外線防止効果に優れた化粧料に関する。
【０００２】
【従来の技術】
従来より皮膚や毛髪を有害な紫外線から防御するために、チタン、亜鉛、鉄、セリウム、

ジルコニウム、アルミニウム、マンガン、ビスマス等の金属元素の酸化物微粒子等の紫外線散乱、吸収効果を利用した無機粉体や、ウロカニン酸、ウロカニン酸エチル、２－エチルヘキシルパラジメチルアミノベンゾエート、２－ヒドロキシ－４－メトキシベンゾフェノン、２－ヒドロキシ－４－メトキシベンゾフェノン－５－スルホン酸等の有機系紫外線吸収剤が汎用されている。

【０００３】

ところが、無機粉体系の紫外線吸収剤は、不溶性の粉体であるため、メイクアップファウンデーションや、一部のサンプロテクト化粧料を除いては十分な効果を挙げられるほどは配合できない。有機系の紫外線吸収剤は大半は油溶性であり、大量に配合すると化粧料がべったりとした、重い感触になりやすく、特に紫外線の強い時期である夏用の化粧料としてはあまり好まれない。また、有機系の紫外線吸収剤は、紫外線を吸収してそれ自身が変性し、変色するものも多く、この点からも十分な量を配合することは難しいという問題がある。

【０００４】

ところで、２，４，６－トリス［４－（２－エチルヘキシルオキシカルボニル）アニリノ］－１，３，５－トリアジン（以下、オクチルトリアゾンと略記する）は、日光に対して非常に安定であり、強い紫外線にさらされてもほとんど変性することのない、淡黄色から黄色粉末の紫外線吸収剤である。しかしながら、オクチルトリアゾンは水溶性がなく、また、表１に示すように、極性の高い油にはある程度溶解するが、極性の低い油との相溶性は相当低いので、クリームや乳液のようなエマルションとする場合には、安定に配合するために、エマルションの油相中に極性の高い油分を多量に配合する必要があり、このため、化粧料の使用感触が不必要にべたついてしまい、使用感を大きく損ねてしまう。また、使用感触を犠牲にして化粧料に配合しても、長期間の保存では、オクチルトリアゾンが再結晶して析出し、商品価値を損ねたり、紫外線防止効果が低下する可能性があるので、十分な量を配合することは困難であった。

【０００５】

この問題を解決するために、オクチルトリアゾンをサリチル酸ホモメンチル、サリチル酸オクチルで溶解する方法（特開平７－３３０５６３号）、ジオクチルマラートで溶解する方法（特開平７－３３０５６５号）、転相法により、エマルションとする方法（特開平９－１７５９７８号）、ポリグリセリンエステルで溶解する方法（特開平９－２０２７２３号）、アルカンジカルボン酸で溶解する方法（特開平１０－３６２４０号、特開平１０－３６２４１号）プロピレングリコールエステルで溶解する方法（特開平１０－３６２４２号）、グリセロールエステル、ジグリセロールエステル、トリグリセロールエステルで溶解する方法（特開平１０－３６２４３号、特開平１０－４５５５１号、特開平１０－６７６３７号）、α－ヒドロキシカルボン酸のアルキルモノエステルで溶解する方法（特開平１０－５９８３３号）、グルコース誘導体を用いてエマルションとする方法（特開平１０－６７６３１号、特開平１０－６７６３２号、特開平１０－６７６３３号）、ソルビタンモノエステル類で可溶化する方法（特開平１０－６７６５４号）、ジベンゾイルメタン基を有する化合物で溶解する方法（特開平１０－８７４６５号）、カンファー誘導体で溶解する方法（特開平１０－８７４７０号）、ブチレングリコールジエステルで溶解する方法（特開平１０－２１８７４９号）、オクチルトリアゾンを微粒子化して配合する方法（特表平９－５０９２１号、特開平９－１７５９７５号）等、実に様々の溶解剤、乳化剤、乳化方法が提案されている。

【０００６】

しかしながら、今までに提案された方法は、溶解助剤としてエステル類等の油性成分を用いるか、活性剤の種類との組み合わせに関するものが大半であるため、化粧料としての使用感触を適宜調整することが必ずしも容易ではなく、また処方構成の自由度が十分に広がるものとも言えない。

【０００７】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、以上のような状況に鑑みてなされたものであって、その目的は十分な紫外線吸収能を有し、感触的にも優れた化粧料を提供することである。

【０００８】

【課題を解決するための手段】

こうした現状に鑑み、鋭意研究を行った結果、本発明者らは、オクチルトリアゾンと、水酸基を有する特定の化合物とを併用してやると、上記課題を解決できることを見いだし、本発明を完成させた。

【０００９】

オクチルトリアゾンは、日光に対して非常に安定であり、強い紫外線にさらされてもほとんど変性することのないという、優れた特徴を有する淡黄色から黄色粉末の紫外線吸収剤であるが、前述したようにオクチルトリアゾンは水溶性がなく、表１に示すように、極性の高い油にはある程度溶解するが、極性の低い油との相溶性は相当低いものである。そのため、クリームや乳液のようなエマルションとする場合には、安定に配合するために、エマルションの油相中に油分を多量に配合する必要があり、結果として化粧料の使用感触が不必要にべたついてしまい、使用感を大きく損ねてしまう。また、長期間の保存において、オクチルトリアゾンが再結晶して析出し、商品価値を損ねたり、紫外線防止効果が低下する可能性があるので、十分な量を配合することは難しい。これまでに提案された解決法はいずれも、エステル類等の油剤成分を併用することにより、オクチルトリアゾンの配合安定性を高めたものであり、使用感触の改善、改良には不向きなものであり、特にローションやエッセンスのような水相成分の多い処方系には適用が困難であった。このようにオクチルトリアゾンは有用な紫外線吸収剤ではあるが、その溶解性の問題から、化粧品処方への配合に際して制限がある。

【００１０】

【表１】

オクチルトリアゾンの各種油剤との相溶性

油剤	溶解性
ＰＰＧ－３　ミリスチルエーテル	約１３％
アジピン酸ジイソプロピル	約　９％
クエン酸トリエチル	約　８％
トリカプリン酸グリセリル	約　４％
安息香酸C_{12-15} アルキルエステル	約　４％
ミリスチン酸イソプロピル	約　３．５％
パルミチン酸イソプロピル	約　２％
オレイン酸デシル	約　１．５％
イソオクタン酸セチル	約　１％
オリーブ油	約　１％
ホホバ油	１％未満
プロピレングリコール	１％未満
流動パラフィン	１％未満

【００１１】

この点について、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、オクチルトリアゾンを配合する際に、両端に水酸基を有する化合物を併用してやると、油分との相溶性が格段に向上し、使用感触を損ねることなく、化粧料に配合できることを見いだし、本発明を完成させるに至った。

【００１２】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

【００１３】

本発明に使用されるオクチルトリアゾンは、一般にはＢＡＳＦ社よりユビナールＴ－１５

０の商品名で市販されている。

【００１４】

両端に水酸基を有する化合物としては、ポリプロピレングリコール、ポリブチレングリコール等のポリオキシアルキレングリコール、１，５－ヘキサンジオール、イソプレングリコール、１，６－ヘキサンジオール等が挙げられる。ポリプロピレングリコールのような重合体の場合は、常温で液状のものが好ましい。

【００１５】

また、化粧料に配合される極性油分としては、特に限定されるものではないが、トリグリセライド、ジグリセライド等の、トリグリセライド以上の極性を有する油分を、オクチルトリアゾンと、同重量以上配合するのが好ましい。炭化水素系のスクワランのような無極性の油分だけでは、溶解性が十分には向上しない。

【００１６】

以下、実験例をもって本発明を詳細に説明する。

１．溶解性の向上に伴うＳＰＦ値の向上

オクチルトリアゾンをイソプレングリコールを用いて溶解した場合と、２－エチルヘキサン酸トリグリセライドのみで混和した場合のＳＰＦ値の相違を検討した。結果を表２に示す。

【００１７】

【表２】

表中の数字は重量部

２－エチルヘキサン酸トリグリセライド	１００	５０
イソプレングリコール	なし	５０
オクチルトリアゾン	５０	５０
溶解状態	白色不透明ワセリン状	透明な液体
ＳＰＦ値	１４．３	１８．１

【００１８】

表２の結果に明らかなように、オクチルトリアゾンの二倍量の２－エチルヘキサン酸トリグリセライドで溶解した場合は、オクチルトリアゾンが完全に溶解しないため、白色のワセリン様となった。等量のイソプレングリコールと２－エチルヘキサン酸トリグリセライドを用いた場合は、ほぼ完全に溶解し、その結果、ＳＰＦ値が高くなり、紫外線防御効果も向上する。

【００１９】

次に、ポリエチレングリコールと各種多価アルコール、極性油との混合比率を変えて、評価した結果を表３～５に示す。なお、溶解状態は完全に溶解した状態を○、若干白濁が認められる状態を△、ワックス状に白濁若しくは混和しない状態を×とした。

【００２０】

【表３】

＜多価アルコールの検討＞

表中の数字は重量部

オクチルトリアゾン	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2-ｴﾁﾙﾍｷｻﾝ酸ﾄﾘｸﾞﾘｾﾗｲﾄﾞ	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
イソプレングリコール	1									1			
ＰＥＧ４００		1									1		
ＰＥＧ１５００			1										
ＰＰＧ４００				1									
プロピレングリコール					1								
1,3-ブチレングリコール						1							
1,4-ブタンジオール							1					1	
1,5-ペンタンジオール								1					
1,6-ヘキサンジオール									1				1
溶解状態	○	○	○	○	×	△	○	○	○	×	×	×	×

【００２１】
【表４】
＜多価アルコール濃度の検討＞
表中の数字は重量部

オクチルトリアゾン	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2-ｴﾁﾙﾍｷｻﾝ酸ﾄﾘｸﾞﾘｾﾗｲﾄﾞ	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
イソプレングリコール	0.1	0.2	0.3	0.5	1					
ＰＥＧ１５００						0.1	0.2	0.3	0.5	1
溶解状態	×	△	△	○	○	△	△	△	○	○

【００２２】
【表５】
＜油剤の種類の検討＞
表中の数字は重量部

オクチルトリアゾン	1	1	1	1	1
２－エチルヘキサン酸トリグリセライド	1				1
２－エチルヘキサン酸セチル		1			
スクワラン			1		1
パラメトキシ桂皮酸２－エチルヘキシル				1	
イソプレングリコール	1	1	1	1	1
溶解状態	○	△	△	○	○

【００２３】
以上の実験結果に明らかなように、オクチルトリアゾンは、イソプレングリコールやポリエチレングリコールと、トリグリセライド以上の極性油とを併用することにより、溶解性が向上する。ことに従来と異なり、水溶性成分との併用で溶解性が向上するので、特に配合油分量の少ない、透明性の要求されるような、例えばローション、エッセンスといった、通常油分の配合量が５重量％以下であることが多い処方系に有利なものである。また、クリームや乳液のような処方系でも、配合油分の量を適宜調整できる幅が広がるので、使用感触がさっぱりしたものを調製できるという利点がある。
【００２４】
【実施例】

化粧水	重量%
A）オクチルトリアゾン	4
２－エチルヘキサン酸トリグリセリド	4
イソプレングリコール	2
ベヘニルアルコール	１．８
ペンタステアリン酸デカグリセリル	１．５
ステアロイル乳酸ナトリウム	０．２
フェノキシエタノール	０．５
B）１，３－ブチレングリコール	5
グリセリン	5
エデト酸二ナトリウム	０．０５
メチルパラベン	０．３
４－ブチルレゾルシノール	０．１
精製水	７５．５５

【００２５】
Ａ成分、Ｂ成分をそれぞれ別個に７０℃で混合溶解した後、Ａ成分にＢ成分を徐々に添加して、混合、攪拌しながら室温まで冷却した。製造後、室温で６ヶ月を経過しても分離や、結晶の析出は認められず、安定であった。
【００２６】
【発明の効果】
本発明によれば、紫外線吸収剤として有用ではあるが溶解性に乏しいオクチルトリアゾンを、少ない油剤量で処方系に安定に配合することができるため、特にローションのような油分の少ない処方系に有用である。

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平１０－０４５５５１（ＪＰ，Ａ）
特開平０９－２０２７２３（ＪＰ，Ａ）
特開平０９－２４１１４１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
A61K 7/00-50