



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 136174

(51) Int. Cl.² A 61 K 7/16

(21) Patentsøknad nr. 4092/71
(22) Inngitt 05.11.71
(23) Løpedag 05.11.71

(41) Alment tilgjengelig fra 09.05.72
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 25.04.77
(30) Prioritet begjært 06.11.70, Storbritannia, nr. 52909/70

(54) Oppfinnelsens benevnelse Anvendelse av polyetylenglykol i tannpasta inneholdende natriummonofluorfosfat.

(71)(73) Søker/Patenthaver UNILEVER N.V.,
Museumpark 1,
Rotterdam,
Nederland.

(72) Oppfinner JOHN WALTER CLIPPINGDALE, Harrogate, Yorkshire,
CHARLES ANDREW WATSON, Ruislip, Middlesex,
England.

(74) Fullmektig Cand. mag. Johan H. Gørbitz,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk patent nr. 115490
BRD utl. skrift nr. 1300631
R.G. Harry, Cosmetic Materials (London 1963),
side 352-353.
Fritz Gstyrner, Arzneibereitung (Stuttgart 1960)
side 718-719.

Denne oppfinnelse vedrører anvendelse av polyetylenglykol i tannpastaer som inneholder natrium-monofluorfosfat (SMFP).

Ved vårt arbeide ved sammensetning av tannpastaer som inneholder SMFP har vi i visse tilfeller støtt på et problem ved sammensetning av et stabilt produkt. Vi har således funnet at innblandingen av SMFP kan forårsake at tannpastaer fremviser den mangel som er kjent som synerese (dvs. fraskilling av væske). Vi bemerket spesielt at syneresen var markert når det ble innblandet relativt store mengder med SMFP i tannpastaer inneholdende glycerol som fuktighetsbevarer. I motsetning til dette fremviste ikke tannpastaer inneholdende sorbitol eller blandinger inneholdende en hovedmengde med sorbitol og en mindre mengde med glycerol, som fuktighetsbevarer, sammen med SMFP, noen synerese.

Vi har oppdaget at for tannpastaer inneholdende omkring 60% eller mer med glycerol i den flytende fase, kan denne synerese bli hindret ved innføring av en passende mengde med polyetylenglykol. Uttrykket "flytende fase" er ment å referere til blandingen av fuktighetsbevarer og vann. Selv om flere av de vanlige tannpastabestanddelene vil være oppløselige i denne fase, så er vekten av disse ikke tatt i betraktning ved bestemmelse av om en tannpasta inneholder omkring 60% eller mer med glycerol i den flytende fase, eller ikke.

I samsvar med foreliggende oppfinnelse anvendes polyetylenglykol med en gjennomsnittlig molekylvekt fra 800 til 2000 for å hindre synerese i en tannpasta inneholdende 1,5-3,0 vektprosent natriummonofluorfosfat og en flytende fase inneholdende minst 60 vektprosent glycerol.

En foretrukken mengde med polyetylenglykol i tannpastaer inneholdende 2% SMFP, omkring 55% poleringsmiddel og omkring 60 vekt% av den flytende fase, med glycerol, er fra omkring 0,2% til omkring 5%, mer foretrukket omkring 1,5 til 2,5%, og mest foretrukket 2 vekt% av tannpastaen.

136174

2

Det er foretrukket at vektforholdet mellom glycerol og vann i den flytende fase i tannpastaen, er fra omkring 25:14 til omkring 30:9, det vil si at den flytende fase fortrinnsvis inneholder fra omkring 60 til 80 vekt% glycerol. Den samlede mengde av den flytende fase i tannpastaen vil fortrinnsvis være fra omkring 40 til 55 vekt% av pastaen. Med henblikk på de forhold og prosenter som er angitt ovenfor, vil mengden med vann i tannpastaen fortrinnsvis være fra omkring 8 til omkring 22 vekt% av preparatet, fortrinnsvis omkring 8 til omkring 14 vekt%.

Selv om vi foretrekker at molekylvekten til polyetylenglykolen er omkring 1.500, kan det anvendes polyetylenglykoler som har gjennomsnittlige molekylvekter på 800 til 2.000.

Anvendelse av polyetylenglykol i salver er foreslått, og anvendelse av lavmolekylær (400) polyetylenglykol som fuktemiddel i tannpasta er beskrevet i norsk patent 115.490. I tysk utlegnings-skrift 1.300.631 er det også foreslått at mengder på opptil 7,6% natriummonofluorfosfat kan innføres i en tannpasta, men vi kjenner ikke til at det i praksis er anvendt større mengder enn ca. 1,5%.

Problemet som løses ved anvendelse av høymolekylær polyetylenglykol i henhold til foreliggende oppfinnelse, forekommer bare i samband med tannpastaer som inneholder den angitte mengde natriummonofluorfosfat og en stor mengde glycerol (60% eller mer) i den vanlige fase. Synerese (utskilling av væske) finner antageligvis sted i slike systemer på grunn av konkurransen mellom de to komponenter om den begrensede mengde vann som er tilgjengelig i tannpastaen.

Det problem det her er tale om, løses bare ved anvendelse av de valgte polyetylenglykoler. Lavmolekylær (400) polyetylenglykol som ofte foreslås anvendt som fuktemiddel istedenfor eller i tillegg til glycerol eller sorbitol, har ingen innvirkning på synerese.

Tannpastaen kan ytterligere omfatte de konvensjonelle bestanddeler som er ønskelig for å lage et tiltrekkende produkt, f.eks. søtningsmidler, lukt- og smak-midler, såper og syntetiske vaskemidler, hvitgjørere, farge-materialer, bakteriedrepende midler og konserveringsmidler. Disse kan være tilstede i samlede mengder på opp til omkring 15 vekt% av tannpastaen.

Eksempler på egnede poleringsmidler er α -aluminiumoksydtrihydrat, silisiumoksyd, uoppløselig natriummetafosfat, dikalsiumfosfat, og blandinger derav, hvilke fortrinnsvis er tilstede i mengder

136174

på fra omkring 25 til 60 vekt%. Eksempler på egnede bindemidler, er natrium-karboksymetylcellulose og natriumcarraghenat.

Undersøkelsen beskrevet i det følgende eksempel, belyser den reduksjon som oppnås i omfanget av syneresen som fremvises av en tannpasta inneholdende en polyetylenglykol i samsvar med oppfinnelsen, sammenlignet med en liknende tannpasta hvori polyetylenglykolen ikke er tilstede.

EKSEMPEL 1

Det ble laget to tannpastaer med sammensetningene A og B.

	<u>Sammensetning A</u>	<u>Sammensetning B</u>
	<u>Vekt%</u>	
α -aluminiumoksyd-trihydrat	55,00	55,00
Glycerol	27,00	27,00
Natrium-karboksymetylcellulose	0,75	0,75
Natrium-monofluorfosfat (90%)	2,00	2,00
Natriumlaurylsulfat	1,50	1,50
Polyetylenglykol (m.v. 1500)	2,00	-
Lukt- og smaksstoff	1,00	1,00
Vann	inntil 100,00	inntil 100,00

Flere tuber av hver sammensetning ble laget over forskjellige tidsperioder ved forskjellige temperaturer. Ved utløpet av den tilmålte lagringsperiode, ble pastaen i hver tube undersøkt med hensyn til synerese, og subjektivt gitt poeng fra 1 til 12. Ett poeng angir mest synerese og 12 poeng minst synerese.

Etter 6 måneder ved 37°C, fremviste tuber inneholdende pasta A bare svært lett synerese og ble tildelt 11 poeng, mens tuber inneholdende pasta B viste en markert synerese gjennom hele pastaen, og ble tildelt 1 poeng.

Lignende resultater ble oppnådd når pastaene ble lagret ved 50°C i 6 måneder.

I det følgende er gitt et eksempel på en typisk fremgangsmåte for fremstilling av en tannpasta i henhold til oppfinnelsen.

EKSEMPEL 2

Den generelle fremgangsmåte for å fremstille en tannpasta i samsvar med sammensetningen i eksempel 1, er å blande de forskjel-

136174

lige bestanddeler med deres anførte vektprosjenter i en blander. Hovedmengden av glycerol og vann (qv) blir anbragt i en skål i en "Unimix" RUV1/60-blander, fremstilt av Haagen og Rinau, Bremen, Tyskland. Valgfrie vannoppløselige eller vann-dispergerbare komponenter, slik som titandioksyd, blir satt til det vandige glycerol i dette trinn. Polyetylenglykolen blir så tilsatt, enten som den er eller som en 50% oppløsning i noe av vannet som ble holdt tilbake til å begynne med, og natrium-monofluorfosfatet blir også tilsatt på denne måte som en 30% oppløsning. α -aluminiumoksyd-trihydratet og natriumkarboksymetylcellulosen blir blandet sammen og tilsatt bestanddelene i skålen. Innholdet i skålen blir så blandet inntil homogenitet. Deretter blir natriumlaurylsulfatet tilsatt som en dispersjon i resten av glycerolen, etterfulgt av lukt- og smak-midlet, og det blir utført ytterligere blanding. Tannpastaen blir så pakket i ulakkerte aluminium-tuber på konvensjonell måte.

P A T E N T K R A V

Anvendelse av polyetylenglykol med en gjennomsnittlig molekylvekt fra 800 til 2000 for å hindre synerese i en tannpasta inneholdende 1,5-3,0 vektprosent natriummonofluorofosfat og en flytende fase inneholdende minst 60 vektprosent glycerol.