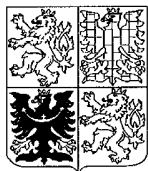


# PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **30.10.1997**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **01.11.1996**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1996/9622845**

(33) Země priority: **GB**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **12.04.2000**  
(Věstník č. 4/2000)

(86) PCT číslo: **PCT/US97/19954**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO98/20096**

(21) Číslo dokumentu:

**1999 - 1559**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>:

**C 11 D 3/10**

**C 11 D 3/39**

**C 11 D 3/395**

**C 11 D 7/54**

(71) Přihlašovatel:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY,  
Cincinnati, OH, US;

(72) Původce:

Bunce Samantha Justine, Aldershot, GB;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1, Praha 4,  
140 00;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Pevný, efervescentní bělicí prostředek**

(57) Anotace:

Pevný, efervescentní bělicí prostředek obsahuje: a) bělicí aktivátor; b) generátor efervescence kyslíku obsahující persíranovou sůl a perboritanovou sůl, přičemž hmotnostní poměr persíranové soli k perboritanové soli je v rozmezí od 0,8:1 do 5:1; c) generátor efervescence oxidu uhličitého, který obsahuje hydrogenuhličitanovou sůl a kyselinu, přičemž hmotnostní poměr perboritanové soli k hydrogenuhličitanové soli je v rozmezí od 2:1 do 20:1. Tento prostředek se s výhodou připravuje ve formě lisovaných tablet.

25.08.99

## Pevný, efervescentní bělicí prostředek

### Oblast techniky

Předložený vynález se týká pevného, efervescentního bělicího prostředku. Tento vynález se zvláště týká pevných efervescentních prostředků, které mohou být obsaženy ve vyliisované formě, jako jsou tablety pro čištění umělého chrupu a podobné, pro dodávání zvýšené bělicí a/nebo skvrny odstraňující aktivity společně s vynikajícím čištěním, fyzikálními vlastnostmi a vlastnosti provedení při použití.

### Dosavadní stav techniky

Efervescentní tablety a prášky pro čištění umělých chrupů a podobně jsou v oblasti techniky dobře známy. Úkolem produktu pro čištění umělého chrupu je vyčistit umělý chrup tak úplně a tak rychle jak jen to možné a zvláště odstranit akumulovaný plak a klišovitě a bakteriální usazeniny, které se nahromadí při použití umělého chrupu. Používání umělého chrupu, který nebyl plně vyčištěn od plaku a bakteriálních usazenin, je nejen nehygienické, ale v krátké době vede také ke škodlivým vlivům na mukózní membránu. Navíc mohou bakteriální usazeniny vést k tak zvané bakteriální korozi materiálu z umělé hmoty používaného pro výrobu umělého chrupu s následujícími změnami barvy a vznikem pachu.

Prostředky pro čištění umělého chrupu jsou obvykle používány tak, že se rozpustí ve sklenice teplé vody. Aby byly účinné, je nutné, aby se tableta nebo prášek rychle rozpustily. To je pravda zvláště u formy lisovaných tablet. Efervescence, ke které dochází při rozpouštění tablety, pomáhá rozpadu tablety a vzniklá pěna pomáhá indikovat zákazníkovi účinnost. Po tom, co u tablet s prostředkem pro čištění umělého chrupu dochází k rychlé efervescenci, s výhodou vznikne přetrvávající pěna a, což je důležité, dochází k vynikajícímu bělení a/nebo odstranění skvrn.

Britská patentová přihláška 1 052 796 popisuje prostředky, které poskytují zlepšenou efervescenci kyslíku a které obsahují monopersíran draselný, další perkyslíkatou ve vodě rozpustnou sloučeninu a alkalickou sloučeninu v množství dostatečném pro to, aby roztok měl pH alespoň 7.

Evropská patentová přihláška A 253 772 popisuje prostředky pro čištění umělého chrupu, které obsahují od 20 do 60 % hmotn. monopersíranové soli, bělicí aktivátor, bezvodý perboritan alkalického kovu a/nebo monohydrát perboritanu alkalického kovu nebo kovu alkalické zeminy.

Spis WO A 894/26 246 popisuje tabletu pro čištění umělého chrupu, která obsahuje vizuálně diskrétní aglomerované částice bělicího prekursoru typu organické kyseliny dispergované ve vodě rozpustné nebo dispergovatelné matrici, která obsahuje bělicí činidlo typu anorganické persoli a pevný základní materiál, který v přítomnosti vody uvolňuje oxid uhličitý nebo kyslík za efervescence. Ve vysoce výhodných prostředcích podle vynálezu pevný základní materiál obsahuje jak efervescentní dvojici (hydrogen)uhličitan/kyselina tak perboritan/persíranový generátor efervescence kyslíku.

Přes to, co zde bylo shora, existuje potřeba zlepšených prostředků, které mohou kombinovat vynikající účinnost proti skvrnám se zlepšenou efervescencí a/nebo dezintegrací tablety.

Předmětem tohoto vynálezu je tedy získat pevný, efervescentní bělicí prostředek, který má zlepšenou bělicí a/nebo skvrny odstraňující aktivitu.

Dalším předmětem tohoto vynálezu je získat pevný, efervescentní bělicí prostředek, který dodává rychlou počáteční efervescenci a poskytuje pěnu, která vydrží jistou dobu.

Ještě dalším předmětem tohoto vynálezu je získat pevný, efervescentní bělicí prostředek, který může být vyráběn eko-

nomicky ve formě lisovaných tablet.

#### Podstata vynálezu

Tento vynález poskytuje pevný, efervescentní bělicí prostředek, který obsahuje:

- i) bělicí aktivátor,
  - ii) kyslíkatý generátor efervescence obsahující persíranovou sůl a perboritanovou sůl, při čemž hmotnostní poměr persíranové soli k perboritanové soli je v rozmezí od 0,8:1 do 5:1, a
  - iii) generátor efervescence oxidu uhličitého, který obsahuje hydrogenuhličitanovou sůl a kyselinu,
- při čemž hmotnostní poměr perboritanové soli k hydrogenuhličitanové soli je v rozmezí od 2:1 do 20:1.

Tyto prostředky poskytují vynikající účinnost spočívající v odstraňování skvrn se zlepšenou efervescencí a/nebo dezintegrací tablety. Jsou zvláště vhodné ve formě tablet jako čistící prostředky pro umělý chrup.

Všechna procenta a poměry v předloženém vynálezu jsou hmotnostní, pokud není jinak uvedeno.

V další části spisu bude vynález popsán podrobněji.

Pevné, efervescentní, bělicí prostředky podle vynálezu mohou existovat ve formě tablety, granule nebo prášku, i když výsoce výhodné podle tohoto vynálezu jsou prostředky ve formě tablet. Prostředky ve formě tablet mohou znamenat jednoduché nebo vícevrstvé tablety.

Prostředky jako podstatné složky obsahují bělicí aktivátor, generátor efervescence kyslíku a generátor efervescence oxidu uhličitého a dále mohou obsahovat některé případné složky. Každá ze složek bude nyní postupně popsána.

Bělící aktivátor: První podstatnou složkou prostředků podle přeloženého vynálezu je bělící aktivátor, což je organický prekursor perkyseliny, který může být v obecných pojmech definován jako sloučenina, která má titr alespoň 1,5 ml 0,1N thiosíranu sodného v následujícím testu tvorby perkyselin.

Testovací roztok se připraví rozpuštěním následujících materiálů v 1000 ml destilované vody:

|                                                                                                                         |         |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| difosforečnan sodný ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ )                                  | 2,5 g   |
| perboritan sodný ( $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{ H}_2\text{O}$ ) s 10,4 % dostupného kyslíku | 0,615 g |
| dodecylbenzensulfonát sodný                                                                                             | 0,5 g   |

K tomuto roztoku se při 60 °C přidá takové množství aktivátoru, aby na každý atom přítomného dostupného kyslíku byl zaveden jeden molární ekvivalent aktivátoru.

Směs získaná přidáním aktivátoru se intenzivně míchá a udržuje se při 60 °C. Po pěti minutách od přidání se 100 ml tohoto roztoku odebere a ihned se pipetou přenesení do směsi 250 roztlučeného ledu a 15 ml ledové kyseliny octové. Potom se přidá jodid draselný (0,4 g) a uvolněný jod se bezprostředně ztiňuje 0,1N thiosíranem sodným se škrobem jako indikátorem do prvního zmizení modré barvy. Množství použitého roztoku thiosíranu sodného v ml je titr bělícího aktivátoru.

Prekursory organické perkyseliny jsou typicky sloučeniny, které obsahují jednu nebo více acylových skupin, které jsou citlivé na perhydrolýzu. Výhodnými aktivátory jsou ty aktivátory typu N-acyl- nebo O-acyl-sloučenin obsahující acylovou skupinu R-CO, v níž R znamená uhlovodíkovou nebo substituovanou uhlovodíkovou skupinu s výhodou s 1 až 20 atomy uhlíku. Mezi příklady vhodných prekursorů perkyselin patří:

- 1) Acyl-organoamidy obecného vzorce  $\text{RCONR}_1\text{R}_2$ , v němž RCO

znamená karboxylovou acylovou skupinu,  $R_1$  znamená acylovou skupinu a  $R_2$  organickou skupinu, jak je popsáno v USA patentu A 3 317 148. Mezi příklady sloučenin, které spadají do této skupiny, patří:

- a) N,N-diacetylanilin a N-acetylftalimid,
- b) N-acylhydantoiny, jako je  
N,N'-diacetyl-5,5-dimethylhydantoin,
- c) polyacylované alkyldiaminy, jako jsou  
N,N,N',N'-tetraacetylethylendiaminové (TAED) a odpovídající hexamethylendiaminové (TAHD) deriváty, jak jsou popsány v britském patentovém spisu A 907 356, britském patentovém spisu A 907 357 a britském patentovém spisu A 907 358,
- d) acylované glykolurily, jako je tetraacetyl glykoluril, jak je popsán v britském patentovém spisu A 1 246 338, britském patentovém spisu A 1 246 339 a britském patentovém spisu A 1 247 429.

2) Acylované sulfonamidy, jako je N-methyl-N-benzoyl-menthansulfonamid a N-fenyl-N-acetyl-methansulfonamid, jak jsou popsány v britském patentovém spisu A 3 183 266.

3) Karboxylové estery, jak jsou popsány v britském patentovém spisu A 836 988, britském patentovém spisu A 963 135 a britském patentovém spisu A 1 147 871. Mezi příklady sloučenin tohoto typu patří fenylacetát, acetoxybenzensulfonát sodný, trichlorethylacetát, hexaacetát sorbitolu, pentaacetát fruktosy, diacetát p-nitrobenzaldehydu, isopropenylacetát, acetylcethydroxamová kyselina a acetylsalicylová kyselina. Dalšími příklady jsou estery fenolu nebo substituovaného fenolu s alfa-chlorovanou nižší alifatickou karboxylovou kyselinou, jako je chloracetylphenol a chloracetylsalicylová kyselina, jak je popsáno v USA patentu A 3 130 165.

4) Karboxylové estery obecného vzorce AcL, v němž Ac znamená acylovou skupinu organické karboxylové kyseliny obsahující popřípadě substituovanou, lineární nebo větvenou alkylovou nebo alkenylovou skupinu se 6 až 20 atomy uhlíku nebo alkylovou sku-

pinou se 6 až 20 atomy uhlíku substituovanou arylovou skupinu a L znamená odcházející skupinu, konjugát kyseliny má pKa v rozmezí od 4 do 13, například oxybenzensulfonát nebo oxybenzoát. Výhodnými sloučeninami tohoto typu jsou sloučeniny, v nichž:

a) Ac znamená skupinu  $R_3\text{-CO}$  a  $R_3$  znamená lineární nebo větvenou alkylovou skupinu se 6 až 20, s výhodou 6 až 12, výhodněji 7 až 9 atomy uhlíku, při čemž nejdelší lineární alkylový řetězec se rozkládá od karbonylového atomu uhlíku včetně a obsahuje od 5 do 18, s výhodou od 5 do 10 atomů uhlíku.  $R_3$  je popřípadě substituován (s výhodou v poloze  $\alpha$  ke karbonylové skupině) atomem Cl, Br, skupinou  $\text{OCH}_3$  nebo skupinou  $\text{OC}_2\text{H}_5$ . Mezi příklady této skupiny materiálů patří 3,5,5-trimethylhexanoyloxybenzensulfonát sodný, 3,5,5-trimethylhexanoyloxybenzoát sodný, 2-ethylhexanoylbenzensulfonát sodný, nonanoyloxybenzensulfonát sodný a oktanoyloxybenzensulfonát sodný, acyloxyskupina je v každém případě s výhodou p-substituovaná,

b) Ac znamená skupinu obecného vzorce  $R_3(\text{AO})_m\text{XA}$ , v němž  $R_3$  znamená lineární nebo větvenou alkylovou nebo alkylarylovou skupinu se 6 až 20, s výhodou se 6 až 15 atomy uhlíku v alkylové skupině,  $R_3$  je popřípadě substituována atomem chloru, bromu, skupinou  $\text{OCH}_3$  nebo skupinou  $\text{OC}_2\text{H}_5$ , AO znamená oxyethylen nebo oxypropylen, m znamená číslo od 0 do 100, X znamená atom kyslíku, skupinu  $\text{NR}_4$  nebo  $\text{CO-NR}_4$  a A znamená skupinu  $\text{CO}$ ,  $\text{CO-CO}$ ,  $\text{R}_6\text{-CO-}$ ,  $\text{CO-R}_6\text{-CO}$  nebo  $\text{CO-NR}_4\text{-R}_6\text{-CO}$ , v nichž  $R_4$  znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a  $R_6$  znamená alkylenovou, alkenylenovou, arylenovou nebo alkarylenovou skupinu s 1 až 8 atomy uhlíku v alkylenové nebo alkenylenové skupině. Sloučeniny bělících aktivátorů tohoto typu zahrnují deriváty karbonových kyselin obecného vzorce  $R_3(\text{AO})_m\text{OCOL}$ , deriváty kyseliny jantarové obecného vzorce  $R_3\text{OCO}(\text{CH}_2)_2\text{COL}$ , deriváty kyseliny glykolové obecného vzorce  $R_3\text{OCH}_2\text{COL}$ , deriváty hydroxypropionové kyseliny obecného vzorce  $R_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{COL}$ , deriváty kyseliny šťavelové obecného vzorce  $R_3\text{OCOCOL}$ , deriváty kyseliny maleinové a kyseliny fumarové obecného vzorce  $R_3\text{OCOCH=CHCOL}$ , deriváty acylaminokapronové kyseliny obecného vzorce  $R_3\text{CONR}_1(\text{CH}_2)_6\text{COL}$ , deriváty acylglycinu obecného vzorce  $R_3\text{CONR}_1\text{CH}_2\text{COL}$  a deriváty amino-6-oxokapronové

kyseliny obecného vzorce  $R_3N(R_1)CO(CH_2)_4COL$ . Ve shora uvedených obecných vzorcích m s výhodou znamená číslo od 0 do 10 a  $R_3$  s výhodou znamená alkylovou skupinu se 6 až 12, výhodněji se 6 až 10 atomy uhlíku, jestliže m znamená číslo nula, a s 9 až 15 atomy uhlíku, jestliže m neznámá číslo nula. Odcházející skupina L znamená jak shora uvedeno.

5) Acetylkyanuráty, jako jsou triacetyl- nebo tribenzoyl-kyanuráty, jak jsou popsány v USA patentu č. 3 332 882.

6) Popřípadě substituované anhydridy kyseliny benzoové nebo ftalové, například anhydrid kyseliny benzoové, anhydrid kyseliny m-chlorbenzoové a anhydrid kyseliny ftalové.

Ze shora uvedených jsou výhodné perkusory organických perkyslin typů 1c) a 4a). Zvláště výhodný je TAED.

Množství bělicího aktivátoru je s výhodou od 0,1 do 10, výhodněji od 0,5 do 5 % hmotn. z hmotnosti celého prostředku.

Generátor kyslíkové efervescence: Generátor kyslíkové efervescence obsahuje persíranovou sůl a perboritanovou sůl v hmotnostním poměru od 0,8:1 do 5:1, s výhodou od 1,5:1 do 4:1, výhodněji od 2:1 do 3,5:1. Obě tyto přísady jsou účinná bělicí činidla, která přispívají k aktivitě odstraňování skvrn podle předloženého vynálezu. Bělicí prostředky tedy obsahují tři účinná bělicí činidla/složky odstraňující skvrny: bělicí aktivátor, persíranovou sůl a perboritanovou sůl. Odstraňování skvrn se zmenší, jestliže kterákoliv z těchto složek chybí.

Vhodnými zdroji persíranové soli je persíran alkalického kovu a persíran amonný. Výhodným je monopersíran draselný nebo jeho směsná sůl. Zvláště výhodné jsou komerčně dostupné směsné soli, jako je Carcoat<sup>(R)</sup>, prodáváný firmou Degussa, a Oxone<sup>(R)</sup>, prodáváný firmou E.I. du Pont de Nemours Co., které jsou směsí 2:1:1 monopersíranu draselného, síranu draselného a hydrogensíranu draselného a které mají obsah aktivního kyslíku kolem 4,5



% hmotn. Množství persíranové soli je s výhodou od 20 do 60, s výhodou od 35 do 55, výhodněji od 40 do 50 % hmotn. z hmotnosti prostředku.

Vhodnými perboritanovými solemi jsou perboritany alkalic-  
kých kovů, zvláště perboritan sodný. Perboritan sodný se s vý-  
hodou používá jako monohydrát nebo bezvodý, i když se může pou-  
žívat také tetrahydrát. Zvláště výhodný je monohydrát nebo smě-  
si monohydrátu a bezvodých forem perboritanu sodného. Vhodný  
poměr bezvodého k monohydrátu je od 0:100 do 30:70. Celkové  
množství perboritanové soli je obvykle od 6 do 30, s výhodou  
od 10 do 25, výhodněji od 12 do 18 % hmotn. z hmotnosti pro-  
středku.

Generátor efervescence oxidu uhličitého: Třetím podstatným  
znakem předloženého vynálezu je generátor efervescence oxidu  
uhličitého obsahující hydrogenuhličitanovou sůl a kyselinu. Ge-  
nerátor efervescence oxidu uhličitého je užitečný pro dosažení  
rychlé počáteční efervescence, když se prostředek poprvé přidá  
do vody, která má obvykle pH kolem neutrální hodnoty, ale může  
být i mírně kyselá. Počáteční efervescence je cenná pro dis-  
pergování pevného prostředku ve vodě a při napomáhání rozpou-  
štění tím, že dochází k turbulenci. Výhodné hydrogenuhličita-  
nové soli jsou rychle rozpustné hydrogenuhličitany alkalického  
kovu, jako je hydrogenuhličitan sodný, hydrogenuhličitan dra-  
selný a jejich směsi, zvláště hydrogenuhličitan sodný. Hydro-  
genuhličitanová sůl se připravuje ve směsi s alespoň jednou,  
netoxickou, fyziologicky přijatelnou organickou nebo anorganic-  
kou kyselinou, jako je kyselina vinná, fumarová, citronová,  
jablečná, maleinová, glukonová, jantarová, salicylová, adipová  
nebo sulfamová, fumarátem sodným, kyselými fosforečnany sodnými  
nebo draselnými, hydrochloridem betainu nebo jejich směsmi. Vý-  
hodnou je z nich kyselina sulfamová.

Ve výhodných prostředcích pro čištění umělého chrupu ve  
formě tablet má generátor efervescence oxidu uhličitého formu  
pevné předsměsi, která obsahuje hydrogenuhličitan sodný a kyse-

linu sulfamovou, která v přítomnosti vodu uvolňuje oxid uhličitý s efervescencí. Tato předsměs může obsahovat další přísady a excipients, jako je uhličitan sodný a barvivo. I když uhličitan sodný může sám poskytovat efervescenci oxidu uhličitého, vzhledem k tomu, že není tak rozpustný jako hydrogenuhličitan, je v tomto směru méně cenný.

Bylo zjištěno, že i když je cenné, jestliže je přítomna hydrogenuhličitanová sůl, příliš velké množství oxidu uhličitého může vést k předčasnému kolapsu pěny. Z tohoto důvodu je množství hydrogenuhličitanu omezeno na množství pod množstvím perboritanové soli, takže efervescence kyslíku převládá, jakmile se prostředek začne zcela rozpouštět. Hmotnostní poměr perboritanové soli k hydrogenuhličitanové soli je v rozmezí od 2:1 do 20:1, s výhodou do 2,5:1 do 10:1, výhodněji od 3:1 do 5:1.

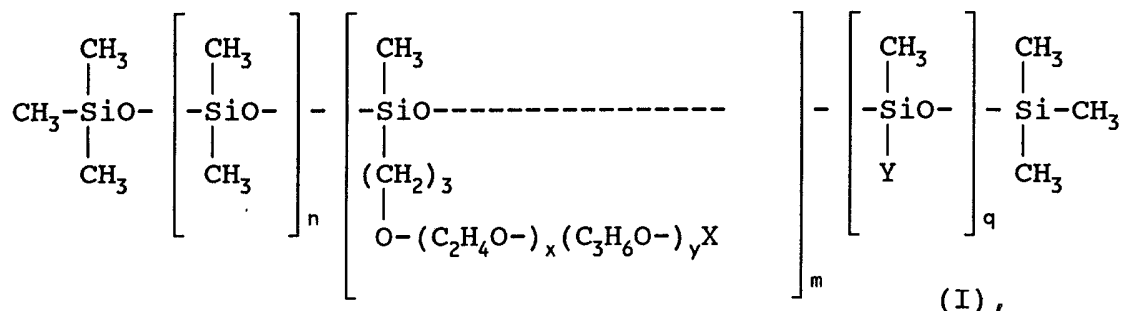
Hydrogenuhličitanová sůl je obvykle obsažena v prostředku v množství od 1 do 10, s výhodou od 3 do 7, výhodněji od 4 do 6 % hmotn. z celkové hmotnosti prostředku. Kyselá složka je obvykle v prostředku obsažena v množství od 2 do 10, s výhodou od 3 do 6 % hmotn. z celkové hmotnosti prostředku.

Případné složky: Prostředky pro čištění umělého chrupu podle vynálezu mohou být doplněny dalšími obvyklými složkami těchto prostředků, zvláště povrchově aktivními činidly, sušícími činidly, chelatačními činidly, enzymy, ochucovacími činidly, fyziologickými chladícími činidly, antimikrobiálními sloučeninami, barvivy, sladidly, vazebnými činidly a plnidly tablet, stabilizátory pění, jako jsou cukerné estery mastných kyselin, ochrannými činidly, mazadly, jako je talek, stearát hořečnatý, jemně rozemleté amorfní pyrogenní oxidy křemičité atd. Je žádoucí, aby obsah volné vlhkosti konečného prostředku byl menší než 1, zvláště menší než 0,5 % hmotn.

Vysoce výhodnou případnou složkou je dimethikonový kopolyol nebo aminoalkylsilikonové protiplakové činidlo, jako jsou

ta, která jsou popsána ve spisu WO 96/19 563 a WO 96/19 554.

Výhodnými pro použití podle vynálezu jsou alkyl nebo alkoxydimethikonové kopolyoly obecného vzorce I

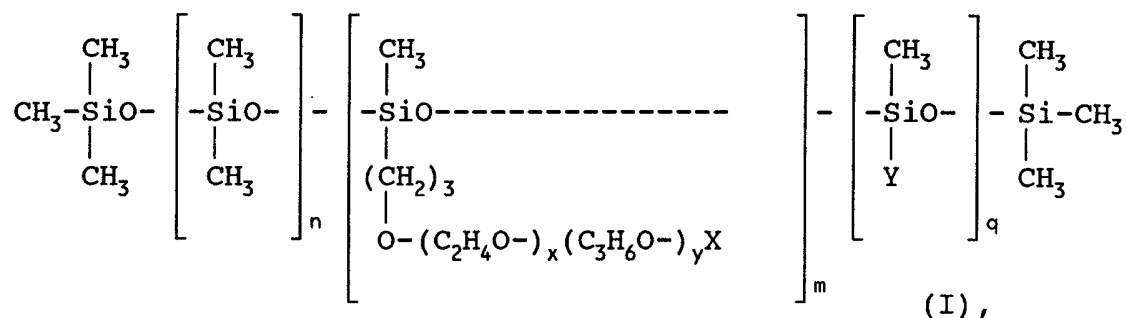


v němž X je vybrán z atomu vodíku, alkylové skupiny, alkoxy skupiny a acylové skupiny s 1 až 16 atomy uhlíku, Y je vybrána z alkylové skupiny a alkoxy skupiny s 8 až 22 atomy uhlíku, n znamená číslo od 0 do 200, m znamená číslo od 1 do 40, q znamená číslo od 1 do 100, molekulová hmotnost části obecného vzorce  $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_y\text{X}$  je od 50 do 2000, s výhodou od 250 do 1000 a z a y znamenají taková čísla, aby hmotnostní poměr oxyethylen:oxypropylen byl od 100:0 do 0:100, s výhodou od 100:0 do 20:80.

Ve výhodných provedeních je dimethikonový kopolyol vybrán z alkyl(s 12 až 20 atomy uhlíku)dimethikonových kopolyolů a jejich směsí. Vysoce výhodný je cetyldimethikonový kopolyol prodáváný pro obchodním názvem Abil EM90.

Silikonové protiplakové činidlo je obecně přítomno v množství od 0,1 do 5, s výhodou od 0,2 do 3, výhodněji od 0,3 do 1,5 % hmotn.

Žádoucí další přísadou efervescentních bělících prostředků podle vynálezu je silikonové povrchově aktivní činidlo obecného vzorce I



v němž X je vybrán z atomu vodíku, alkylové skupiny, alkoxy-  
skupiny a acylové skupiny s 1 až 16 atomy uhlíku, Y znamená  
skupinu  $\text{CH}_3$ , q znamená číslo 0, n znamená číslo od 1 do 100, m  
znamená číslo od 1 do 40, molekulová hmotnost části obecného  
vzorce  $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_y\text{X}$  je od 50 do 2000 a z a y znamenají  
taková čísla, aby hmotnostní poměr oxyethylen:oxypropylen byl  
od 100:0 do 0:100.

Silikonové povrchově aktivní činidlo, dimethikonový kopo-  
lyol, napomáhá v následné redispergaci silikonového protiplako-  
vého činidla ve vodném prostředí, při čemž stále ještě umožňu-  
je, aby se protiplakové činidlo uložilo na povrchy, jako jsou  
zuby, gumy nebo umělý chrup. Ve výhodných provedeních je sili-  
konové povrchově aktivní činidlo vybráno z dimethikonových ko-  
polyolů s HLB hodnotou v rozmezí od 8 do 14, výhodněji od 9 do  
12, a jejich směsí. Vhodným příkladem takového materiálu je ma-  
teriál prodáváný pod obchodním názvem Silwet L7230. Silikonové  
povrchově aktivní činidlo je obvykle přítomno v množství od 0,1  
do 5, s výhodou od 0,2 do 3, výhodněji od 0,3 do 1,5 % hmotn.  
z hmotnosti prostředku. Obecně platí, že množství silikonového  
povrchově aktivního činidla by mělo být vybráno tak, aby poměr  
silikonového povrchově aktivního činidla k silikonovému proti-  
plakovému činidlu byl od 0,5:1 do 5:1, výhodněji od 0,8:1 do  
3:1, nejvýhodněji od 0,9:1 do 2:1 hmotn. dílu.

Výhodný způsob zahrnutí silikonového protiplakového činid-  
la a/nebo silikonového povrchově aktivního činidla je zahrnutí  
ve formě prášku vysušeného rozprašováním, jak zde bude dále po-  
psáno.

Tento prášek obsahuje ve vodě rozpustný nosič. Pojmem "ve vodě rozpustný nosič" se zde rozumí jakýkoliv materiál, který je pevný při 25 °C, je schopen být zpracován na formu granulí, je schopen být vyroben ve formě jasného nebo průhledného vodného roztoku při 25 °C v množství 1% (hmotn.) koncentrace roztoku a je bezpečný pro použití na lidské kůži nebo sliznici. Mezi vhodné nosiče patří, ale bez omezení na ně, polyethylenglykoly, škroby, arabská guma, tragant, karagenany, celulosové deriváty a jejich směsi. Nosič je s výhodou schopen být sušen rozprašováním na volně sypký prášek. Ve zvláště výhodných provedeních nosičem rozpustným ve vodě je nosič pro potraviny vybraný ze škrobu, arabské gumy, tragantu a jejich směsí. Zvláště výhodným nosičem je modifikovaný škrob dostupný pod obchodním názvem Capsul E. od National Starch and Chemical, Manchester, Anglie. Nosič může popřípadě obsahovat cukerný alkohol nebo sacharid, jako je sorbitol, manitol nebo maltodextrin. Bez ohledu na teorii se předpokládá, že cukerný alkohol nebo sacharid pomáhá vytvořit na povrchu částic film, který zlepšuje zahrnutí oleje do tobolky částice prášku. Výhodný nosič sestává ze směsi škrobu a sorbitolu, s výhodou v množství od 2,5:1 do 4:1, zvláště 3:1 hmotn. dílu. Vhodně lze použít také směs arabské gumy a maltodextrinu v poměru od 1:2 do 2:1.

Nosič rozpustný ve vodě je obvykle přítomen v množství od 50 do 99, s výhodou od 60 do 90, výhodněji od 65 do 90 % hmotn. z hmotnosti prášku vysušeného rozprašováním.

Prášky jsou obvykle ve formě granulí, při čemž prášek má průměrnou objemovou velikost částic v rozmezí od 20  $\mu\text{m}$  do 500  $\mu\text{m}$ , s výhodou od 50  $\mu\text{m}$  do 250  $\mu\text{m}$ , výhodněji od 80  $\mu\text{m}$  do 150  $\mu\text{m}$ . Průměrnou velikost částic lze změřit standardními způsoby prosévání dobře známými v oblasti techniky. Průměrná velikost částic může být měřena také komerčním přístrojem, jako je Malvern Mastersizer X, dostupný od Malvern Instruments Ltd., Malvern, Worcs, Anglie. Mastersizer je s výhodou opatřen MSZ64 Dry Powder Feeder a 300mm čočkami pro měření velikosti částic v rozmezí od 1,2 do 600  $\mu\text{m}$ .

Prášky se mohou vyrábět dispergováním silikonového proti-plakového činidla a/nebo silikonového povrchově aktivního činidla ve vodném roztoku nosiče rozpustného ve vodě a sušením výsledné disperze rozprašováním. I když koncentrace roztoku nosiče není rozhodující, je tomu třeba rozumět tak, že velmi zředěné roztoky budou vyžadovat značný příkon energie pro vysušení. Vodný roztok nosiče bude výhodně obsahovat od 25 do 50, výhodněji od 30 do 45, zvláště od 35 do 40 % hmotn. nosiče z hmotnosti roztoku.

Aby prášek podle vynálezu měl žádané vlastnosti, je důležité regulovat velikost silikonových kapiček v disperzi. Obecně by měl být silikon přítomen v disperzi ve formě diskretních kapiček s průměrnou objemovou velikostí v rozmezí od 0,5  $\mu\text{m}$  do 20  $\mu\text{m}$ . Poměr průměrné velikosti částic vysušených rozprašováním k průměrné velikosti kapiček by měl být alespoň 2,5:1. Ve výhodných provedeních je poměr průměrné velikosti částic vysušených rozprašováním k průměrné velikosti kapiček alespoň 4:1, s výhodou alespoň 6:1, výhodněji alespoň 10:1. Menší kapičky, vzhledem ke konečné velikosti částic prášku vysušených rozprašováním, slouží pro zlepšení sypkosti a další zpracovatelnosti prášku. Žádané velikosti kapiček lze dosáhnout stříhovým mícháním za vzniku disperze a měřením použití fázové kontrastní fotomikroskopie. Vhodným postupem je použít například Nikon Labophot 2 při 400násobném zvětšení s pevnou ohniskovou vzdáleností s čtvercovou mřížkou (měřítkem). Je vhodné, aby byl proveden vhodný počet měření, který je potřeba proto, aby se snížila chyba měření. Přesný počet měření závisí například na dosažené distribuci velikosti kapiček. Disperze se míchá, s úpravou rychlosti stříhu, jestliže je to nutné, dokud se nezíská žádaná velikost kapiček.

Silikonové prášky vysušené rozprašováním obsahují také ochucený nebo parfémový olej. Pojem "ochucený nebo parfémový olej", jak se zde tento pojem používá, znamená takové chuťové nebo parfémové esence a ekvivalentní syntetické složky, které se přidávají k prášku pro základní účel upravení chuti a/nebo

vůně nebo jiných organoleptických pocitů prášku nebo konečného produktu, do kterého je prášek zahrnut. Vylučuje shora popsaná silikonová protiplaková činidla a silikonová povrchově aktivní činidla, ale zahrnuje lipofilní fyziologická chladící činidla.

Lipofilní ochucovací činidla vhodná pro použití podle vynálezu obsahují jednu nebo více chuťových složek vybraných ze silice litavky položené, oreganového oleje, oleje bobkového listu, mentholu, silice máty peprné, hřebíčkové silice, šalvějového oleje, sassafrasového oleje, citronového oleje, pomerančového oleje, anýzového oleje, benzaldehydu, oleje z hořkých mandlí, kamforu, oleje cedrového listu, majoránkové silice, citronellové silice, levandulového oleje, hořčičného oleje, borovicového oleje, oleje z borovicového jehličí, rozmarýnového oleje, mateřídouškového oleje, oleje listů skořicovníku a jejich směsí.

Mezi fyziologická chladící činidla vhodná pro použití podle vynálezu patří karboxamidy, menthanové estery a menthanové ethery a jejich směsi. Mezi příklady výhodných chladících činidel vhodných pro použití podle vynálezu patří Takasago 10 [3-1-menthoxy-propan-1,2-diol (MPD)] od Takasago International Corporation, a karboxamidy, jako jsou ty, které jsou popsány v USA patentu A 4 136 163, 23. ledna 1979, Watson a spol., a USA patentu A 4 230 688, 28. října 1980, Rawsell a spol.

Množství ochucovacího nebo parfémového oleje, které se používá, je normálně dáno takovými faktory, jako je typ vůně, podstata a požadovaná intenzita. Množství ochucovacího nebo parfémového oleje v prostředcích podle vynálezu je obvykle v rozsahu od 1 do 15 % hmotn. prášku vysušeného rozprašováním. S výhodou se ochucovací nebo parfémový olej zahrne do prostředku tak, že se vyrobí bezprostřední směs silikonového protiplakového činidla a ochucovacího nebo parfémového oleje spolu se silikonovým povrchově aktivním činidlem, jestliže se používá, a potom se vytvoří disperze předsměsi v roztoku nosiče jak shora popsáno.

Bylo zjištěno, že tvoření bezprostřední směsi ochucovacího nebo parfémového oleje se silikonovým protiplakovým činidlem před dispergováním směsi ve vodném roztoku nosiče působí tak, že snižuje velikost kapiček dispergovaného oleje a zlepšuje sypkost a další zpracovatelnost prášku.

Dále bylo zjištěno, že ochucovací nebo parfémový olej v bezprostřední směsi se silikonovým protiplakovým činidlem působí tak, že zvyšuje substantivitu ochucovacího nebo parfémového oleje vůči zubům a/nebo umělému chrupu a tím zvyšuje a/nebo prodlužuje organoleptický účinek. Stejným způsobem jako ochucovací nebo parfémový olej mohou být zahrnuty s výhodou lipofilní antimikrobiální sloučeniny, aby se dosáhlo zvýšené a/nebo prodlužující antimikrobiální účinnosti. Mezi vhodné lipofilní antimikrobiální sloučeniny pro použití podle vynálezu patří thymol, menthol, triklosan, 4-hexylresorcinol, fenol, eukalyptol, kyselina benzoová, benzoylperoxid, butylparaben, methylparaben, propylparaben, salicylamidy a jejich směsi.

Bělící prostředky podle vynálezu mohou dále obsahovat jedno nebo více dalších bělících činidel. Mezi příklady vhodných dalších bělících činidel patří perhydrát difosforenčanu sodného a peroxidy hořčíku, vápníku, stroncia a zinku.

Mezi vazebná činidla a plnidla tablet vhodná pro použití podle vynálezu patří polyvinyl-pyrrolidon, poly(oxyethylen) o molekulové hmotnosti 20 000 až 500 000, polyethylenglykoly o molekulové hmotnosti od 1000 do 50 000, Carbowax o molekulové hmotnosti od 4000 do 20 000, neiontová povrchově aktivní činidla, mastné kyseliny, sodná sůl karboxymethylcelulosy, želatina, mastné alkoholy, hlinky, polymerní polykarboxyláty, uhličitán sodný, uhličitán vápenatý, hydroxid vápenatý, oxid hořečnatý, hydroxyuhličitán hořečnatý, síran sodný, proteiny, ethery celulosy, estery celulosy, polyvinylalkohol, estery kyseliny alginové a triglyceridy. Ze shora uvedených jsou vysoce výhodnými polyethylenglykoly, zvláště ty, které mají molekulovou hmotnost od 1000 do 30 000, s výhodou od 12 000 do 30 000 a triglyceri-



dy.

Povrchově aktivní činidlo používané v bělících prostředcích podle vynálezu může být vybráno z mnoha dostupných činidel, která jsou slučitelná s jinými složkami prostředku, jak v suchém stavu tak v roztoku. O těchto materiálech se předpokládá, že zlepšují účinnost jiných složek prostředku přidáním schopnosti pronikat do mezizubního prostoru. Tyto materiály také pomáhají v odstraňování zbytků potravy připojených na zuby. Do prostředku mohou být zahrnuty v množství mezi 0,1 a 5 % hmotn. ze suché hmotnosti prostředku suché prášky nebo granulované aniontové povrchově aktivní činidlo, jako je laurylsulfát sodný, N-lauroylsarkosinát sodný, lauroylsulfoacetát sodný nebo dioktylsulfosukcinát sodný nebo ricinoleylsulfosukcinát sodný. Vysoce výhodným aniontovým povrchově aktivním činidlem je laurylsulfoacetát sodný, komerčně dostupný jako prášek Lathanol<sup>(R)</sup>. S výhodou je v prostředku obsaženo mezi 0,5 a 4 % hmotn. povrchově aktivního činidla, výhodněji od 0,7 do 1,5 % hmotn.

Mezi vhodná kationtová, neiontová a amfolytická povrchově aktivní činidla patří například kvarterní amoniové sloučeniny, jako je cetyltrimethylamoniumbromid, kondenzační produkty alkylenoxidů, jako je ethylen nebo propylenoxid, s mastnými alkoholy, fenoly, mastnými aminy nebo alkanolamidy mastných kyselin, alkanolamidy mastných kyselin samotné, estery mastných kyselin s dlouhým řetězcem (s 8 až 22 atomy uhlíku) s polyalkoholy nebo cukry, například glycerolmonostearát nebo monolaurát sacharosy nebo sorbitolpolyoxyethylen-mono- nebo di-stearát, betainy, sulfobetainy nebo alkyl(s dlouhým řetězcem) aminokarboxylové kyseliny.

Chelatační činidla účinně napomáhají stabilitě čištění a bělení zachycením iontů kovů, jako je vápník, hořčík a kationty těžkých kovů, v roztoku. Mezi příklady vhodných chelatačních činidel patří tripolyfosforečnan sodný, hydrogendifosforečnan sodný, difosforečnan tetrasodný, aminopolykarboxyláty, jako je

nitritrioctová kyselina a ethylendiamitetraoctová kyselina (EDTA) a jejich soli, a polyfosfonáty a aminopolyfosfonáty, jako je hydroxyethandifosfonová kyselina, ethylendiamintetramethylenfosfonová kyselina, diethylentriaminpentamethylenfosfonová kyselina a jejich soli. Vybraná chelatační činidla nejsou rozhodující s výjimkou toho, že musí být slučitelná s jinými složkami čistícího prostředku pro umělý chrup, jestliže jsou v suchém stavu a ve vodném roztoku. Výhodnou je EDTA a její soli, zvláště tetrasodná sůl. Chelatační činidlo je v prostředku obsaženo s výhodou v množství mezi 0,1 a 20 % hmotnostními z hmotnosti prostředku a s výhodou mezi 0,5 a 5 procenty hmotn. Chelatační činidla typu fosfonové kyseliny jsou však s výhodou v prostředku obsažena v množství od 0,1 do 1, s výhodou od 0,1 do 0,5 % hmotn. z hmotnosti prostředku.

Příklady enzymů vhodných pro použití podle vynálezu jsou proteasy, alkalasy, amylasy, lipasy, dextranasy, mutanasy, glukonasy atd.

Následující příklady dále popisují a demonstrují výhodná provedení v rozsahu podle předloženého vynálezu.

#### Příklady provedení vynálezu

##### Příklady I až III

Následující příklady jsou reprezentativní tablety pro čištění umělého chrupu podle vynálezu. Procenta jsou hmotnostní procenta z hmotnosti tablet pro čištění umělého chrupu.

V následujících příkladech se odděleně vylisováním na válci vyrobí modré a bílé granule. Prášek vysušený rozprašováním obsahující silikon se vyrobí tak, jak je zde shora popsáno. Dva granuláty, prášek vysušený rozprašováním a excipiens se pak smíchají v planetovém míchadle a tablety se vyrábějí lisováním směsí složek děrovacím a barvicím rotačním tabletovacím lisem za tlaku  $2 \cdot 10^5$  kPa.

|                                           | I          | II    | III   |
|-------------------------------------------|------------|-------|-------|
|                                           | (% hmotn.) |       |       |
| Bílý granulát:                            |            |       |       |
| sůl monopersíranu draselného <sup>1</sup> | 25,54      | 42,66 | 50,40 |
| uhličitan sodný                           | 6,82       | 7,45  | 7,91  |
| tetrasodná sůl EDTA                       | 0,20       | 0,47  | 0,49  |
| bílý granulát celkem                      | 32,56      | 50,58 | 58,80 |
| Modrý granulát:                           |            |       |       |
| uhličitan sodný                           | 3,02       | 0,78  | 0,82  |
| kyselina sulfamová                        | 1,51       | 4,88  | 5,19  |
| hydrogenuhličitan sodný                   | 2,2        | 4,67  | 1,1   |
| modré barvivo                             | 0,11       | 0,21  | 0,33  |
| modrý granulát celkem                     | 6,84       | 10,54 | 7,44  |
| Prášek vysušený rozprašováním:            |            |       |       |
| Abil <sup>(R)</sup> EM 90 <sup>2</sup>    | 1,5        | 1,13  | 0,41  |
| Silwet <sup>(R)</sup> L 7230 <sup>3</sup> | 5,33       | 1,4   | 0,15  |
| ochucovací silice mýty pepřné             | 1,91       | 1,23  | 0,45  |
| Capsul E <sup>4</sup>                     | 5,59       | 6,55  | 6,1   |
| sorbitol                                  | 0,6        | 2,18  | 0,92  |
| tavený oxid křemičitý                     | 0,66       | 0,13  | 2,00  |
| prášek vysušený rozprašováním             |            |       |       |
| celkem                                    | 15,59      | 12,62 | 10,03 |

|                                              | I          | II    | III   |
|----------------------------------------------|------------|-------|-------|
|                                              | (% hmotn.) |       |       |
| <hr/>                                        |            |       |       |
| Excipiens:                                   |            |       |       |
| TAED                                         | 3,08       | 2,33  | 1,75  |
| monohydrát perboritanu sodného               | 18,75      | 15,51 | 11,10 |
| prášek Lathanol <sup>(R)</sup>               | 0,55       | 0,97  | 3,40  |
| uhličitan sodný                              | 18,5       | 5,78  | 3,96  |
| tavený oxid křemičitý                        | 0,39       | 0,58  | 0,62  |
| hydratovaný oxid křemičitý                   | 0,29       | 0,31  | 0,33  |
| Boeson VP 60 <sup>5</sup>                    | 0,1        | 0,78  | 0,82  |
| silice máty peprné vysušená<br>rozprašováním | 3,35       | 0     | 1,75  |
| bílá excipiens celkem                        | 45,01      | 26,26 | 23,73 |
| <hr/>                                        |            |       |       |
|                                              | 100        | 100   | 100   |

<sup>1</sup> Carcoat<sup>(R)</sup>

<sup>2</sup> cetyl dimethikonový kopolyol od Goldschmidt

<sup>3</sup> dimethikonový kopolyol od Union Carbide, silikonové povrchově  
aktivní činidlo

<sup>4</sup> modifikovaný škrob od National Starch and Chemical

<sup>5</sup> směs ztužených triglyceridů ze sojového oleje dostupná od  
Ingelheim Boehringer

Ve shora uvedených příkladech IV až VII je celková hmotnost tablet 3 g a průměr 25 mm.

Tablety pro čištění umělého chrupu z příkladů IV až VII vykazují zlepšenou protiplakovou, čistící a antibakteriální aktivitu spolu s vynikajícími kohezními a dalšími fyzikálními vlastnostmi a vlastnostmi provedení při používání.

25.08.99

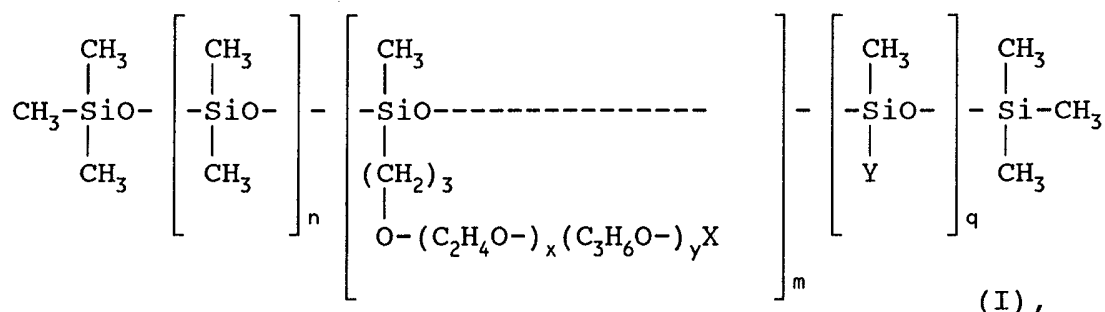
## P A T E N T O V É      N Á R O K Y

1. Pevný, efervescentní bělicí prostředek, v y z n a č u -  
j í c í   s e   t í m, že obsahuje:
  - i) bělicí aktivátor,
  - ii) generátor efervescence kyslíku obsahující persíranovou sůl a perboritanovou sůl, při čemž hmotnostní poměr persíranové soli k perboritanové soli je v rozmezí od 0,8:1 do 5:1, a
  - iii) generátor efervescence typu oxidu uhličitého, který obsahuje hydrogenuhličitanovou sůl a kyselinu, při čemž hmotnostní poměr perboritanové soli k hydrogenuhličitanové soli je v rozmezí od 2:1 do 20:1.
2. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í   s e   t í m, že množství bělicího aktivátoru z hmotnosti celého prostředku je od 0,1 do 10, s výhodou od 0,5 do 5 % hmotn.
3. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í   s e   t í m, že se jako bělicí aktivátor používá TAED.
4. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í   s e   t í m, že se jako persíranová sůl používá monopersíran draselný nebo jeho směsná sůl, která je v prostředku obsažena v množství od 20 do 60, s výhodou od 35 do 55 % hmotn. z hmotnosti prostředku.
5. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í   s e   t í m, že se jako perboritanová sůl používá monohydrát perboritanu sodného a směsi monohydrátu perboritanu sodného s bezvodým perboritanem sodným.
6. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle kteréhokoliv

25.08.99

z nároků 1 až 5, v y z n a č u j í c í s e t í m, že perboritanová sůl je v prostředku obsažena v množství od 6 do 30, s výhodou od 10 do 25, výhodněji od 12 do 18 % hmotn. z hmotnosti prostředku.

7. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 až 6, v y z n a č u j í c í s e t í m, že hmotnostní poměr persíranové soli k perboritanové soli je v rozmezí od 1,5:1 do 4:1, s výhodou od 2:1 do 3,5:1.
8. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 až 7, v y z n a č u j í c í s e t í m, že hydrogenuhlíčitanová sůl je v prostředku obsažena v množství od 1 do 10, s výhodou od 3 do 7 % hmotn. z hmotnosti prostředku.
9. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í s e t í m, že hmotnostní poměr perboritanové soli k hydrogenuhlíčitanové soli je v rozmezí od 2,5:1 do 10:1, s výhodou od 3:1 do 5:1.
10. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 až 9, v y z n a č u j í c í s e t í m, že dále obsahuje silikonové protiplakové činidlo obecného vzorce I



v němž X je vybrán z atomu vodíku, alkylové skupiny, alkoxy skupiny a acylové skupiny s 1 až 16 atomy uh-

25.08.99

líku, Y je vybrán z alkylové skupiny a alkoxyskupiny s 8 až 22 atomy uhlíku, n znamená číslo od 0 do 200, m znamená číslo od 1 do 40, q znamená číslo od 1 do 100, molekulová hmotnost části  $(C_2H_4O-)_x(C_3H_6O-)_yX$  je od 50 do 2000, s výhodou od 250 do 1000, a z a y znamenají taková čísla, aby hmotnostní poměr oxyethylen:oxypropylen byl od 100:0 do 0:100, s výhodou od 100:0 do 20:80.

11. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle nároku 10, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se jako silikonové protiplakové činidlo používá cetyltrimethikonový kopolyol.
12. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle nároku 10 nebo 11, v y z n a č u j í c í s e t í m, že dále obsahuje silikonové povrchově aktivní činidlo obecného vzorce I, v němž X je vybrána z atomu vodíku, alkylové skupiny, alkoxyskupiny a acylové skupiny s 1 až 16 atomy uhlíku, Y znamená methylovou skupinu, q znamená číslo 0, n znamená číslo od 1 do 100, m znamená číslo 1 až 40, molekulová hmotnost části  $(C_2H_4O-)_x(C_3H_6O-)_yX$  je od 50 do 2000 a z a y znamenají taková čísla, aby hmotnostní poměr oxyethylen:oxypropylen byl od 100:0 do 0:100, při čemž silikonové povrchově aktivní činidlo je v bezprostřední směsi se silikonovým protiplakovým činidlem.
13. Pevný, efervescentní bělicí prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 až 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že je ve formě vylisovaných tablet.

Zastupuje: