RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 471 780**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 80 25646**

(54) **Composition de pâte dentifrice.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). **A 61 K 7/16.**

(22) Date de dépôt..... 3 décembre 1980.
(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Grande-Bretagne, 19 décembre 1979, n° 79/43641.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 26 du 26-6-1981.

(71) Déposant : Société dite : COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, résidant aux EUA.

(72) Invention de : Kenneth Harvey et Tamis Stephen Connors.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Lavoix,
2, place d'Estienne-d'Orves, 75441 Paris Cedex 09.

La présente invention concerne une composition de pâte dentifrice possédant des caractéristiques rhéologiques avantageuses.

Un véhicule de pâte dentifrice typique est constitué de liquides tels que l'eau et des humectants, et de solides tels que des agents gélifiants dont les proportions sont choisies pour donner une consistance crêmeuse ou analogue à un gel. Lorsque les constituants particuliers utilisés sont mal choisis, ou que leurs proportions relatives sont impropres, il peut se poser des problèmes rhéologiques tels qu'une dureté ou une fluidité excessive, une synérèse ou séparation de phases, un séchage (en particulier à l'extrémité où se trouve le bouchon, d'où l'appellation d'"obturation") en particulier si le tube est laissé ouvert, etc...

Une solution de sorbitol dans l'eau, généralement à 50-80 % en poids environ, et le plus souvent à 70 % en poids environ, et le glycérol sont les humectants pour pâtes dentifrices les plus communément utilisés . On les utilise en général dans des proportions allant jusqu'à environ 80 % en poids de la pâte dentifrice, mais le plus souvent d'environ 15 à 40 %. Le plus souvent, de l'eau est également présente, elle peut représenter jusqu'à 80 % du poids d'une pâte dentifrice, par exemple de 20 à 60 %.

Lorsque la solution de sorbitol et l'eau (distincte de celle dans laquelle le sorbitol est dissous) sont présents dans une proportion allant jusqu'à environ 35 % en poids et d'au moins environ 20 % en poids, respectivement, lorsqu'on a mélangé ces liquides avec l'agent gélifiant, le séchage se produit aisément et il se forme un tampon dur au niveau du bouchon du tube de dentifrice, qui rend très difficile une extrusion efficace de la pâte. Un certain séchage peut se produire lorsqu'on utilise de la glycérine en remplacement de tout ou partie de la solution de sorbitol, bien que le tampon qui peut se former ne soit pas aussi dur.

Un des avantages de l'invention est que le séchage de pâtes dentifrices à forte teneur en eau contenant du sorbitol comme humectant et un agent de gélification est réduit ou empêché. D'autres avantages apparaîtront à l'examen de la description ci-après. Conformément à certains de ses aspects, l'invention concerne une composition de pâte dentifrice comprenant un véhicule contenant environ 45 à 80 % en poids d'une phase liquide contenant jusqu'à environ 35 % en poids (par rapport à la pâte dentifrice) de sorbitol et au moins environ 25 % en poids (par rapport à la pâte dentifrice) d'eau, et une phase solide contenant environ 3 à 10 % en poids (par rapport au poids de la pâte dentifrice) d'un agent gélifiant comprenant au moins environ 3 % en poids (par rapport au poids de la pâte dentifrice) d'une polyvinylpyrrolidone.

La pâte dentifrice de l'invention contient jusqu'à environ 35 % en poids de sorbitol, en général environ 15 à 35 % et de préférence environ 15 à 25 %. Si on le désire, on peut mélanger au sorbitol de faibles quantités (par ex.environ 10%) d'autres humectants tels que le glycérol ou un polyéthylène glycol ayant une masse moléculaire moyenne d'environ 380 à 420. Le glycérol pour réduire (mais non éliminer) le séchage en l'absence de polyvinylpyrrolidone.

Le sorbitol est généralement utilisé en solution dans l'eau, cette solution en contenant typiquement environ 50 à 80 % en poids, et de préférence environ 70 % en poids. Il peut y avoir au moins environ 25 % en poids d'eau, typiquement environ 25 à 50 %, de préférence environ 20 à 75 % ; ces fortes quantités d'eau ont généralement été évitées dans le passé, en raison d'une tendance au séchage.

La phase liquide du véhicule de pâte dentifrice, c'est-à-dire l'humectant et l'eau, constitue environ 45 à 80 % en poids de la pâte dentifrice, de préférence environ 55 à 70 %.

L'agent gélifiant peut être constitué en tout ou partie de polyvinyl pyrrolidone. Outre la polyvinylpyrrolidone, il

peut y avoir une matière analogue à une gomme, naturelle ou synthétique, telle que la mousse d'Irlande, la gomme adragante, la méthylcellulose, l'hydroxyéthylcellulose, la carboxyméthylcellulose sodique, l'amidon, des polymères carboxyvinyliques tels que ceux vendus sous les noms commerciaux de CARBOPOL 937 et 940, et des argiles silicatées synthétiques telles que celles vendues sous les noms commerciaux de LAPONITE CP ou SP. La polyvinylpyrrolidone est présente dans la composition de pâte dentifrice dans une proportion d'au moins environ 3 % et l'agent gélifiant total en représente environ 3 à 10 % en poids, et de préférence environ 5 à 8 %.

En plus de l'agent gélifiant, en tant que partie solide du véhicule de la pâte dentifrice, il peut y avoir un épaississant tel qu'une silice colloïdale synthétique finement divisée vendue sous les noms commerciaux de CAB-O-SIL, AEROSIL-D200 et SYLOID 244 et 246, dans une proportion d'environ 1 à 5 % en poids.

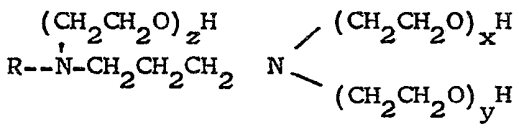
Une matière de polissage insoluble dans l'eau, acceptable du point de vue dentaire, est répartie dans le véhicule de la pâte dentifrice, généralement dans la proportion d'environ 15 à 50 % en poids, et mieux encore d'environ 25 à 45 %. Comme exemples d'agents de polissage, on citera le métaphosphate de sodium insoluble dans l'eau, le métaphosphate de potassium, le phosphate tricalcique, le phosphate de calcium déshydraté, le phosphate dicalcique anhydre, le phosphate de calcium, l'orthophosphate de magnésium, le phosphate trimagnésique, le carbonate de calcium, l'alumine, l'alumine hydratée, le silicate d'aluminium, le silicate de zirconium, la silice, l'aluminosilicate de sodium, la bentonite et leurs mélanges. Des matières de polissage préférées comprennent l'aluminosilicate de sodium amorphe complexe, l'alumine anhydre, le carbonate de calcium et le phosphate dicalcique. Les matières de polissage peuvent être utilisées en mélange.

Des agents tensio-actifs organiques sont utilisés dans

les compositions de l'invention pour augmenter leur action prophylactique, aider à réaliser une dispersion poussée et complète des compositions de l'invention dans toute la cavité buccale et les rendre plus acceptables du point de vue cosmétique. La matière tensio-active peut être anionique, non-ionique, amphotère ou cationique ; on préfère utiliser comme agent tensio-actif une matière détersive qui confère à la composition des propriétés détersives et moussantes. Comme détergents appropriés, on citera des sels hydrosolubles de monosulfates de monoglycérides d'acides gras supérieurs, tels que le lauryl sulfate de sodium, des alkyl aryl sulfonates tels que le dodécyl benzène sulfonate de sodium, des sulfoacétates d'alkyles supérieurs, des esters d'acides gras supérieurs de sulfonates de 1,2-dihydroxy-propane et les acylamides supérieurs pratiquement saturés d'acides amino carboxyliques aliphatiques inférieurs tels que ceux ayant 12 à 16 carbones dans les radicaux d'acide gras, des radicaux alkyle ou acyle, etc. Comme exemples de ces derniers amides, on citera la N-lauroyl sarcosine et les sels de sodium, de potassium et d'éthanolamine, des N-lauroyl-, N-myristoyl ou N-palmitoyl sarcosines qui doivent être pratiquement exempts de savon ou d'acides gras supérieurs analogues tendant à réduire de manière appréciable l'effet de ces composés. L'utilisation de ces sarcosinates dans des compositions de dentifrices de l'invention est particulièrement avantageuse, car ces produits ont un effet prolongé et prononcé d'inhibition de la formation d'acide dans la cavité buccale dûe à la dégradation des hydrates de carbone. En outre, ils provoquent une certaine réduction de la solubilité de l'émail dentaire dans les solutions acides.

D'autres produits tensio-actifs particulièrement appropriés comprennent des agents non-ioniques tels que des condensats de monostéarate de sorbitane avec environ 60 moles d'oxyde d'éthylène, des condensats d'oxyde d'éthylène avec des con-

densats d'oxyde de propylène et de propylène glycol (vendus sous la marque PLURONICS) et des agents amphotères tels que des dérivés quaternisés de l'imidazole vendus sous le nom commercial de MIRANOL, tels que le MIRANOL C_2M. On peut aussi utiliser des germicides tensio-actifs cationiques et des composés antibactériens tels que le chlorure de diisobutylphénoxy-éthoxyéthyl diméthyl benzyl ammonium, le chlorure de benzyl diméthyl stéaryl ammonium, des amines tertiaires ayant un groupe alkyle gras (en C_{12} à C_{18}) et deux groupes (poly) oxyéthylène fixés à l'azote (contenant en général un total d'environ 2 à 50 groupes éthanoxy par molécule) et des sels de ceux-ci avec des acides, et des composés répondant à la formule :



dans laquelle R est un groupe alkyle gras contenant environ 12 à 18 atomes de carbone, et la somme de x, y et z est égale à 3 ou davantage, ainsi que des sels de ceux-ci avec des acides minéraux ou organiques. On préfère utiliser d'environ 0,05 à 5 % en poids des produits tensio-actifs précédents dans les compositions buccales de l'invention. Un composé fluoré peut être présent. Ce composé peut être légèrement soluble dans l'eau ou complètement soluble dans l'eau. Il est caractérisé par sa capacité à libérer des ions fluorure dans l'eau et par l'absence pratiquement complète de réaction avec d'autres composés de la préparation buccale. Parmi ces produits, on citera des fluorures minéraux, tels que des sels solubles de métaux alcalins, de métaux alcalino-terreux et de métaux lourds tels que le fluorure de sodium, un fluorure de cuivre tel que le fluorure cuivreux, le fluorure de zinc, un fluorure d'étain comme le fluorure stanneux ou le chlorofluorure stanneux, le fluorure de baryum, le fluosilicate de sodium, le fluosilicate d'ammonium, le fluozirconate de so-

dium, le monofluophosphate de sodium, les mono- et di-fluorophosphates d'aluminium. On préfère les fluorures de métaux alcalins et d'étain tels que le fluorure de sodium et le fluorure stanneux, le monofluorophosphate de sodium et leurs mélanges. Un mélange de fluorure de sodium et de monofluorophosphate de sodium est particulièrement approprié. Dans la pâte dentifrice, une proportion de composé apportant du fluor en libérant un maximum d'environ 1 % en poids de la pâte dentifrice est satisfaisante. La quantité minima de ce composé à utiliser est quelconque, mais il est préférable d'en utiliser une quantité suffisante pour libérer d'environ 0,005 % à 1 %, et de préférence environ 0,1 % d'ion fluorure . En général, dans le cas des fluorures de métaux alcalins et du fluorure stanneux, ce constituant est présent dans une proportion allant jusqu'à 2 % en poids, par rapport au poids de la pâte dentifrice et de préférence dans une proportion de 0,05 % à 1 %. Dans le cas du monofluorophosphate de sodium, le composé peut être présent dans une proportion pouvant atteindre 7,6 % en poids et plus typiquement de 0,76 %. Lorsque ces composés sont présents en mélange, le rapport du monofluorophosphate de sodium au fluorure de sodium est avantageusement d'environ 1:1 à 3:1 sur la base du fluor apporté par chacun de ces composés.

On peut aussi utiliser n'importe quel produit parfumant ou édulcorant. Comme exemples de constituants parfumants appropriés, on citera des huiles essentielles telles que les essences de menthe verte, de menthe poivrée, de wintergreen, de sassafras, de clous de girofle, de sauge, d'eucalyptus, d'origan, de cannelle, de citron, d'orange ainsi que le salicylate de méthyle. Comme agents édulcorants appropriés on citera le sucrose, le lactose, la maltose, le sorbitol, le cyclamate de sodium, la perillartine et la saccharine sodique. Les agents parfumants et édulcorants peuvent constituer ensemble de 0,01 % à 5 % ou davantage des préparations.

Diverses autres substances peuvent être incorporées aux préparations buccales de l'invention. Comme exemples de celles-ci, on citera des agents colorants et blanchissants, des conservateurs, des silicones, des composés de la chlorophylle, des matières ammoniées telles que l'urée, le phosphate diammonique et leurs mélanges, et d'autres constituants. Ces adjuvants sont incorporés aux compositions de l'invention dans des proportions qui n'affectent pas notablement les propriétés et caractéristiques désirées et qui sont fonction du type particulier de préparation considéré.

La crême dentaire a généralement un pH (déterminé directement sur la crême) d'environ 4 à 10,5, de préférence d'environ 6 à 10. Si on le désire, on peut ajuster le pH à une valeur déterminée avec une substance acide telle que l'acide benzoïque ou l'acide citrique, ou une substance alcaline telle que l'hydroxyde de sodium. On peut utiliser des agents tampons, par exemple des tampons phosphates.

La crême dentaire peut se préparer en ajoutant l'humectant à l'eau et en lui mélangeant l'agent gélifiant, puis la matière de polissage.

Pour évaluer les pâtes dentifrices de l'invention, on peut déterminer la viscosité avec un Appareil Universel d'Essai (modèle de table) fabriqué par Instron Ltd, à High Wycombe, Angleterre. La viscosité peut aussi être déterminée avec un rhéomètre d'extension.

L'exemple non limitatif suivant est donné à titre d'illustration de l'invention. La composition est préparée de la manière habituelle et toutes les proportions et quantités sont en poids, sauf indications contraires.

EXEMPLE

	A	B	C
Sorbitol (à 20 %)	16,00	22,00	20,00
Polyvinyl pyrrolidone	6,00	3,00	-

	A	B	C
Carboxyméthylcellulose sodique	1,10	1,10	1,10
Saccharine sodique	0,20	0,20	0,18
Bioxyde de titane	0,40	0,40	0,40
Monofluorophosphate de sodium	0,80	0,80	0,80
Alumine anhydre	10,00	10,00	10,00
Aluminosilicate de sodium (à 7 % d'alumine environ)	20,00	20,00	20,00
Lauryl sulfate de sodium	1,77	1,77	1,50
Parfum	1,10	1,10	1,00
Eau	42,63	39,63	45,00

Les compositions de pâte dentifrice A et B s'extrudent aisément après que le tube a été laissé ouvert 7, 16, 24 et 31 heures, tandis que la pâte dentifrice C sèche rapidement, se transforme en un tampon dur au bout de 7 heures d'ouverture du tube et est difficile à extruder.

REVENDICATIONS

1 - Composition de pâte dentifrice caractérisée en ce qu'elle comprend un véhicule contenant environ 45 à 80 % de phase liquide, comprend jusqu'à 35 % en poids environ de sorbitol par rapport au poids de la pâte dentifrice et au moins environ 25 % en poids d'eau par rapport au poids de la pâte dentifrice, et une phase solide contenant environ 3 à 10 % en poids d'un agent gélifiant par rapport au poids de la pâte dentifrice comprenant au moins 3 % environ en poids de polyvinyl pyrrolidone par rapport au poids de la pâte dentifrice.

2 - Composition de pâte dentifrice suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ce sorbitol est présent à raison d'environ 15 à 35 % en poids.

3 - Composition de pâte dentifrice suivant la revendication 2, caractérisée en ce que ce sorbitol est présent à raison d'environ 15 à 25 % en poids.

4 - Composition de pâte dentifrice suivant l'une quelconque des revendications 1, 2 et 3, caractérisée en ce que cette eau est présente à raison d'environ 25 à 50 % en poids.

5 - Composition de pâte dentifrice suivant la revendication 4, caractérisée en ce que cette eau est présente à raison d'environ 25 à 45 % en poids.

6 - Composition de pâte dentifrice suivant l'une quelconque des revendications 1, 2, 3, 4 ou 5, caractérisée en ce qu'elle contient environ 15 à 50 % en poids d'un agent de polissage insoluble dans l'eau acceptable du point de vue dentaire.

7 - Composition de pâte dentifrice suivant la revendication 6, caractérisée en ce que cet agent de polissage est de l'aluminosilicate de sodium.

8 - Composition de pâte dentifrice suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce qu'elle contient environ 3 à 6 % en poids de polyvinylpyrrolidone.

9 - Composition de pâte dentifrice suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que cet agent gélifiant comprend en outre de la carboxyméthylcellulose sodique.