

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5986690号  
(P5986690)

(45) 発行日 平成28年9月6日(2016.9.6)

(24) 登録日 平成28年8月12日(2016.8.12)

(51) Int.Cl.	F 1
A 6 1 K 8/81 (2006.01)	A 6 1 K 8/81
A 6 1 K 8/73 (2006.01)	A 6 1 K 8/73
A 6 1 K 8/34 (2006.01)	A 6 1 K 8/34
A 6 1 K 8/58 (2006.01)	A 6 1 K 8/58
A 6 1 K 8/86 (2006.01)	A 6 1 K 8/86

請求項の数 21 (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2015-547911 (P2015-547911)  
 (86) (22) 出願日 平成24年12月14日 (2012.12.14)  
 (65) 公表番号 特表2016-503022 (P2016-503022A)  
 (43) 公表日 平成28年2月1日 (2016.2.1)  
 (86) 國際出願番号 PCT/US2012/069900  
 (87) 國際公開番号 WO2014/092738  
 (87) 國際公開日 平成26年6月19日 (2014.6.19)  
 審査請求日 平成27年12月14日 (2015.12.14)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 590002611  
 コルゲート・パーモリブ・カンパニー  
 C O L G A T E - P A L M O L I V E C  
 O M P A N Y  
 アメリカ合衆国ニューヨーク州10022  
 , ニューヨーク, パーク・アベニュー 3  
 00  
 (74) 代理人 100169904  
 弁理士 村井 康司  
 (72) 発明者 グレゴリー・シェプチック  
 アメリカ合衆国08822ニュージャージ  
 一州フレミントン、アバディーン・サーク  
 ル29番

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】オーラル・ケアに使用するための摩耗性フィルム

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

水の存在中でのブラッシング時に崩壊する、口腔的に許容可能な非水溶性フィルムであつて、ポリマーマトリックス、ポリマーマトリックス中に組み入れられた放出可能な材料および可塑剤を含有し、ポリマーマトリックスは、少なくとも50重量%のポリ(ビニルアルコール)と50重量%以下の水溶性セルロースエーテルを含有し、さらにフィルムはブラッシングしなければ崩壊しないことを特徴とするフィルム。

## 【請求項 2】

放出可能な材料は、顔料または顔料の組み合わせである請求項1に従うフィルム。

## 【請求項 3】

水溶性セルロースエーテルは、ヒドロキシアルキルセルロースまたはヒドロキシアルキルセルロースの混合物である請求項1または2に従うフィルム。

## 【請求項 4】

水溶性セルロースエーテルは、ヒドロキシプロピルメチルセルロースである請求項1～3のいずれかに従うフィルム。

## 【請求項 5】

可塑剤は、ソルビトール、プロピレングリコール、グリセロール、低分子量ポリエチレングリコール、およびその混合物から選択されるポリアルコールである請求項1～4のいずれかに従うフィルム。

## 【請求項 6】

10

20

可塑剤は、プロピレングリコールである請求項1～5のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 7】**

非イオン性界面活性剤または乳化剤をさらに含有する請求項1～6のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 8】**

非イオン性界面活性剤または乳化剤はポリソルベートである請求項 7 に従うフィルム。

**【請求項 9】**

フィルムは、顔料を含有するパウダーコーティングでコーティングされる請求項1～8のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 10】**

放出可能な材料は非水溶性抗菌剤を含有する請求項1～9のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 11】**

フィルムは水の存在中で、30秒以上で180秒以下のブラッシング時間後に実質的に崩壊する請求項1～10のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 12】**

フィルムの平均厚さは0.025～0.076mmである請求項 1～11 のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 13】**

ポリマーマトリックスは少なくとも75%のポリ(ビニルアルコール)および25%以下の水溶性セルロースエーテルを含有する請求項1～12のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 14】**

1～10重量%の水溶性セルロースエーテル、

30～60重量%のポリ(ビニルアルコール)、

20～60重量%の放出可能な材料、

10～30重量%の可塑性、および

1～5重量%の界面活性剤

を含有する請求項1～13のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 15】**

3～7重量%のヒドロキシプロピルメチルセルロース(HPMC)、

40～50重量%のポリ(ビニルアルコール)、

35～45重量%の顔料、

15～20重量%のプロピレングリコール、および

2～3重量%のポリソルベート80

を含有する請求項1～14のいずれかに従うフィルム。

**【請求項 16】**

口腔に塗布しブラッシングすると、30～180秒のブラッシングの後にフィルムは崩壊し、放出可能な材料を放出する請求項 1～15 のいずれかに従う口腔的に許容可能なフィルムの粒子を含有する歯磨き剤。

**【請求項 17】**

放出可能な材料は顔料であり、顔料の放出が使用者への適度なブラッシングの色による合図を提供する請求項16の歯磨き剤。

**【請求項 18】**

透明なジェルの歯磨きペーストであり、内部にフィルム粒子が見られる請求項16または請求項17の歯磨き剤。

**【請求項 19】**

請求項16～18のいずれかに従う歯磨き剤を用いてブラッシングし、これによってフィルムを破壊し放出可能な材料を放出することを包含する歯の洗浄方法。

**【請求項 20】**

10

20

30

40

50

口腔的に許容可能なフィルムはフィルム内に顔料を含有し、フィルムが崩壊し、顔料が使用者への適度なブラッシングの色による合図を提供するまで、ブラッシングを続ける請求項19の方法。

【請求項21】

ポリ(ビニルアルコール)、水溶性セルロースエーテル、放出可能な材料、可塑剤および任意の界面活性剤の水性スラリーを形成し、スラリーを乾燥してフィルムを形成することを包含する請求項1～請求項15のいずれかに従うフィルム製造方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

10

子供は少なくとも45～60秒、大人は少なくとも90～120秒間その歯をブラッシングすることが推奨される。大部分の人々、特に子供は最適な利益を得るために十分な時間その歯をブラッシングしておらず、さらにその歯をブラッシングするのに必要な時間を正確に見積るのは困難である。

【0002】

着色されたフィルムフラグメントを含む歯磨きペーストはたとえば、米国特許第U.S.6,699,29号公報に記載されるように業界で公知であるが(その内容を参照してここに挿入する)、この文献は適当な時間ブラッシングすることを勧める必要性を目的としていない。このような目的のために業界で公知のフィルムフラグメントは一般的に水溶性で、即ちこれらは水中に入れられると、膨張し最終的には溶解するポリマーシステムを用いている。

20

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

使用者により長時間歯をブラッシングするように勧めるために、消費者に優しい改良された製品および方法が必要である。

【0004】

フィルムフラグメントを含有する歯磨き剤製品の製剤安定性を改良し、使用時にフラグメントを即座に溶解させるための従来の取り組みは、様々なポリマーシステムを用いてフィルムマトリックスの溶解性を制御することに注力してきた。これらのタイプの歯磨き剤製品は、研磨動作(たとえば、歯または口腔に対して製剤をブラッシングすること)が歯磨き剤に施された否かに関わらず、ある時間(たとえば、30～180秒)口腔内に存在すれば自然に溶解する。

30

【0005】

口腔内で溶解せずに、所望時間に顔料または染料を放出することができるポリマー含有フィルムについて業界では未だ必要性がある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

驚くべきことには、比較的高い濃度のポリ(ビニルアルコール)を含有するポリマーシステムは、溶解を引き延ばし、製剤安定性を向上させるだけでなく、事実実質的に製剤または使用状態下で不溶性であることを発見した。これらのシステムは、ブラッシング時に即座にかつ突然に崩壊して、トラップされていた顔料/染料(または素早い放出が望まれる他の成分、たとえば、香味剤またはホワイトニング剤)を素早く放出し、これによって所望のブラッシング閾値に達した時に、明確な合図と完全な材料の放出を提供する。

40

【0007】

発明は、製剤の状態下では溶解しないが、ブラッシング時に崩壊する口腔的に許容可能な非水溶性フィルムであって、ポリマーマトリックス、可塑剤(たとえば、プロピレンゴリコール)、内部に組み入れられた放出可能な(たとえば、即ち機械的動作、たとえば、ブラッシングによるフィルムの崩壊時に放出される)材料(たとえば、染料または顔料)、および(任意に)非イオン性界面活性剤(たとえば、ポリソルベート)を含有し、ポリ

50

マーマトリックスは少なくとも 50%、たとえば、少なくとも 75% のポリ(ビニルアルコール)、および 50% 以下、たとえば、25% 以下の水溶性セルロースエーテル、たとえば、ヒドロキシプロピルメチルセルロース(HPMC)を含有するフィルムを提供するとともに、このようなフィルムを含有する歯磨き剤、およびその製造および使用方法を提供する。

#### 【0008】

本発明の適用性の更なる領域は、以下の詳しい説明から明らかになる。詳細な説明および特定の実施例は、本発明の好ましい態様を示しているが、説明のためだけを意図し、本発明の範囲を制限することを意図しない、ことを理解すべきである。

#### 【発明を実施するための形態】

10

#### 【0009】

好ましい態様の以下の記載は、本質的に単なる説明であり、本発明、その用途および使用に限定することを意図しない。

#### 【0010】

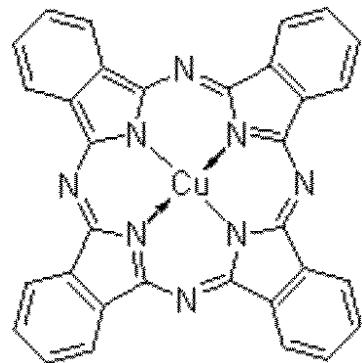
発明はしたがって、第1の実施の形態では、水の存在中でのブラッシング時に崩壊する、口腔的に許容可能な非水溶性フィルム(フィルム1)を提供するものであって、ポリマーマーマトリックス、その内部に組み入れられた放出可能な材料および可塑剤を含有し、ポリマーマーマトリックスは、少なくとも 50% のポリ(ビニルアルコール)と 50% 以下の水溶性セルロースエーテルを含有するフィルムを提供し、

たとえば、

20

1.1 放出可能な材料は、たとえば、機械的動作、たとえば、ブラッシングによるフィルムの崩壊時に放出される顔料または顔料の組み合わせであり、顔料または顔料の組み合わせは 1 以上の赤色顔料、たとえば、D & C レッド( Red ) 30、緑色顔料、たとえば、ピグメント・グリーン( Pigment Green ) 7、黄色顔料、たとえば、(ナットピュア( Nut pure ) LC128 イエロー( Yellow )、センシエント( Sensitive ) 社から)、青色顔料、たとえば、フタロシアニン、たとえば、ピグメント・ブルー( Pigment Blue ) 15 :

#### 【化1】



30

から選択されるフィルム1を提供し、

40

1.2 水溶性セルロースエーテルは、ヒドロキシアルキセルロース、たとえば、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、カルボキシメチルセルロースおよびその混合物から選択されるフィルム1または1.1を提供する。フィルムのある実施の形態では、水溶性セルロースエーテルはヒドロキシプロピルメチルセルロースである。

1.3 ポリ(ビニルアルコール)は構造  $(-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})-)_n$  を含有し、ここで  $n$  はたとえば、500 ~ 2500、たとえば、1000 ~ 2000、たとえば、約 1400 の整数であり、たとえば、20 ~ 120 kD、たとえば、35 ~ 100 kD または 50 ~ 70 kD、たとえば、約 61 kD の重量平均分子量(Mw)を有し、たとえば、モイオール(Mowiol)(登録商標) 10-98 (PVA 10-98) を含有する前

50

述のフィルムのいずれかを提供し、

1.4 前述のフィルムの別の実施の形態では、ポリ(ビニルアルコール)は上の1.3に記載される性質を有し、また少なくとも50%、たとえば、85~99%の加水分解度を有し、たとえば、PVA 5-88(Mw=約37kD、加水分解度88%)またはPVA 10-98(Mw=約61kD、加水分解度98%)を有する。

1.5 水溶性セルロースエーテルはヒドロキシプロピルメチルセルロース(HPMC)、たとえば、たとえば、ウツベローデ(Ubbeleohde)粘度計で測定して、20の水中で2%濃度で2~20mPa<sup>\*</sup>s(cP)、たとえば、4~6mPa<sup>\*</sup>秒の粘度を有する低粘度HPMC、たとえば、HPMC E5(メトセル(Methocel)(登録商標)E5)である前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.6 可塑剤は、たとえば、フィルムに可塑性を提供するのに効果的な量の、たとえば、フィルムの乾燥重量で約10~30%、たとえば、15~25%のポリアルコール、たとえば、ソルビトール、プロピレングリコール、グリセロール、低分子量ポリエチレングリコール、たとえば、PEG 200、またはその混合物である前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.7 可塑剤がプロピレングリコールである前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.8 非イオン性界面活性剤または乳化剤、たとえば、ポリソルベート、たとえば、ポリソルベート80(ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノオレエートとしても公知で、たとえば、トイーン(Tween)(登録商標)80として市販入手可能)を、フィルムの乾燥重量で約1~5%の量で含有する前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.9 フィルムは、顔料を含有するパウダーコーティングでコーティングされ、たとえば、パウダーコーティングはたとえば、二酸化チタンまたはCa<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>粒子を有する白色パウダー顔料を含有し、またはパウダーコーティングはたとえば、赤色酸化鉄またはD&Cレッド30粒子を有する赤色パウダー顔料を含有する前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.10 放出可能な材料は非水溶性材料、たとえば、トリクロサンおよび酸化亜鉛から選択される非水溶性抗菌剤を含有する前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.11 フィルムは水の存在中で、30秒以上で180秒以下のブラッシング時間後に実質的に崩壊する前述のフィルムのいずれかを提供し、別の実施の形態では、フィルムは約45秒~約150秒、約30秒~約75秒、約45秒~約60秒、および約90秒~約120秒からなる群から選択される範囲で実質的に崩壊する。フィルムはまた、上記期間ブラッシングしなければ崩壊しないことを特徴とする。

1.12 ポリマーマトリックスは少なくとも75%、たとえば、少なくとも90%のポリ(ビニルアルコール)、および25%以下、たとえば、10%以下の水溶性セルロースエーテルを含有する前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.13 ポリマーマトリックスは50%~100%、たとえば、75%~90%のポリ(ビニルアルコール)、および1~50%、たとえば、10%~25%の水溶性セルロースエーテルを含有する前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.14 フィルムの平均厚さは1~3 milである前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.15

10

20

30

40

【表1】

成分	例示的構成成分	乾燥フィルムの重量パーセント
水溶性セルロースエーテル（ポリマーマトリックス）	たとえば、ヒドロキシプロピルメチルセルロース（HPMC）	1～10%、たとえば、約3～7%
ポリ（ビニルアルコール）（ポリマーマトリックス）	たとえば、ポリ（ビニルアルコール）たとえば、重量平均MW（Mw）50～70-kD	30～60%、たとえば、約40～50%
放出可能な材料	たとえば、顔料、たとえば、ピグメント・ブルー15	20～60%、たとえば、約35～45%
可塑剤	たとえば、プロピレングリコール	10～30%、たとえば、約15～20%
界面活性剤	たとえば、ポリソルベート80	1～5%、たとえば、2～3%

10

20

を含有する前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.16 前述の実施の形態で示されるような構成成分の水性スラリー、たとえば、ポリビニルアルコール、水溶性セルロースエーテル、放出可能な材料、可塑剤および任意の界面活性剤の水性スラリーを形成し、スラリーを乾燥してフィルムを形成することによって調製された前述のフィルムのいずれかを提供し、

1.17 「水溶性」とは、フィルムを覆う十分な水中に、フィルムを室温で少なくとも24時間置いた場合に、フィルムが溶解しないことを意味する前述のフィルムのいずれかを提供する。

#### 【0011】

30

発明はさらに、たとえば、1～10mm、たとえば、2～4mmの直径のフィルム1（以下参照）のいずれかの粒子、たとえば、方形、星型、フレークまたはフラグメントを含有するオーラル・ケア製品、たとえば、歯磨き剤、たとえば、歯磨きペースト、たとえば、透明なジェルの歯磨きペーストを提供し、ここで、口腔に塗布しブラッシングすると、少なくとも30秒で約180秒以下、たとえば、子供用途用の歯磨きペーストでは約45～60秒、大人用途用の歯磨きペーストでは約90～120秒後にフィルムは崩壊し、放出可能な材料を出し、たとえば、放出可能な材料は顔料であり、この顔料の放出が使用者への適度なブラッシングの色での合図を提供する。動物やペットに使用する場合には、獣医用ペーストまたはチュアブルを歯磨き剤の代わりに使用してもよい。

#### 【0012】

40

たとえば、ある実施の形態では、歯磨きペーストは透明なジェルであり、ジェル内でフィルムは透明に見える。フィルム粒子はたとえば、一辺2～4mmの小さい方形であってもよい。これらは全て一色でも多色でもよく、色はフィルム内のいずれかの顔料によって、および／または存在するならパウダーコーティングによって与えられ、フィルムは高濃度の顔料を含有してもよい。ブラッシング時間、たとえば、少なくとも30秒後に、フィルムは破壊され透明なジェルの歯磨きペーストは即座に顔料によって着色し、適当な時間ブラッシングを行ったことを使用者に知らせる。

#### 【0013】

発明はさらに、たとえば、前出の段落で記載されるような口腔的に許容可能なフィルムを含有する歯磨きペーストを用いて、ブラッシングすることを包含する歯の洗浄方法であ

50

って、たとえば、フィルムはフィルム 1 のいずれか（以下参照）であり、たとえば、  
a . 口腔的に許容可能なフィルムはそのフィルムマトリックス内に顔料を含有し、ブラッシングは、フィルムが崩壊し、顔料が使用者に適度なブラッシングであるとの色での合図を提供するまで続けられる方法、たとえば、

b . フィルムが崩壊するまでのブラッシング時間は 30 ~ 180 秒、たとえば、子供用用途の歯磨きペーストでは約 45 ~ 60 秒、大人用途用の歯磨きペーストでは約 90 ~ 120 秒である場合の前述の方法を提供する。

#### 【 0014 】

発明はさらに、フィルム 1 （以下参照）について、前述の実施の形態に示されるような構成成分の水性スラリーを形成し、たとえば、ポリ（ビニルアルコール）、水溶性セルロースエーテル、放出可能な材料、可塑剤および任意の界面活性剤の水性スラリーを形成し、スラリーを乾燥してフィルムを形成することを包含するフィルム 1 のいずれか（以下参照）を製造する方法を提供する。 10

#### 【 0015 】

口腔的に許容可能な：発明の組成物は口の中での局所的使用を意図しており、したがつて本発明の用途用成分は、所定の量および濃度で口腔的に許容可能で即ち、口の中での局所的使用にとって安全であるべきである。

#### 【 0016 】

本明細書中に用いられる範囲は、範囲の中の各値およびすべての値を記載することの短縮形として用いられる。範囲の中のいかなる値も、範囲の終点として選ばれることができる。また、この中のすべての引用文献は、参考として全体が本明細書に導入される。 20  
本明細書の定義と引用文献のそれとが矛盾する場合は、本明細書の記載が優先する。

#### 【 0017 】

特に明記しない限り、本明細書のいずれかの場所でまたは本明細書に記載される % および量は、重量パーセントに関するものと理解されなければならない。与えられる量は、材料の実際の重さに基づく。

#### 【 0018 】

本発明の態様は、以下の実施例でさらに記載される。実施例は単に説明であり、記載および請求項の発明の範囲をどのような方法であれ減縮するものではない。

#### 【 実施例 】

#### 【 0019 】

（実施例 1 フィルム製剤）

#### 【 0020 】

フィルムを、以下の表 1 のように様々な割合のポリ（ビニルアルコール）（ P V A ）およびヒドロキシプロピルメチルセルロース（ H P M C ）を用いて調製する。

#### 【 表 2 】

表 1

P V A / H P M C 比	溶解時間
15/0	溶解なし (>24 時間)
7.5/7.5	溶解なし (>24 時間)
5.5/9.5	420 秒

#### 【 0021 】

上の表からわかるように、 P V A 10 - 98 の使用は予想外の製剤を提供し、得られたフィルムは水に 24 時間暴露した後でも溶解しない。 H P M C タイプのシステムでは、水中に配置した 1 × 1 インチの材料見本はゆっくりと膨張し、長時間かけてカラーペイロードを放出する。 H P M C システムからの放出はポリマーの親水性とともにフィルムの厚さによって左右される。

#### 【 0022 】

10

20

30

40

50

マトリックス内に主に P V A を含有するフィルムを、 H P M C を高濃度で有するフィルムと比較し、以下の表 2 に示す（量はフィルムを形成するための乾燥前のスラリーでの構成成分のパーセントとして与えられる）。

【表 3】

表 2

構成成分	摩耗性（不溶性）	水溶性
H P M C E 5	2	10
P V A 1 0 - 9 8	13	5
ピグメント・ブルー 1 5	15	15
プロピレングリコール	7	7
ポリソルベート 8 0	1	1
水（蒸発前）	バランス	バランス

## 【0023】

生体外ブラッシング実験では、少なくとも 5 0 % の P V A を含有するフィルム製剤は膨張や溶解しないが、使用時の研磨からフィルム製剤は壊れ、これによってカラーペイロードを放出することが分かる。このテストでの研磨は、歯ブラシヘッドが歯磨きペーストと水の存在中のブラッシングの動作を用いて、機械的に動かされることで、歯ブラシヘッドを介して与えられる。

## 【0024】

当業者に自明であるように、多くの変化および変更は発明の精神から逸脱することなくここで記載される実施の形態をなすことができる。このようなすべてのバリエーションは添付の請求の範囲の範囲内にあることを意図する。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

A 6 1 K 8/02 (2006.01)

A 6 1 K 8/02

A 6 1 Q 11/00 (2006.01)

A 6 1 Q 11/00

(72)発明者 ニータ・アトウール・パテル

アメリカ合衆国 0 8 8 5 2 ニュージャージー州、モンマス・ジャンクション、チェサピーク・ロード 33 番

(72)発明者 スザンヌ・ジョグン

アメリカ合衆国 0 8 8 2 2 ニュージャージー州ウェイン、ビーチ・テラス 258 番

審査官 片山 真紀

(56)参考文献 国際公開第 2 0 1 3 / 1 0 8 3 8 4 (WO, A 1)

国際公開第 2 0 0 5 / 1 2 3 0 2 3 (WO, A 1)

米国特許出願公開第 2 0 0 5 / 0 1 2 3 0 2 3 (U S, A 1)

特表 2 0 1 0 - 5 2 0 2 8 7 (J P, A)

特開 2 0 0 5 - 2 8 9 9 1 8 (J P, A)

国際公開第 2 0 1 2 / 0 5 8 5 4 5 (WO, A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A 6 1 K 8 / 0 0 - 8 / 9 9

A 6 1 Q 1 / 0 0 - 9 0 / 0 0