

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. ⁷ A61K 7/16	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2005년11월08일 10-0526663 2005년10월31일
---	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2000-7002739	(65) 공개번호	10-2001-0024010
(22) 출원일자	2000년03월15일	(43) 공개일자	2001년03월26일
번역문 제출일자	2000년03월15일		
(86) 국제출원번호	PCT/EP1998/005632	(87) 국제공개번호	WO 1999/13851
국제출원일자	1998년09월05일	국제공개일자	1999년03월25일

(81) 지정국

 국내특허 : 오스트레일리아, 캐나다, 중국, 체코, 헝가리, 일본, 대한민국, 노르웨이, 폴란드, 슬로바키아, 미국,

 EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 사이프러스, 독일, 덴마크, 스페인, 핀란드, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴,

(30) 우선권주장 19740453.7 1997년09월15일 독일(DE)

(73) 특허권자 헨켈 코만디트게젤샤프트 아우프 악티엔
 독일 (데-40191) 뒤셀도르프 헨켈슈트라쎄 67

(72) 발명자 라이넨한스-테오
 독일데-40229뒤셀도르프게르트루디스슈트라쎄2

 빌크니쯔페터
 독일데-42799라이히링겐임에르렌그룬트9

(74) 대리인 특허법인코리아나

심사관 : 정영자

(54) 규산 및 산화알루미늄 기재 연마제의 조합물을 함유하는치아용 세정제

요약

본 발명은 중량비 10 : (0.2 - 2) 의 규산 및 산화알루미늄을 기재로 하는 연마제의 조합물 10 내지 30 중량%, 및 소르비톨, 글리세린, 프로필렌글리콜-1,2, 폴리에틸렌글리콜 및 이들의 혼합물을 함유하는 균으로부터의 습윤제 20 내지 50 중량% 를 함유하고, 세정 효과를 강화시키기 위해, 알칼리염 또는 암모늄염 형태의 트리폴리포스페이트, 피로포스페이트 또는 트리메타포스페이트를 포함하는 균으로부터의 축합 포스페이트 2 내지 12 중량% 를 함유하는 페이스트 또는 액체 분산액 형태의 치아용 세정제에 관한 것이다. 이의 저 마모값에도 불구하고, 상기 세정제는 우수한 연마 효과 및 고세정력을 갖는다.

명세서

본 발명은, 세정 성능이 축합 포스페이트의 첨가로 인해 추가로 향상되는, 연마제의 조합물 10 내지 30 중량% 및 습윤제 20 내지 50 중량% 를 함유하는 수합유의 형태, 페이스트형 또는 액체 크림 형태의 치분(齒粉; dentifrice)에 관한 것이다.

치약은 칫솔질로 치아의 일일 세정에 사용된다. 치약은 특히 치아 표면에서 음식 잔류물, 예를 들어 담배 또는 차에 의한 얼룩, 및 단단히 부착하는 박테리아성 필름, 소위 플라크(plaque)를 제거하는데 돕는다. 이것은 주로 치약중에 존재하는 연마제 및, 협소한 정도로, 또한 존재하는 계면활성제로 수행된다. 이의 세정 및 연마 효과를 발생시키기 위해서는, 연마제는 치아 표면에 대해 임의 마모성이 있어야 한다. 그러나, 치아 에나멜(enamel) 및 상아질에 대한 마모성이 치약의 일일 사용으로 치아 표면에 손상을 피하기 위해 낮은 수준으로 유지되는 것이 극히 중요하다. 특히, 사용되는 연마제는 치아 표면에 임의의 심한 찰상을 일으키지 않아야 한다. 반대로, 이들은 치아 표면에 존재하는 임의 거침에 관해 부드러운 효과를 가져야 한다.

축합 포스페이트는 치석 억제제 및 치분내 탈염 억제제로서 다수 공고물로부터 공지되어 있다.

차 및 커피에 의해 변색된 치아에 관한 수용성 피로포스페이트염의 세정 효과는 또한 US 4,822,599 A 로부터 공지되어 있다.

실리카 연마제 및 하소된 산화알루미늄의 마모 혼합물을 함유하는 치분은 DE 27 58 548 C2 로부터 특히 효과적인 치아 세정 제제로서 공지되어 있다. 상기 문헌은 치아 에나멜의 마모를 방지하기 위해 임의 무기 전해질 염의 첨가를 권장한다. 상기에도 불구하고, 300 내지 500 의 초고 상아질 마모값(RDA) 및 에나멜 마모값(REA)이 수득된다.

비록 산화알루미늄 연마제의 감소 또는 생략으로 마모값을 감소시킬 수 있으나, 세정 성능은 동시에 상당히 손상된다. 따라서, 극저 마모성(100 미만의 RDA 및 REA 값)과 매우 양호한 세정 효과(약 100 의 CRS 값)를 겸비하는 치분을 개발하는 것이 필요하다.

DE 34 25 152 에는 감소된 마모성이 양호한 세정 효과와 조합될 수 있는 실리카 연마제 및 약하게 하소된 산화알루미늄으로 이루어진 연마제의 조합물이 기재되어 있다.

축합 포스페이트가 실리카 연마제 및 산화알루미늄 연마제의 조합물을 함유하는 치약의 세정 성능을, 상기 언급된 필요성이 마모값에서의 임의 상당한 증가없이 만족되는 정도로, 증가시키는데 이상적으로 적합하다는 것이 현재 발견되었다.

따라서, 본 발명은 중량비 10 : (0.2 - 2) 의 실리카 연마제 및 산화알루미늄 연마제의 조합물 10 내지 30 중량%, 및 소르비톨, 글리세롤, 1,2-프로필렌 글리콜 또는 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터의 습윤제 20 내지 50 중량% 를 함유하는 수합유 형태, 페이스트 형태 또는 액체 분산액 형태의 치분에 관한 것으로, 세정 효과를 증가시키기 위해 2 내지 12 중량% 양의 알칼리 금속 또는 암모늄염의 형태로 트리폴리포스페이트, 피로포스페이트, 트리메타포스페이트 또는 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터의 축합 포스페이트를 함유하는 것을 특징으로 한다.

적합한 실리카 연마제는, 예를 들어, 규산나트륨 용액을 수용성 강무기산과 반응시켜 히드로졸을 형성하고, 히드로졸을 숙성시켜 히드로겔을 형성하고, 세정 및 건조시켜 수득되는 실리카 겔이다. 만일 건조를 수합량 15 내지 35 중량% 의 보통 조건하에서 실행시키면, 예를 들어 US 4,153,680 으로부터 공지되어 있는 소위 히드로겔 실리카를 수득한다.

15 중량% 미만의 수합량으로의 건조는 이전의 히드로겔의 산개 구조를 비가역적으로 수축시켜 소위 크세로겔(xerogel)의 밀집 구조로 만든다. 크세로겔 실리카는 예를 들어 US 3,538,230 에 기재되어 있다.

실리카 연마제의 제 2 바람직한 균은 침전 실리카이다. 침전 실리카는 졸 및 겔로의 응집이 발생할 수 없는 조건하에서 강산의 첨가로 알칼리 금속 실리케이트 묽은 용액으로부터 실리카를 침전시켜 수득한다. 침전 실리카의 적합한 제조 방법은 예를 들어 DE-OS 25 22 486 및 DE-OS 31 14 493 에 기재되어 있다. 바람직한 침전 실리카는 예를 들어 평균 입자 크기가 5 내지 20 μm 이고, 체 잔류율(45 μm)이 1 중량% 미만이고 비표면적(BET)이 100 내지 300 m^2/g 인 것이다.

연마제의 특정 조합에 의해, 본 발명에 따른 치분은 차 및 니코틴에 의한 치아의 탈색에 대해서도 우수한 세정 효과를 갖는다. 동시에, 양호한 연마 효과(거침의 부드러움화)를 보통 상아질 및 에나멜 마모만으로도 불구하고 수득한다. 상대적으로 단단한 연마 성분, 즉 산화알루미늄의 존재에도 불구하고, 본 발명에 따른 치분은 임의 찰상 효과를 거의 갖지 않는다.

바람직한 산화알루미늄 연마제는 각종 소위 γ -알루미늄 옥시드 변형물의 α -알루미늄 옥시드 10 중량% 이상의 함량을 갖는 약하게 하소된 알루미늄이다.

적당히 약하게 하소된 알루미늄은 수산화알루미늄의 하소화로 제조된다. 수산화알루미늄은 1200 °C 초과 온도에서 열역학적으로 안정한 α - Al_2O_3 로 하소에 의해 전환된다. 400 내지 1000 °C 에서 발생하는 열역학적으로 불안정한 Al_2O_3 는 γ -형으로서 공지된다(참조. Ullmann, Enzyklopadie der technischen Chemie, 제 4 판(1974), 제 7 권, 298 쪽). 하소화도, 즉 열역학적으로 안정한 α - Al_2O_3 로의 전환은 하소화 방법의 온도 및 시간의 선택을 통해 필요시에 조정될 수 있다. 약하게 하소화는 하소 온도가 높고 하소 시간이 길수록 낮은 γ - Al_2O_3 함량의 알루미늄을 제공한다. 약하게 하소된 알루미늄은 낮은 정도의 응집물, 대형 비표면적 및 대형 기공 부피에서 순수 α - Al_2O_3 와 상이하다.

10 내지 50 중량% 의 γ - Al_2O_3 를 함유하는 본 발명에 따라 사용되는 상대적으로 약하게 하소된 알루미늄의 상아질 마모 (RDA)는 심하게 하소된 순수 α - Al_2O_3 의 상아질 마모의 단지 30 내지 60 % 이다(단독 연마제로서 20 중량% 알루미늄을 함유하는 표준 치약에서 평가시).

α - Al_2O_3 와 대조로, γ - Al_2O_3 를 알리자린(Alizarin) S (1,2-디히드록시-9,10-안트라퀴논-4-술폰산) 의 암모니아성 수용액으로 적색 염색시킬 수 있다. 염색도를 하소화도 또는 하소된 알루미늄내 δ - Al_2O_3 의 백분율 함량의 측정치로서 사용할 수 있다.

약 1 g Al_2O_3 , 수중 2 g/l알리자린 S 의 용액 10 ml 및 NH_3 의 10 중량% 수용액 3 방울을 시험관에 도입하고 잠깐 끓인다. 그 다음 Al_2O_3 를 여과제거하고, 세척하고, 건조시키며 현미경하에 조사하고 열량계로 평가한다.

10 내지 50 중량% 의 γ - Al_2O_3 를 함유하는 적당히 약하게 하소된 알루미늄을 상기 방법으로 얻은 내지 진한 핑크색으로 착색시킬 수 있다.

각종 하소화도, 미세성 및 벌크 밀도를 갖는 산화알루미늄 연마제는 상용가능한, 예를 들어 Giuliani-Chemie 및 ALCOA 의 "Poliertonerden(연마 알루미늄)" 이다.

특히 적합한 품질의 "Poliertonerde P10 feinst" 는 응집물 크기가 20 μm 미만이고, 1차 평균 결정 크기가 0.5 내지 1.5 μm 이며 벌크 밀도가 500 내지 600 g/l이다.

소르비톨, 자일리톨, 글리세롤, 프로필렌 글리콜 또는 상기 폴리올의 혼합물이 습윤제로서 존재할 수 있다. 분자량 400 내지 2000 의 폴리에틸렌 글리콜이 습윤제 성분으로서 부분적으로 존재할 수 있다. 20 내지 40 중량% 양의 소르비톨이 바람직하게는 습윤제로서 존재한다.

축합 포스페이트는 이의 알칼리 금속염, 바람직하게는 이의 나트륨 또는 칼륨염의 형태로 존재한다. 상기 포스페이트의 수용액은 가수분해 효과로 인해 알칼리 반응을 나타낸다. 본 발명에 따른 치분은 산의 첨가로 pH 7.5 내지 9 로 조정된다. 적합한 산은 예를 들어 시트르산, 인산 또는 산성 염, 예를 들어 NaH_2PO_4 이다. 그러나, 축합 포스페이트의 산성 염, 즉 예를 들어 $K_2H_2P_2O_7$ 은 또한 부분적으로 사용되어 치분을 필요한 pH 값으로 조절할 수 있다.

각종 축합 포스페이트의 혼합물 또는 축합 포스페이트의 수화 염을 또한 사용할 수 있다. 그러나, 2 내지 12 중량% 의 특정양은 무수염을 기재로 한다. 조성물의 5 내지 10 중량% 양의 나트륨 또는 칼륨 트리폴리포스페이트는 바람직하게는 축합 포스페이트로서 존재한다.

본 발명에 따른 치분의 세정 효과를 적당한 계면활성제의 첨가로 추가적으로 향상시킬 수 있다. 계면활성제의 첨가는 칫솔질 동안의 거품 만들기, 연마제의 분산 안정화 및 향미유의 에멀션화 또는 가용화에 바람직할 수 있다. 임의 거품 효과를 나타내는 적당한 계면활성제는 비이온성 계면활성제, 예를 들어 알킬기중 탄소수 12 내지 18 의 나트륨 알킬 술폰레이트이다. 상기 계면활성제는 또한 플라크의 박테리아성 대사에 관해 임의 효소 억제 효과를 갖는다. 기타 적당한 계면활성제는 선형 알킬기중 탄소수 12 내지 16 및 분자중 2 내지 6 개의 글리콜 에테르기를 함유하는 알킬 폴리글리콜 에테르 술폰이

트, 선형 알칸 (C_{12-18}) 술포네이트, 술포숙신산 모노알킬 (C_{12-18}) 에스테르, 황화 지방산 모노글리세리드의 알칼리 금속염, 바람직하게는 나트륨염, 황화 지방산 알칸올아미드, 술포아세트산 알킬 (C_{12-16}) 에스테르, 아실기중 탄소수 8 내지 18의 아실 사르코신, 아실 타우리드 및 아실 이세티오네이트이다.

쯔비터이온성 및 양쪽성 계면활성제를 바람직하게는 음이온성 계면활성제와 조합으로 사용할 수 있다. 그러나, 세정 효과를 촉진시키기 위해 비이온성 계면활성제를 사용하는 것이 특히 바람직하다. 적합한 비이온성 계면활성제는 예를 들어 에틸렌 옥시드와 지방 알콜, 지방 산, 지방 산 모노글리세리드, 소르비탄 지방 산 모노에스테르 또는 메틸 글루코시드 지방산 모노에스테르의 첨가 생성물이다. 첨가되는 에틸렌 옥시드의 양은 매우 많아서 계면활성제가 물에 가용성, 즉 1 g/l 이상이 20 °C 의 물에 가용성이어야 한다. 적당한 계면활성제의 또다른 기는 알킬기중 탄소수 8 내지 16 이고 글리코시드 단위의 올리고머화도가 1 내지 4 인 알킬(올리고)글리코시드이다. 알킬(올리고)글리코시드, 이의 제법 및 계면활성제로서의 용도는 예를 들어 US-A-3,839,318, DE-A-20 36 472, EP-A-77 167 또는 WO-A-93/10132 로부터 공지되어 있다.

글리코시드 단위에 관한 한, 모노사카라이드 단위가 글리코시드 연결에 의해 C_{10-16} 지방 알콜에 부착된 모노글리코시드 ($x = 1$) 및 올리고머화도 $x \times 10$ 이하의 올리고머성 글리코시드가 적합하다. 올리고머화도는 상기 기술적 생성물의 전형적인 동족체 분포를 기재로 하는 통계학적 평균치이다.

특히 적당한 알킬 (올리고)글리코시드는 화학식 $RO(C_6H_{10}O)_x-H$ (식중, R 은 탄소수 12 내지 14 의 알킬기이고 x 는 1 내지 4 의 평균치이다) 의 알킬(올리고)글리코시드이다.

표면활성 화합물의 균으로부터의 비이온성 용해제는 특히 통상적인 수불용성 향미유의 용해에 필요할 수 있다. 특히 적당한 비이온성 용해제는 예를 들어 에톡시화 지방산 글리세리드, 에톡시화 지방 산 소르비탄 부분 에스테르 또는 글리세롤 또는 소르비탄 에톡실레이트의 지방산 부분 에스테르이다. 에톡시화 지방 산 글리세리드의 균으로부터 용해제는 특히 탄소수 12 내지 18 의 선형 지방산의 모노- 및 디글리세리드 또는 히드록시 지방산, 예컨대 히드록시스테아르산 또는 리시놀산의 글리세리드상에 에틸렌 옥시드 20 내지 60 몰의 첨가 생성물을 포함한다. 기타 적당한 용해제는 에톡시화 지방 산 소르비탄 부분 에스테르, 즉 바람직하게는 탄소수 12 내지 18 의 지방산의 소르비탄 모노에스테르 및 소르비탄 디에스테르상에 20 내지 60 몰의 에틸렌 옥시드 첨가 생성물이다. 기타 적합한 용해제는 글리세롤의 지방산 부분 에스테르 또는 소르비탄 에톡실레이트, 즉 바람직하게는 C_{12-18} 지방산의 모노에스테르 및 디에스테르 그리고 1 몰 글리세롤 또는 1 몰 소르비톨상에 20 내지 60 몰의 에틸렌 옥시드의 첨가 생성물이다.

본 발명에 따른 치분은 바람직하게는 수소화 또는 비수소화 피마자유(히드록시스테아르산 또는 리시놀산 트리글리세리드)상, 글리세롤 모노스테아레이트 및/또는 디스테아레이트상 또는 소르비탄 모노스테아레이트 및/또는 디스테아레이트상에 20 내지 60 몰의 에틸렌 옥시드 첨가 생성물을 존재하는 임의 향미유에 대한 용해제로서 함유한다.

적당한 향미 성분은 예를 들어 감미제 및/또는 향미유이다. 적당한 향미유는 전형적으로 구강 및 치아 보호 제제에 사용되는 임의 천연 및 합성 향미제이다. 천연 향미제는 약제로부터 단리된 정유의 형태 및 이로부터 단리된 개별 성분의 형태 모두로 사용될 수 있다. 치분은 바람직하게는 페퍼민트 오일, 스페아민트 오일, 아니스 오일, 일본 아니스 오일, 캐러웨이 오일, 유칼립투스 오일, 회향 오일, 계수 오일, 클로버 오일, 제라늄 오일, 세이지 오일, 피멘토 오일, 백리향 오일, 마요라나 오일, 나룩풀 오일, 감귤 오일, 동록유, 또는 이들로부터 단리되거나 합성 제조된 상기 오일의 하나 이상의 성분으로 이루어진 균으로부터 하나 이상의 향미유를 함유할 수 있다. 언급된 오일의 가장 중요한 성분은 예를 들어 멘톨, 카르본, 아네톨, 시네올, 유게놀, 신남알데히드, 캐리오필렌, 제라니올, 시트로넬롤, 리날로올, 샬비어, 티몰, 테르피넨, 테르피네올, 메틸 차비콜 및 메틸 살리실레이트이다. 기타 적합한 향미제는 예를 들어 멘틸 아세테이트, 바닐린, 이오논, 리날릴 아세테이트, 로디놀 및 피페리톤이다.

또한, 본 발명에 따른 치분은 충치, 치석, 치주염 또는 입과 치아의 기타 질병 제어용 치료제를 함유할 수 있다. 바람직하게 존재하는 활성 성분은 바람직하게는 0.1 내지 0.5 중량% 불소 양의 불소화물 또는 모노플루오로포스페이트의 균으로부터의 충치 억제 불소 화합물이다. 적당한 불소 화합물은 예를 들어 불소화나트륨, 불소화칼륨, 불소화주석, 나트륨 모노플루오로포스페이트(Na_2PO_3F), 칼륨 모노플루오로포스페이트 또는 불소화물 또는 유기 아미노 화합물이다.

기타 적합한 치료제는 예를 들어 치석 억제제, 예를 들어 유기포스페이트, 예컨대 1-아자시클로헥탄-2,2-디포스폰산 (Na 염) 또는 1-히드록시에탄-1,1-디포스폰산(Na 염), 및 항균성 플라크 억제제 예컨대 헥사클로로펜, 클로르헥시딘, 헥

세티딘, 트리클로산, 브로모클로로펜, 페닐 살리실레이트이다. 재무기화 및 치아 손상의 마감을 촉진시키는데 효과적인 물질, 예를 들어 인산이칼슘 이수화물은 바람직하게는 마그네슘 이온과 조합으로 본 발명에 따른 치분에 또한 존재할 수 있다.

한 바람직한 구현예에서, 본 발명에 따른 치약은 추가적으로 예를 들어 1 내지 10 중량%의 인산이칼슘 이수화물(브루사이트(brushite)) 및 0.1 내지 0.5 중량%의 마그네슘 이온을 바람직하게는 수용성 마그네슘염의 형태, 예를 들어 황산마그네슘, 불소화마그네슘 또는 마그네슘 모노플루오로포스페이트로 함유한다.

마지막으로, 본 발명에 따른 치약은 통상 치분에 포함되지만 본 발명에 따른 효과를 감소시키지 않는 기타 성분을 함유할 수 있다. 상기 전형적인 치약 첨가제는 예를 들어 하기이다:

- 상대적 소량, 예를 들어, 1 내지 10 중량%의 기타 연마제, 예를 들어 탄산칼슘(백악), 불용성 나트륨 메타포스페이트, 칼슘 피로포스페이트, 히드록실 아파타이트, 수산화알루미늄, 나트륨 알루미늄 실리케이트(제올라이트 A) 또는 미립자 유기 중합체, 예를 들어 폴리메타크릴레이트,
- 안료, 예를 들어 이산화티타늄 또는 산화아연,
- 염료,
- pH 조절제 및 완충제, 예를 들어 시트르산나트륨 또는 중탄산나트륨, 벤조산나트륨,
- 상처치유 및 항염증제 예컨대 알란토인, 요소, 판테놀, 아줄린 또는 카모마일 추출물,
- 방부제 예컨대 소르브산염, p-히드록시벤조산 에스테르.

하기 실시예는 본 발명의 증명을 목적으로 한다.

실시예

하기 치약을 제조한다:

조 성 물	1	2	3	4	5
Sident 8 (1)	14.0	-	-	-	-
Sorbosil AC 39 (2)	-	14.0	-	-	14.0
Zeodent 113 (3)	-	-	14.0	-	-
Zeodent 623 (4)	-	-	-	14.0	-
Poliertonerde P10 feinst (5)	1.0	1.0	1.0	1.0	0.5
Na ₅ P ₃ O ₁₀ (Na 트리플리포스페이트)	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
Na ₂ PO ₃ F(Na 모노플루오로포스페이트)	-	0.8	-	-	-
NaF	0.24	-	0.24	0.24	0.24
Na 사카리네이트	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
이산화티타늄	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
PHB 메틸 에스테르	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
카르복시메틸 셀룰로스	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25
소르비톨(70 %)	32.0	32.0	32.0	32.0	32.0
1,2-프로필렌 글리콜	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
Cremophor RH 60 (7)	1.0	-	1.0	1.0	1.0
Arlatone 289 (8)	-	1.0	-	-	-
향미유	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
물	채워서 100	채워서 100	채워서 100	채워서 100	채워서 100

조 성 물	6	C1	C2	C3
Sorbosil AC 39 (2)	14	14	14	14
Poliertonerde P10 feinst (5)	1	-	-	-
Precarb 100 (6)	-	2	2	2
Na ₅ P ₃ O ₁₀	10	10	5	0
Na ₂ P ₃ O ₇ F	0.8	0.8	0.8	0.8
NaF	-	-	-	-
Na 사카리네이트	0.1	0.1	0.1	0.1
이산화티타늄	0.5	0.5	0.5	0.5
PHB 메틸 에스테르	0.1	0.1	0.1	0.1
카르복시메틸 셀룰로스	1.25	1.25	1.25	1.25
소르비톨(70 %)	32.0	32.0	32.0	32.0
1,2-프로필렌 글리콜	5.0	5.0	5.0	5.0
Arlatone 289 (8)	1.0	1.0	1.0	1.0
향미유	0.8	0.8	0.8	0.8
물	채워서 100	채워서 100	채워서 100	채워서 100

하기 상품을 사용한다:

(1) 상품명 Sident 8 : 실리카 연마제

(DEGUSSA 사제) 평균 입자 크기 : 10.0 μm

체 잔류율(45 μm) : $\leq 0.3 \%$

압축 벌크 밀도 : 300 g/l

(2) Sorbosil AC 39 : 실리카 연마제

(Crosfield Ltd. 사제) 입자 크기: 9 ~ 13 μm

(3) Zeodent 113 : 실리카 연마제

(Huber Chemicals 사제) 평균 입자 크기: 12 μm

체 잔류율(45 μm): 1.0 % 최대

비표면적(BET): 150 m²/g

(4) Zeodent 623 : 실리카 연마제

(Huber Chemicals 사제) 평균 입자 크기: 12 μm

체 잔류율(45 μm): 0.5 % 최대

비표면적(BET): 250 m²/g

(5) Poliertonerde P10 feinst : 산화알루미늄 연마제

(Giulini Chemie 사제) 평균 응집물 크기: < 20 μm (최소 99 %)

일차 입자 크기: 약 1 μm

하소화도: 낮음

(6) Precarb 100 : 탄산칼슘(백악)

압축 벌크 밀도 0.5 g/ml

비표면적: 9.0 m²/g

(7) Cremophor RH 60 : 수소화 피마자유 + 60 몰 EO

(8) Arlatone 289 : 수소화 피마자유 + 54 몰 EO

융점: 39 °C

HLB 값: 14.4

세정 효과의 측정(CRS)

방법:

소 치아의 표면을 조정하고, 한정 조건하에 차로 얼룩지게 하고 한정 조건하에 시험받는 치약으로 세정시킨다. 수득된 색체의 광택을 색도계로 측정하고 표준 치약의 광택 효과와 비교한다.

샘플 제조

소의 앞니를 7 × 7 mm 블록으로 절단한후 에나멜 표면만을 노출시키는 방식으로 플렉시글라스(Plexiglas) 스퀘어(1 × 2.5 × 2.5 cm)상에 왁스로 마운트시켰다. 에나멜 표면을 균일하게 부드러운 때까지 연마시킨다.

샘플 조정

마운트된 치아 블록을 연속적으로 0.12 N 염산(60 초), 포화 Na₂CO₃ 용액(120 초) 및 1 % 피트산 용액(60 초)에 침적시킨다. 각 처리후, 샘플을 탈이온수로 린스하고 흡수지로 빨아들여 건조시킨다. 그 다음 치아 샘플을 착색 장치에 고정시키고 20 °C 에서 홍차 용액을 5 일 동안 통과시킨다. 300 g 의 끓는 물로 1.5 g 의 티백을 추출(10분)하여차 용액을 제조하고 이들에 한번씩 새것으로 바꾼다.

연마 시험

그 다음 쌓여진 치아 블록을 그라벤스테터(Grabenstetter) V8 칫솔질 기계에 배치시키고 20 g 의 페이스트 및 40 g 의 탈이온수의 치약 서스펜션에서 연한 오랄비(Oral-B) 칫솔(가한 압력 150 g)을 이용하여 칫솔질을 한다. 50 g 의 팽창된 카르복시메틸 셀룰로스중 10 g 의 칼슘 피로포스페이트의 서스펜션(0.5 % CMC, 10 % 글리세롤, 89.5 % 물)을 연마 표준으로서 사용한다. 상기 표준의 세정 효과를 100 % 값으로 정의한다.

세정 효과의 측정

광택 효과를 랜지 박사(Dr. Lange) 색채차 측정 기구(Micro Color 형(DC 8334))를 이용하여 DIN 5033 으로 측정한다. 일광에 대응하는 D 65 표준광을 발산하는 크세논 램프를 사용한다. 황산바륨을 색채 표준으로서 사용한다.

샘플 표면에서 직경 7 mm 원통형 면적의 이중 측정을 실행한다. 8 개의 얼룩진 치아 샘플을 각 치약에 대해 사용하고 평균치를 형성한다. 사용된 시험 파라미터는 색체의 명도의 측정인 DIN 5033 으로 측정된 표준 색채치 Y 이다.

명도 측정을 1000 회 솔질후에 실행한다. 세정 효과 CRS(cleaning ratio soft)를 다음과 같이 산출한다:

$$CRS[\%] = [(평균 표준 색채값 Y - 증가 시험 페이스트)/(평균 표준 색채값 Y - 증가 연마 표준)] \times 100[\%]$$

마모성의 측정(RDA)

마모성은 미주리 분석 실험실(세인트 루이스, 미주리주)의 그라벤스테터 방법(참조. J. Dent. Res. 17, 1060 - 1068(1958))을 이용하여 RDA 방법(방사성 상아질 마모)로 측정한다.

결과:

실시예	1	2	3	4	5	6	C1	C2	C3
CRS %	90	88	103	98	73	97	80	64	31
RDA %	n.d.*	66	55	95	69	n.d.	n.d.	57	n.d.
n.d.*: 측정 불능									

결과는, 산화알루미늄(C1 ~ C3) 없이는, 본 발명에 따른 치약(1 ~ 4)에 의한 것보다 약한 세정효과가 Na 트리폴리포스페이트 고함량(C1)에도 불구하고 얻어지며, 상아질 마모는 고 세정 성능에도 불구하고 비교 페이스트에 비해 어떠한 증가도 나타내지 않는다는 것을 보여준다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

중량비 10 : (0.2 - 2) 의 실리카 연마제 및 산화알루미늄의 조합물 10 내지 30 중량%, 및 소르비톨, 글리세롤, 1,2-프로필렌 글리콜 또는 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터의 습윤제 20 내지 50 중량% 를 함유하는 수(水)함유 형태, 페이스트 형태 또는 액체 분산액 형태의 치분(齒粉)으로서, 세정 효과를 증가시키기 위해 2 내지 12 중량% 양의 알칼리 금속 또는 암모늄염의 형태로 트리폴리포스페이트, 피로포스페이트 및 트리메타포스페이트로 이루어진 균으로부터의 축합 포스페이트를 함유하는 것을 특징으로 하는 치분.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 각종 Al₂O₃ 변형물의 α-알루미늄 옥사이드의 10 중량% 이상을 함유하는 약하게 하소된 알루미늄이나 산화알루미늄으로서 존재하는 것을 특징으로 하는 치분.

청구항 3.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 소르비톨이 습윤제로서 25 내지 40 중량% 의 양으로 존재하는 것을 특징으로 하는 치분.

청구항 4.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 나트륨 또는 칼륨 트리폴리포스페이트의 5 내지 10 중량% 가 축합 포스페이트로서 존재하는 것을 특징으로 하는 치분.

청구항 5.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 입자 크기가 5 내지 20 μm 이고 비표면적(BET)이 100 내지 300 g/ℓ 인 침전 실리카가 실리카 연마제로서 존재하는 것을 특징으로 하는 치분.

청구항 6.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 불소 화합물이 0.1 내지 0.5 중량% 불소의 양으로 존재하는 것을 특징으로 하는 치분.