

公告本

408019

申請日期	84. 10. 26.
案 號	84111273
類 別	A61K 3/6

(87年2月修正本)

84. 10. 26 日	修正	A4 C4
補充		

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

408019

煩請委員明示，本說明書是否變更實質內容

裝

訂

線

一、發明 名稱	中 文	粒 狀 組 合 物
	英 文	GRANULAR COMPOSITIONS
二、發明 人	姓 名	彼得·威廉·史坦尼爾
	國 籍	英國
	住、居所	英國契斯雪兒郡珊伯奇市艾沃斯區葛吉道66號
三、申請人	姓 名 (名稱)	英商克洛斯菲德有限公司
	國 籍	英國
	住、居所 (事務所)	英國華林頓省銀行碼頭市
	代 表 人 姓 名	洛尼·維兒斯·塔泰

公告本

408019

申請日期	84. 10. 26.
案 號	84111273
類 別	A61K 3/6

(87年2月修正本)

84. 10. 26 日	修正	A4 C4
補充		

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

408019

煩請委員明示，本說明書是否變更實質內容

裝

訂

線

一、發明 名稱	中 文	粒 狀 組 合 物
	英 文	GRANULAR COMPOSITIONS
二、發明 創作人	姓 名	彼得·威廉·史坦尼爾
	國 籍	英國
	住、居所	英國契斯雪兒郡珊伯奇市艾沃斯區葛吉道66號
三、申請人	姓 名 (名稱)	英商克洛斯菲德有限公司
	國 籍	英國
	住、居所 (事務所)	英國華林頓省銀行碼頭市
	代 表 人 姓 名	洛尼·維兒斯·塔泰

408019

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6

B6

本案已向：

歐洲 國(地區) 申請專利，申請日期：1994.09.21 案號：94306904.7 ☐有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 (1)

發明範疇

本發明係關於粒狀組合物，其在牙膏組合物中提供有用之感官可感知之效益。

發明背景

使用水當作氧化矽顆粒之粘合劑曾揭示於GB1,365,516中，且已知水當作尺寸增大之共同粘合劑(粉末技術手冊-第一冊-粒徑增大-第41頁，表2.3-Elsevier)。

含粒狀組合物之牙膏配方，其中包含水不可溶物質及水不可溶粘合劑，已揭示於EP-B-269,966中。此粒狀組合物可包含官能克服物質，如藥劑、酶及拋光劑。此文獻所克服之問題在於：於先前技藝之含大量水的配方(如牙膏)中，不可能以水可溶之粘合劑結合粒狀組合物中之顆粒的問題，此問題之理由在於：水可溶之粘合劑會溶於配方之水性成份中，而減弱此粒狀組合物、使其無法感知口中粗的顆粒。

添加鋅鹽於牙膏組合物中當作抗牙斑劑已揭示於GB 1,373,001中。

曾發現只含低至中等結構性之水不可溶顆粒之粒狀組合物，特別是具有低油吸收容量而有利於在牙科配方中作為磨擦和拋光劑者，與水結合且乾燥後太弱以致於無法在牙膏製造中之一般加工中保持，因此無法在接續之牙齒清潔程序中感知。

另外，含高結構性水可溶顆粒(即具有高油吸附容量)之粒狀組合物，例如氧化矽，在牙膏配方中當作增稠劑係有

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

檢

五、發明說明(2)

利的，但此組合物被認為具有太多之強度，產生令人無法接受程度之口感。

為克服此問題曾發現足夠強度之粒狀組合物可在粘合程序前，經由混合高結構性水不可溶顆粒與低至中結構性者製備。出乎意料外的是添加粉末狀治療劑，例如檸檬酸鋅、不透明劑（例如二氧化鈦）及有色顏料，曾顯示對粒狀組合物之性質不具有明顯之損害作用。

標準步驟

本發明之粒狀組合物係藉由用於製成凝聚物之水不可溶顆粒之性質及組織及其粒徑分佈與強度予以定義。

i) 油吸附

油吸附係藉由ASTM刮磨法（美國學會之試驗材料標準D, 281）測定。

此試驗係基於以下原理：令亞麻仔油與水不可溶顆粒混合，藉由以刮勺在平滑表面磨擦，直到形成似玻璃粉之糊為止（其以刮勺切割時不會破裂或分離）。使用之油體積轉化成重量，且以油之克數/100克水不可溶顆粒表示。

ii) 重量平均粒徑

凝聚前水不可溶顆粒之平均粒徑係使用由Malvern Instruments公司（Malvern, Worcestershire）製造之具有MS 15樣品表現單元之X型Malvern Mastersizer測定。此儀器使用利用低功率He/Ne雷射之掃描原理。水不可溶顆粒以超音波分散於水中5分鐘，形成水性懸浮

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

五、發明說明 (3)

液，接著於進行儀器(偵測器系統中利用45 mm透鏡)操作說明書所列之測量步驟前，以機械攪拌。

Malvern Particle Sizer測量水不可溶顆粒之重量平均粒徑。重量平均粒徑(d_{50})或百分之50、百分之10 (d_{10})及百分之90 (d_{90})可由此儀器產生之數據輕易的得到。

iii) 粒狀組合物之強度

粒狀組合物之重量平均粒徑係使用相同之Malvern儀器及上述之一般方法測量，但具有下列之差異：

- a)顆粒係以偵測系統中300 mm透鏡測量。
- b)顆粒之起始粒徑分佈非使用超音波分散(0超音波)得到，即僅以機械攪拌分散樣品。
- c)顆粒係使用超音波分散二分鐘，靜置50分，接著進行一般之測量步驟(50超音波)。
- d)顆粒係使用超音波分散二分鐘，靜置100分，接著進行一般之測量步驟(100超音波)。

d_{10} ， d_{50} 及 d_{90} 再自儀器產生之粒徑分佈內插，且暴露於超音波後所得之值愈高，粒狀組合物愈強。

iv) 篩析之粒徑分佈

粒狀組合物之粒徑分佈更精確之測量係使用篩析完成。

100 g之樣品置於45至600微米間之約50微米間隙下之一系列BS篩網之頂部篩網上。塔中篩網係依底部細且頂部粗之次序排列。篩網置於機械振動機(例如，由

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

後

五、發明說明 (4)

Pascall 工程股份有限公司製造之 Inclyno Mechanical Sieve Shaker) 中，以蓋子覆蓋，且搖動 10 分鐘。

精確的稱重各篩網之分率，且以下式計算結果：

$$\% \text{ 殘留物} = \frac{\text{殘留物之重} \times 100}{\text{樣品之重}}$$

粒徑分佈再由此數據畫圖。

發明之一般敘述

本發明之第一目的係提供一種包含 45 至 98% w/w 水不可溶顆粒之粒狀組合物，其中 10 至 75% 之水不可溶顆粒係由重量平均粒徑低於 20 微米，且油吸收容量為 60 至 180 g/100g 之水不可溶顆粒物質製成，此物質選自包含無定型氧化矽、氧化鋁、碳酸鈣、磷酸二鈣、三鹼式磷酸鈣、不可溶之偏磷酸鈣、焦磷酸鈣、羥基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸鎂以及浮石，而 10 至 75% 之水不可溶顆粒由重量平均粒徑低於 20 微米且油吸收容量為 200 至 350 g/100g 之水不可溶顆粒物質製成，該物質選自包含無定型氧化矽、低密度氧化鋁以及膨脹珍珠岩；此粒狀組合物篩析之粒徑為 95% 低於 600 微米、且 95% 高於 40 微米。

此粒狀組合物實質上不含有機或無機結合劑。

粒狀組合物之粒徑分佈以篩析測量應為 95% 之顆粒低於 400 微米，且 95% 之顆粒高於 100 微米較好，150 微米更佳。

由於凝聚物多孔隙之性質，其當作提供化粧品效益物質（如著色顏料、香料、香精或其他之化粧品物質）之傳送

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

檢

五、發明說明 (5)

載劑係可能的。此凝聚劑亦可含其他之化粧品及/或治療牙齒及/或口服活性劑，且使其在口中釋出。此物質之內含物對牙齦或牙齒或口腔上具有治療或保養之作用，此等凝聚物粉碎或瓦解時提供進一步的效益，治療/保養劑慢慢釋出，因此在一段長時間內傳送治療劑於口內。此治療劑之適當實例為鋅鹽（如檸檬酸鋅）、抗微生物劑（如 Triclosan）、抗蛀齒劑（如氟化鈉及單氟磷酸鈉）、抗牙斑劑（如焦磷酸錫）等。

就此而論，出乎意料之外的發現凝聚物中包含檸檬酸鋅（其量最高達凝聚物之 15 wt%，較好最高達 12 wt%）明顯的降低了收斂性，其係由經訓練之參加者針對具此種凝聚物之牙膏作感覺性試驗所感知者。

添加 TiO_2 （在濃度為 1 至 5% w/w 下當作不透明劑，一般係在水不可溶顆粒之用量中扣除）可確保顆粒具有白色之外觀，且因此可在著色牙膏之配方中顯現。

若需要有色之顆粒，則可添加食品級著色顏料（例如 Cosmenyl 商標名之顏料分散液，或 Hostaperm 商品名之顏料粉或由 Hoechst 供給之 Cosmetic Pink RC 01, D&C Red No 30）於顆粒之組合物中，而不影響顆粒之強度。

若二氧化鈦及治療劑自含磨擦劑及增稠氧化矽之粒狀組合物中去除，則在透明凝膠配方中可見到粗的顆粒。

再者，凝聚物強度可藉由改變水不可溶顆粒之結構而在廣泛範圍內變化，即低結構性之水不可溶顆粒使強度降低，而高結構性之水不可溶顆粒則增加凝聚物之強度。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (6)

使用在牙膏配方中認可之水不可溶顆粒，如當作低/中結構性組份之牙膏磨擦氧化矽[例如 Sorbosil AC77 (由 Crosfield Limited(英國)製造)]為額外之利益，因為此氧化矽對配方可提供額外之清潔作用，且與配方具有良好之相容性。事實上，組成粒狀組合物之特佳水不可溶顆粒為合成，無定型增稠劑[例如，Sorbosil TC15 (由英國之 Crosfield Limited製造)]與磨擦性氧化矽之混合物。

凝聚物應不溶於加於牙膏組合物中之介質中。就此而論，"不可溶"意指在常溫下具有不足之溶解度，其中凝聚物在組合物中為不溶或實質上不溶，因此在組合物使用之條件下之脆弱性及因此執行清潔/拋光功能之能力沒有破壞性的影響。凝聚物之不溶解性程度延伸至使用組合物之口腔環境中之不溶解度較佳，由於含有唾液且在牙刷使用下經常加水，因此經常較例如牙膏含較高量之水。

當顆粒加於牙膏組合物中時，在相對短之時間內於牙刷產生之剪切力下破裂係重要的，因此消除使用者經歷之砂礫感。

此意指此凝聚物應具有在適當之刷拭產生之剪切及/或擠壓力之範圍中瓦解之顆粒強度，因為在時間內於特殊位置處產生之相當可變之力可使至少部份凝聚物長時間保存完整，使所執行之清潔功能達到令人滿意之程度。

調整凝聚物之破裂時間亦為可能，如對於組合物刷拭之給定時間內，經由控制凝聚物之平均擠壓強度控制接觸時間，例如藉由選擇粒狀物質特殊型式之來源及/或製造程

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

備

五、發明說明 (7)

序中凝聚之方式。

當凝聚物在剪切及/或擠壓力之作用下破裂時，所得之平均粒徑(直徑)一般均低於約40微米。此種降低之粒徑一般將防止口中之任何砂礫感，且賦與拋光牙齒之感。

本發明之另一目的係提供一種製造粒狀組合物之方法，其中10至75重量份之水不可溶顆粒物質(重量平均粒徑低於20微米，且油吸收容量為60至180 g/100g，且選自包含無定型氧化矽、氧化鋁、碳酸鈣、磷酸二鈣、三鹼式磷酸鈣、不溶之偏磷酸鈉、焦磷酸鈣、羥基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸鎂、浮石)與10至75重量份之水不可溶顆粒物質(平均粒徑低於20微米，油吸收容量為200至350 g/100g，選自包含無定型氧化矽，低密度氧化鋁及膨脹之珍珠岩)混合，接著與水凝聚，所得之產物再予以烘乾。

水不可溶顆粒粉末為高及低至中等結構性之無定型氧化矽顆粒，且在凝聚前以治療劑與其混合為佳。若需要不透明之顆粒，則於粉末混合物中添加 TiO_2 。若需要有色之顆粒，可添加適用之食品級著色顏料分散液。

凝聚後藉由使產物烘乾，得到可在牙膏組合物具安定性之粒狀組合物。

凝聚可藉由例如造粒、押出、噴霧造粒或旋轉盤造粒達成。

當水：固體(即水不可溶顆粒與視情況加入之 TiO_2 /治療劑等之摻和物)比率在1.1-1.35：1之間時，凝聚作用在盤狀造粒機中操作較佳。此比率對達到正確強度之凝聚物係

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(8)

重要的，因為低於此物質仍為粉末，但高於此則形成膏狀。

接著烘乾凝聚物。此乾燥可依許多方式達成，例如在烘箱中或在流化床中乾燥。此烘乾階段之過程中，凝聚物中建立所需之強度。

亦曾發現凝聚可藉由使粉末混合物塞緊達成，且在此程序中不需要烘乾階段。

因此本發明之另一目的係提供一種粒狀組合物之製法，其中10至75重量份之水不可溶顆粒物質(重量平均粒徑低於20微米，且油吸收容量為60至180 g/100g，且選自包含無定型氧化矽、氧化鋁、碳酸鈣、磷酸二鈣、三鹼式磷酸鈣、不溶之偏磷酸鈉、焦磷酸鈣、羥基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸鎂以及浮石)與10至75重量份之水可溶顆粒物質(重量平均粒徑低於20微米，油吸收容量為200至350 g/100g，選自包含無定型氧化矽、低密度氧化鋁以及膨脹之珍珠岩)混合，所得之摻合物再藉緊壓凝聚。

對於牙膏中之添加，事實上所有之顆粒均低於600 μ m，較好低於400 μ m係重要的，因為砂礫狀之顆粒給予不舒適之口感性質。

一次或多次篩濾步驟則係需要的，以確保無過大尺寸的物質，且亦提供例如150微米之底限。

發明之特別敘述

本發明將依下列實例進一步說明。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(9)

比較例 1

高結構性氧化矽 [Sorbosil TC15 (由英國 Crosfield Limited 製得)] 及中等結構性氧化矽 [Sorbosil AC77 (購自英國 Crosfield Limited)] 使用由 Metcalfe Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales 供應之 Sirman CV6 混合機與去離子水(水：固體比率為 1.33 : 1) 在 200 克粉末批式大小之實驗室規模下分別凝聚。

所得之濕凝聚物再於 150℃ 下烘箱中乾燥 4 小時，通常強制通過 420 微米篩網，且在 150 微米下過篩以調整粒徑分佈。

此氧化矽具有下列性質：

性質	SORBOSIL TC15 (*)	SORBOSIL AC77(*)
吸油性 (g/100g)	315	120
重量平均 粒徑(微米)	5.6	2.7
d_{10}	12.9	8.1
d_{50}	29.3	17.8
d_{90}	260	120
表面積 ($m^2 g^{-1}$)		

(*)-購自英國之 Crosfield Limited 公司

凝聚後之粒狀氧化矽具有下列性質：

	超音波	d10	d50	d90
Sorbosil TC15	0	268	415	549
	50	249	410	553
	100	70	265	469
Sorbosil AC77	0	16	187	346
	50	3.2	10	37.4
	100	2.9	8.5	21.2

五、發明說明 (10)

高結構性之氧化矽 TC15 (購自英國 Crosfield Limited) 形成太強且在牙膏組合物中無法以刷拭在所需時間內破壞之凝聚物，但中 / 低結構性之氧化矽 AC77 (購自英國 Crosfield Limited) 製成太弱而無法賦與牙膏製造中普通加工之凝聚物。

實例 1

比較例 1 中使用之氧化矽依下表與二氧化鈦摻合一起，其中包含單獨氧化矽與 TiO_2 之摻合：

	組合物 1 重量份	組合物 2 重量份	組合物 3 重量份	組合物 4 重量份	組合物 5 重量份
SORBOSIL TC15 (*)	97.0	72.75	48.5	24.25	0
SORBOSIL AC77 (*)	0	24.25	48.5	72.75	97.0
TiO_2	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0

(*)購自英國之 Joseph Crosfield & Sons.

添加去離子水於粉末混合物中，使水：固體比率為 1.33 至 1，且所得之 200 克摻和物使用由 Metcalfe Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales 提供之實驗室規模之 Sirman CV6 混合機凝聚。

所得之凝聚物再於烘箱中， 150°C 下乾燥 4 小時，通常強制通過 420 微米之篩網，且在 150 微米下過篩以調整粒徑分佈。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (11)

所得之凝聚物具有下列性質：

	超音波	d10	d50	d90
組合物1	0	258	404	555
	50	254	389	547
	100	128	309	500
組合物2	0	228	370	542
	50	201	355	530
	100	118	277	474
組合物3	0	207	351	534
	50	167	320	509
	100	5.3	73	220
組合物4	0	176	324	506
	50	4	15.6	71
	100	3.4	11	29.8
組合物5	0	8.8	186	332
	50	2.8	9.4	31.6
	100	2.6	8.3	21.1

組合物 1 及 5 顯示 TiO_2 之添加對凝聚物之顆粒強度不具有不利的作用。可看出顆粒之強度係依凝聚物中存在之高及中/低結構性氧化矽之相對量而改變。組合物 1 及 2 被認為太強，且組合物 4 及 5 均太弱（對最適強度之顆粒而言）。組合物 3（雖非最適）被認為在所需之強度範圍中。

實例 2

下列粉末經混合在一起得到最初之混合物：

	1 重量份	2 重量份
Sorbosil AC77 (*)	43.15	48.5
Sorbosil TC15 (*)	43.15	48.5
二氧化鈦	3.0	3.0
檸檬酸鋅三水合物	10.7	0

五、發明說明 (12)

(*)購自英國 Crosfield Limited 公司

水加於此混合物中，使水：固體比率為 1.33 為 1，所得之摻和物以具有 6 公斤批式槽之 Eurovent Ltd, Fenton, Stoke-on-Trent 製造之 100 升 CMG 混合機/造粒機造粒。

所得之濕凝聚物再於流化床乾燥機中部份乾燥 30 分鐘，且在烘箱中於溫度 120°C 下乾燥 2 小時。粒徑分佈藉由 150 及 400 微米下過篩調整。粒狀組合物之性質列於下：

	超音波	d10	d50	d90
組合物1	0	193	334	502
	50	112	289	475
	100	3.3	14.3	41.5
組合物2	0	268	391	539
	50	224	365	526
	100	3.3	12	39

檸檬酸鋅之存在很清楚地對粒狀組合物之強度幾乎不具作用，且此強度之顆粒顯示可在牙膏製造中所用之一般加工條件下保存，在牙膏組合物中安定且具有良好之感覺性質。

實例 3-7：

製造下列均勻粉末之摻和物：

成份	EX3	EX4	EX5	EX6	EX7
SORBOSIL AC77	41.0	36.0	24.5	40.3	47.85
SORBOSIL TC15	41.0	36.0	24.5	13.4	47.85
TRICLOSAN	4.3				4.3
焦磷酸錫		14.3			
檸檬酸鋅 三水合物	10.7	10.7	6.3		
二氧化鈦	3.0	3.0	3.0	3.0	
硝酸鉀			41.7		
檸檬酸鉀				43.3	

五、發明說明 (13)

添加去離子水於粉末混合物(200 g)中，使水：固體比率對實例3、4及7為1.33至1，對實例5及6為0.72至1。所得之摻和物使用由Metcalf Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales供應之實驗室規模Sirman CV6混合機凝聚。所得之濕凝聚物再於烘箱中150°C下乾燥12小時，溫和地強制通過420微米篩網，且在150微米下過篩，以調整粒徑分佈。

所得之凝聚物具有下列性質：

	超音波	d10	d50	d90
實例3	0	186	306	488
	50	14	222	425
	100	3.8	23	62
實例4	0	223	385	530
	50	9.4	151	423
	100	4	16	41
實例5	0	32	233	460
	50	11	128	376
	100	3.9	17	45
實例6	0	199	386	554
	50	8	180	412
	100	3	13	41
實例7	0	190	346	532
	50	30	286	510
	100	4	16	46

五、發明說明 (14)

實例 8-10

製造下列均勻之粉末摻和物

成份	EX 8	EX 9	EX 10
SORBOSIL AC77	26.3	43.1	60.0
SORBOSIL TC15	26.3	43.1	40.0
焦磷酸鉀	24.6		
焦磷酸鈉	19.8		
檸檬酸鋅 三水合物		10.8	
二氧化鈦	3.0	3.0	

粉末摻和物經過滾筒壓密器 (Fitzpatrick Chilsonator L83型，由美國之Fitzpatrick Company, Elmhurst, Illinois, 製造) 飼入，其係1987年 Powder and Bulk Engineering 中由 Calvin E. Johnson (The Fitzpatrick Company) 提出之文獻 "以乾燥造粒預調理加工粉末" 中之圖1所示之構造。上篩網大小為425微米，而下篩網為250微米。

所得之凝聚物具有下列性質：

	超音波	d10	d50	d90
實例8	0	150	326	526
	50	17	162	383
	100	4	29	69
實例9	0	176	331	530
	50	74	292	516
	100	6.9	72	314
實例10	0	160	300	497
	50	120	288	495
	100	3	15	69

五、發明說明 (15)

實例 11-14

製造下列之均勻粉末摻和物：

成份	EX11	EX12	EX13	EX14
GASIL 23D		72.75	36.0	64.9
GASIL 23TP	50.0			
SORBOSIL AC35		24.25	12.0	21.6
GASIL 200TP	50.0			
二氧化鈦		3.0	2.6	2.6
檸檬酸鉀			43.3	
檸檬酸鋅 三水合物			6.1	10.9

添加去離子水於粉末混合物(200 g)中，使水：固體比率對實例 11、12 及 14 為 1.33 至 1，對實例 13 為 0.72 至 1。所得之摻和物使用由 Metcalfe Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales 供應之實驗室規模 Sirman CV6 混合機凝聚。

所得之濕凝聚物再於烘箱中 150°C 下乾燥 12 小時，溫和地強制通過 420 微米篩網，且在 150 微米下過篩以調節粒徑分佈。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (16)

所得之凝聚物具有下列性質：

	超音波	d10	d50	d90
實例11	0	197	354	526
	50	10	213	465
	100	3.3	15	50
實例12	0	187	311	498
	50	16	250	471
	100	5	34	297
實例13	0	190	333	518
	50	14	210	455
	100	4	24	69
實例14	0	196	326	514
	50	96	282	476
	100	4	29	104

實例 15 - 16

製造下列均勻之粉末摻和物：

成份	EX15	EX16
BACO AF239	50.0	
焦磷酸鈣		50.0
SORBOSIL TC15	50.0	50.0

添加去離子水於粉末混合物(200 g)中，使水：固體之比率為1.33至1。所得之摻合物使用由Metcalf Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales提供之實驗室規模Sirman CV6混合機凝聚。

所得之濕凝聚物再於烘箱中150℃下乾燥12小時，溫和地強制通過420微米篩網，且在150微米下過篩，以調節粒徑分佈。

五、發明說明 (17)

所得之凝聚物具有下列性質：

	超音波	d10	d50	d90
實例15	0	219	379	536
	50	194	355	524
	100	6.7	43	186
實例16	0	215	373	534
	50	177	339	517
	100	3	37	95

實例 17-19

製造下列之摻和物：

成份	EX17	EX18	EX19
SORBOSIL AC77	44.2	43.9	44.45
SORBOSIL TC15	44.1	43.9	44.45
檸檬酸鋅 三水合物	11.0	10.7	11.76
COSMENYL BLUE A2R	0.7		0.07
COSMENYL GREEN GG			0.27
COSMETIC PINK RC 01		1.5	

添加去離子水於粉末混合物(200 g)中，使水：固體比率為1.33至1。對於實例17及19，添加Cosmenyl顏料分散液於去離子化混合水中，再添加於粉末混合物中。所得之摻和物使用由Metcalf Catering Equipment Ltd, Blaenau Ffestiniog, Wales供給之實驗室規模Sirman CV6混合機凝聚。

所得之凝聚物再於烘箱中150℃下乾燥12小時，溫和地

五、發明說明 (18)

強制通過420微米篩網，且在150微米下過篩，以調節粒徑分佈。

所得之凝聚物具有下列性質：

	超音波	d10	d50	d90
實例17	0	182	301	487
	50	41	251	447
	100	4	22	62
實例18	0	191	344	532
	50	163	347	534
	100	5.6	39	210
實例19	0	192	345	537
	50	77	285	511
	100	4	19	49

實例20：

製造具有下列組合物之牙膏。

成份	重量 %
山梨糖醇	45
水	22.12
Sorbosil AC77	10.0
本發明之氧化矽	7.0
Sorbosil TC15	6.0
PEG 1500	5.0
SLS	1.5
TiO ₂	1.0
Spearmint Flavour DP5017	0.5
SMPF	0.8
SCMC	0.8
糖精	0.2
苯甲酸鈉	0.08

五、發明說明 (19)

上面之配方係在朗氏(Lang)混合機中，於真空下使用傳統之製備步驟製造。製備1中，香料組份係接近配方終點時添加於槽之側邊上。

進行另一相同之製備2，但香料係以吸管在氧化矽顆粒加於牙膏混合器之前加於其上。含香料之本發明顆粒與其他二種氧化矽乾燥混合，所得之粉末混合物在密閉真空下於40分鐘內分數次添加。

此二種膏狀物再由6人作盲目檢驗，此6人被要求評定其口味性質。全部6人均指出膏狀物2具有比膏狀物1明顯較強之荷蘭薄荷味，顯示本發明之顆粒可攜帶且釋出比分別將其單純地添加於牙膏混合物中者更有效的香味。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

四、中文發明摘要 (發明之名稱: 粒狀組合物)

本發明係關於包含45至98% w/w的水不溶性顆粒之粒狀組合物，其中10至75%之水不溶性顆粒係由重量平均粒徑低於20微米、且油吸收容量為60至180 g/100g之水不可溶顆粒物質所製成，且10至75%之水不可溶顆粒係由重量平均粒徑低於20微米，且油吸收容量為200至350 g/100g之水不可溶顆粒物質所製成，此粒狀組合物之粒徑經篩析為其中95%係低於600微米而高於40微米。

英文發明摘要 (發明之名稱: GRANULAR COMPOSITIONS)

Granular composition comprising 45 to 98 % w/w of a water insoluble particulate, whereby 10 to 75% of the water insoluble particulate is made from a water insoluble particulate material, having a weight mean particle size of less than 20 microns and an oil absorption capacity of 60 to 180g/100g and 10 to 75% of the water insoluble particulate is made from a water insoluble particulate material, having a weight mean particle size of below 20 microns and an oil absorption 200 to 350g/100g, the granular composition having a particle size, by sieve analysis, of 95% below 600 microns and 95% above 40 microns.

六、申請專利範圍

1. 一種粒狀組合物，其包含45至98% w/w水不可溶顆粒，其中10至75%之水不可溶顆粒係由重量平均粒徑低於20微米、且油吸收容量為60至180 g/100g之不可溶顆粒物質所製成，此物質選自包含無定型氧化矽、氧化鋁、碳酸鈣、磷酸二鈣、三鹼式磷酸鈣、不可溶之偏磷酸鈣、焦磷酸鈣、羥基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸鎂以及浮石，而其中10至75%之水不可溶顆粒係由重量平均粒徑低於20微米、且油吸收容量為200至350 g/100g之水不可溶顆粒物質製成，該物質選自包含無定型氧化矽、低密度氧化鋁及膨脹珍珠岩；此粒狀組合物篩析結果，粒徑為95%低於600微米高於40微米。
2. 根據申請專利範圍第1項之粒狀組合物，包含1至5% w/w之 TiO_2 。
3. 根據申請專利範圍第1及2項之粒狀組合物，包含最高達15%之檸檬酸鋅。
4. 根據申請專利範圍第1項之粒狀組合物，其特徵為凝聚物含有具有整飾或治療牙齒效益之物質。
5. 根據申請專利範圍第4項之粒狀組合物，其中具有整飾與治療效益之物質為香料化合物。
6. 根據申請專利範圍第1項之粒狀組合物，包含高結構性之氧化矽增稠劑及低結構性之氧化矽磨擦劑。
7. 一種製備根據申請專利範圍第1項之粒狀組合物之方法，其中係將10至75重量份之水不可溶顆粒物質(重量平均粒徑低於20微米、且油吸收容量為60至180 g/100g，其選自

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

包含無定型氧化矽、氧化鋁、碳酸鈣、磷酸二鈣、三鹼式磷酸鈣、不溶之偏磷酸鈉、焦磷酸鈣、羥基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸鎂以及浮石)與10至75重量份之不可溶顆粒物質(平均粒徑低於20微米,油吸收容量為200至350 g/100g,選自包含無定型氧化矽、低密度氧化鋁以及膨脹之珍珠岩)混合,接著與水凝聚,所得之產物再予以烘乾。

8. 一種粒狀組合物之製法,其中係將10至75重量份之水不可溶顆粒物質(重量平均粒徑低於20微米,且油吸收容量為60至180 g/100g,選自包含無定型氧化矽、氧化鋁、碳酸鈣、磷酸二鈣、三鹼式磷酸鈣、不溶之偏磷酸鈉、焦磷酸鈣、羥基磷灰石、珍珠岩、沸石、碳酸鎂以及浮石)與10至75重量份之水不可溶顆粒物質(平均粒徑低於20微米,油吸收容量為200至350 g/100g,選自包含無定型氧化矽、低密度氧化鋁及膨脹之珍珠岩)混合,所得之摻合物再藉緊壓凝聚。
9. 根據申請專利範圍第7或8項之方法,其中 TiO_2 及檸檬酸鋅係在凝聚前添加於無定型氧化矽顆粒中。
10. 根據申請專利範圍第7項之方法,其中與水之凝聚係在水:固體比率為1.1:1至1.35:1下進行。