



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8302821**

Nederland

⑲ NL

-
- ⑤4 **Tandpasta met troebel uiterlijk.**
⑤1 Int.Cl³: A61K 7/18.
⑦1 Aanvrager: Colgate-Palmolive Company te New York.
⑦4 Gem.: Ir. H.M. Urbanus c.s.
Vereenigde Octrooibureaux
Nieuwe Parklaan 107
2587 BP 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8302821.
②2 Ingediend 11 augustus 1983.
③2 Voorrang vanaf 11 augustus 1982.
③3 Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).
③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 407222 .
⑥2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 1 maart 1984.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Titel: Tandpasta met troebel uiterlijk.

De uitvinding betreft een tandpasta met troebel uiterlijk, die de mondhygiëne bevordert en tevens gestabiliseerd is tegen gasvorming in een ongevoerde aluminium tube en tegen kleurverlies, indien een in water oplosbare kleurstof aanwezig is.

5 In het verleden zijn tandpasta's gebruikt met één enkel fluorafgevend middel, zoals natriumfluoride, stannofluoride of natriummonofluorfosfaat (waarbij moet worden opgemerkt dat een klein deel van technisch natriummonofluorfosfaat uit natriumfluoride bestaat).

10 Onlangs, zoals in Brits octrooischrift 1.435.624 en Amerikaans octrooischrift 4.152.419, zijn tandpasta's beschreven voor het bevorderen van de mondhygiëne die twee afzonderlijk toegevoegde fluorafgevende middelen (binair systeem) te weten natriumfluoride en natriummonofluorfosfaat bevatten.

15 In de vroegere publikaties zijn synthetische neergeslagen silica-materialen beschreven voor tandpasta's met daarin een enkele fluorafgevende stof, zoals natriummonofluorfosfaat, als gewenste polijstmiddelen. Een dergelijk polijstmiddel heeft evenwel de neiging gas af te geven wanneer de fluorafgevende tandpasta in een ongevoerde aluminium tube is vervat. Voorgesteld is dit nadeel te overwinnen door het silica-
20 materiaal met calcium in contact te brengen, hetzij vooraf of in situ. Dit is beschreven in de Amerikaanse octrooischriften 4.141.969 en 4.159.280.

25 Waargenomen is, dat bij tandpasta's met een binair fluorafgevend systeem van natriummonofluorfosfaat en natriumfluoride of het neergeslagen silicapolijstmateriaal al of niet met calcium is voorbehandeld, toch een gasafgifte in een ongevoerde aluminium tube optreedt en tevens de kleur fletser wordt, wanneer een in water oplosbare kleurstof aanwezig is.

30 De uitvinding beoogt nu een tandpasta met natriumfluoride en natriummonofluorfosfaat en met een gewenste oplosbare fluorretentie, die de mondhygiëne bevordert, bijvoorbeeld door een reductie van de cariesvorming, en die een tandremineralisatie kan effectueren, welke de tandpasta dicalciumfosfaat bevat, dat het uiterlijk van de tandpasta troebel maakt en hem stabiliseert tegen gasvorming bij verpakking in een ongevoerde aluminium tube en tegen fletser worden van de kleur wanneer

een in water oplosbare kleurstof aanwezig is. De aanwezigheid van dicalciumfosfaat en/of ionen daarvan stabiliseert dus een tandpasta met natriumfluoride en natriummonofluorfosfaat.

Volgens de uitvinding bevat een tandpasta met troebel uiterlijk
5 een binair fluorafgevend systeem met ca. 750-1225 mg per kg fluor uit natriummonofluorfosfaat en ca. 50-1000 mg per kg fluor uit natriumfluoride en ca. 15-40 gew.% aan een synthetisch neergeslagen silica-polijstmiddel waarbij tevens ca. 0,1-2,5 gew.% dicalciumfosfaat aanwezig is dat de tandpasta een troebel uiterlijk verleent, en stabiliseert
10 tegen gasvorming bij verpakken in een ongevoerde tandpastatube en tevens de kleur stabiliseert wanneer deze tandpasta een in water oplosbare niet giftige kleurstof bevat.

Natriummonofluorfosfaat wordt toegepast in een hoeveelheid overeenkomend met ca. 750-1225 mg fluor per kg tandpasta. Dit komt overeen
15 met ca. 0,5-1 gew.% natriummonofluorfosfaat in de tandpasta. De voorkeurshoeveelheid bedraagt ca. 0,76-0,8747 %, hetgeen overeenkomt met ca. 1000-1150 mg fluor per kg tandpasta.

Natriummonofluorfosfaat, $\text{Na}_2\text{PO}_3\text{F}$ is een handelsprodukt, dat sterk qua zuiverheid kan variëren. Het kan worden toegepast in elke geschikte
20 zuiverheidsvorm vooropgesteld, dat deze onzuiverheden de gewenste eigenschappen niet aanmerkelijk beïnvloeden. Over het algemeen moet de zuiverheid tenminste 80% bedragen. Voor de beste resultaten moet deze tenminste 85 en liefst 90 gew.% natriummonofluorfosfaat bedragen waarbij de rest in hoofdzaak bestaat uit onzuiverheden of bijproducten van de bereiding,
25 zoals natriumfluoride en in water oplosbaar natriumfosfaat-zout. Anders uitgedrukt moet het natriummonofluorfosfaat een totaal fluoridegehalte hebben van meer dan 12%, bij voorkeur meer dan 12,7%, een gehalte van ten hoogste 1,5 liefst ten hoogste 1,2% vrij natriumfluoride en een natriummonofluorfosfaatgehalte van tenminste 12%, liefst tenminste 12,1%,
30 alle berekend als fluor.

Natriumfluoride wordt afzonderlijk toegevoegd tot een verdere fluorhoeveelheid van ca. 50-1000, liefst 50-500 mg per kg. Dit komt overeen met ca. 0,01-0,1% natriumfluoride. 50-100 mg per kg komt namelijk ongeveer overeen met ca. 0,01-0,02% natriumfluoride.

35 Het polijstmiddel is een synthetisch neergeslagen silicamateriaal,

dat hoofdzakelijk uit silica bestaat. Bij voorkeur bevat het ten hoogste 1 gew.% gebonden alumina daarin. Dergelijke polijstmaterialen kunnen eveneens worden beschouwd als aluminosilicaten, in het bijzonder natrium-aluminosilicaten. Karakteristieke voorbeelden zijn beschreven in de
5 Amerikaans octrooischriften 3.906.090, 4.015.996, 4.105.757 en 4.122.160. Voorbeelden van dit soort materialen zijn ZEO 49 en ZEO 49B van Huber en Tixosil 53 van Sifrance. Het polijstmiddel wordt toegepast in hoeveelheden van ca. 15-40 gew.%, bij voorkeur ca. 15-30%, bijvoorbeeld 15-20% of ca. 25-30%.

10 De tandpasta met het synthetische neergeslagen silica-polijstmateriaal heeft gewoonlijk de consistentie van een gel. Aangezien het polijstmiddel een brekingsindex heeft die dicht ligt bij die van het vloeistofmedium van de tandpasta (bijvoorbeeld glycerol en/of sorbitol en een ondergeschikte hoeveelheid water), is deze tandpasta meestal
15 nagenoeg helder of doorzichtig bij afwezigheid van een troebelmakend of opacificerend middel. Volgens de uitvinding wordt de tandpastagel troebeler gemaakt, dat wil zeggen minder helder en minder doorzichtig tot zelfs opaak door een toevoeging van ca. 0,1-2,5 gew.% van een troebelmakend middel. Dicalciumfosfaat met inbegrip van dicalciumfosfaatdihydraat en watervrij dicalciumfosfaat en mengsels daarvan worden
20 als troebelmakende middelen gebruikt. Dicalciumfosfaat modificeert de polijsteigenschappen van de tandpasta. Het heeft tevens een uitgesproken effect, zelfs indien een ondergeschikte hoeveelheid wordt toegepast, voor het stabiliseren van de tandpasta tegen gasafgifte bij
25 verpakking in een ongevoerde aluminium tube en voor het stabiliseren van de tandpasta tegen verkleuring wanneer een in water oplosbare gleurstof aanwezig is. Het dicalciumfosfaat is bij voorkeur aanwezig in een hoeveelheid van ca. 0,1-1 gew.%, liefst 0,5-1% en in het gunstigste geval 0,5%. Behalve door het dicalciumfosfaat kan de troebeling ook nog
30 worden verhoogd door de aanwezigheid van een verder middel. Karakteristieke middelen omvatten titaandioxyde en equivalenten daarvan, zoals zinkoxyde. Titaandioxyde wordt bij toepassing in tandpasta's bij voorkeur toegepast.

Het vloeistofmedium van de tandpasta bevat bij voorkeur 20-80
35 gew.% aan een vloeistof als glycerol, sorbitol, polyethyleenglycol 600

of mengsels daarvan. Een tandpasta bevat gewoonlijk ca. 20-30 gew.% glycerol en ca. 30-60 gew.% sorbitol (70%'s oplossing).

Water (vrij of geassocieerd met andere componenten, zoals sorbitol) kan eveneens aanwezig zijn en wel in hoeveelheden tot ten hoogste
5 ca. 50 gew.%, meestal ca. 1-10 gew.% in een preparaat met een laag watergehalte of ca. 15-40 gew.% in een preparaat met een hoog watergehalte. Bij afwezigheid van troebelmakende en opacificerende middelen zal een tandpasta met een laag watergehalte beter doorzichtig en transparant zijn dan een tandpasta met een hoog watergehalte.

10 Voorts is bij afwezigheid van dicalciumfosfaat als troebelmakend middel de tandpasta met het binaire fluoridesysteem en het silica-polijst-middel geneigd gas te vormen en daardoor onverenigbaar met een ongevoerde aluminium tube. Dit is in het bijzonder merkbaar wanneer het watergehalte hoog is bijvoorbeeld ca. 25 gew.%. Het is echter ook waarneembaar
15 bij een laag watergehalte in de tandpasta.

Wanneer een in water oplosbare niet-giftige kleurstof aanwezig is, bijvoorbeeld in een hoeveelheid van 0,01-0,1 gew.%, is een flets worden van de kleur bij afwezigheid van dicalciumfosfaat-troebelingsmiddel zichtbaar zowel bij een hoog water- als bij een laag watergehalte in de
20 tandpasta.

De onderhavige tandpasta omvat meestal een gelmiddel, zoals een natuurlijke of een synthetische gom of een gomachtig materiaal bijvoorbeeld Iers mos, tragacant, natriumcarboxymethylcellulose, polyvinylpyrrolidon, xanthaan, guar gom, zetmeel of mengsels daarvan.

25 Natriumcarboxymethylcellulose geniet de voorkeur. Het gehalte aan gelmiddel is meestal ca. 0,1-5 gew.%, liefst ca. 0,1-0,5%. Het gelerend effect kan worden versterkt met ca. 5 tot 10 gew.%, liefst 6,5-8%, bijvoorbeeld ca. 7-8% van een vulmiddel, zoals pyrogene silica of een silica-aerogel. Zeosyl 200 van Huber is een gunstig silica-vulmateriaal.
30 Zeosyl is een handelsmerk.

Ieder geschikt oppervlakteactief of detergensmateriaal kan in de tandpasta worden verwerkt. Dergelijke materialen zijn gunstig voor een verder detergerend, schuimend en antibacterieel effect, afhankelijk van het specifieke type van het actieve materiaal, en worden op grond daarvan
35 uitgezocht. Deze detergentia zijn gewoonlijk in water oplosbare verbin-

dingen en kunnen anionogeen, nonionogeen of kationogeen van structuur zijn. Gewoonlijk wordt bij voorkeur een in water oplosbare niet-zeep of synthetisch organische detergens gebruikt. Passende detergens materialen omvatten bijvoorbeeld de in water oplosbare zouten van hogere vetzuur
5 monoglyceridemonosulfaten (bijvoorbeeld natriumkokosnootvetzuur monoglyceridemonosulfaat), hogere alkylsulfaten (bijvoorbeeld natriumlaurylsulfaat), alkylarylsulfonaten (natriumdodecylbenzeensulfonaat), hogere vetzuuresters van 1,2-dihydroxypropaansulfonaat en dergelijke.

Verdere oppervlakteactieve middelen omvatten de althans nagenoeg
10 verzadigde hogere alifatische acylamiden van lagere alifatische aminocarbonzuurverbindingen, zoals die met 12-15 koolstofatomen in de acylgroepen. Het aminozuurstuk is gewoonlijk afgeleid van een lager alifatische verzadigde aminozuur met ca. 2-6 koolstofatomen, liefst de monocarbonzuurverbindingen. Passende verbindingen zijn de vetzuuramiden van
15 glycine, sarcosine, alanine, 3-aminopropaanzuur en valine met ca. 12-16 koolstofatomen in de acylgroep. Bij voorkeur gebruikt men de N-lauryl, myristoyl-of palmitoyl-sarcosideverbindingen voor een optimaal effect.

De amideverbindingen kunnen worden gebruikt in de vorm van het
20 vrije zuur, maar bij voorkeur in de vorm van in water oplosbare zouten daarvan, zoals de alkalimetaal-, ammonium-, amine- en alkylolaminezouten. Specifieke voorbeelden zijn natrium- en kalium-N-lauroyl, myristoyl- en palmitoyl-sarcosiden, ammonium- en ethanolamine-N-lauroyl-sarcoside, N-lauroyl-sarcosine en natrium-N-lauroyl-glycide en alanine.

25 Het oppervlakteactieve middel wordt meestal toegepast in een hoeveelheid van ca. 1-5 gew.%, liefst wordt 1-3% natriumlaurylsulfaat gebruikt.

Ieder passend aroma of zoetmakend materiaal kan worden gebruikt voor een prettige smaak aan de onderhavige tandpasta. Voorbeelden van
30 geschikte aromamiddelen zijn aromatische oliën, bijvoorbeeld oliën van muntsoorten, pepermunt, wintergroen, sassafras, anjelier, kruidnagel, salie, eucalyptus, marjolein, kaneel, citroen en sinaasappel, alsmede methylsalicylaat. Geschikte zoetmiddelen omvatten saccharose, lactose, maltose, sorbitol, natriumcyclamaat en natriumsaccharinaat. Natrium-
35 saccharinaat verdient de voorkeur. Het aromamiddel is meestal aanwezig

in een hoeveelheid van ca. 0,5-1,5 gew.%, liefst ca. 1%, en het zoet-
middel in een hoeveelheid van ca. 0,1-0,2%.

Desgewenst kunnen deeltjes van parelende vlokken, zoals met
titaandioxyde beklede micavlokken door de tandpasta worden verdeeld,
5 bijvoorbeeld in een hoeveelheid van ca. 0,1-0,3 gew.%. Tevens kan de
tandpasta van strepen worden voorzien.

De tandpasta moet een pH hebben die geschikt is voor zijn gebruik.
Een pH traject tussen ca. 5 en 10 is het meest gewenst. De pH kan worden
geregeld met passende zuur of basisch reagerende materialen, zoals
10 citroenzuur en natriumhydroxyde. Met de pH wordt een direkt op de tand-
pasta gemeten pH bedoeld. Stabilisatoren, zoals natriumbenzoaat kunnen
eveneens worden gebruikt.

De volgende voorbeelden lichten de uitvinding nader toe. Alle
hoeveelheden zijn gewichtshoeveelheden tenzij anders gespecificeerd.

15 VOORBEELD I

De volgende tandpasta's werden bereid en in ongevoerde aluminium-
tubes afgevuld:

		<u>hoeveelheden</u>	
<u>Bestanddelen</u>		<u>A</u>	<u>B</u>
	Glycerol	25,00	25,00
20	Natriumcarboxymethylcellulose	1,00	1,00
	Natriumsaccharine	0,30	0,30
	Titaandioxyde	0,01	0,01
	FD & C blauw no. 1 (1%'s oplossing)	0,20	0,20
	Polyethyleenglycol 600	3,00	3,00
25	Synthetisch neergeslagen silica (ZEO 49)	28,00	28,00
	Dicalciumfosfaatdihydraat	-	0,50
	Natriummonofluorfosfaat	0,76	0,76
	Natriumfluoride	0,10	0,10
	Natriumlaurylsulfaat	1,76	1,76
30	Aromastof	0,65	0,65
	Gedemineraliseerd water	Q.S. tot 100	Q.S. tot 100
ZEO 49 bevat ca. 50 mg calcium per kg.			

Beide tandpasta's A en B waren doorzichtig, waarbij tandpasta B
troebeler was dan tandpasta A vanwege de aanwezigheid van dicalcium-

fosfaatdihydraat. Na een maand bewaren bij 43°C, 4°C en bij kamertemperatuur bleek een gasvorming te zijn opgetreden in de tubes met tandpasta A terwijl de aanvankelijke kleur daarvan duidelijk fletser was geworden. In de tubes bewaard bij 43°C en bij kamertemperatuur was het oppervlak van de tubes aangetast, waarbij de tube die bij 43°C was bewaard zelfs explodeerde. Bij tandpasta B was geen gasvorming, aantasting van de tube of vermindering van de kleurintensiteit waar te nemen na één maand bewaren bij 43°C, 4°C of kamertemperatuur.

VOORBEELD II

10 De volgende doorzichtige tandpasta werd bereid en in ongevoerde aluminium tubes afgevuld.

	<u>Bestanddelen</u>	<u>Hoeveelheden</u>
	Glycerol	25,00
	Natriumcarboxymethylcellulose	0,26
15	Natriumsaccharine	0,20
	Titaaldioxyde	0,015
	FD & C blauw No. 1 (1% oplossing)	0,19
	Polyethyleenglycol 600	3,00
	Synthetisch neergeslagen silica (Tixosil 53)*	17,00
20	Silicavulmiddel (Zeosyl 200)	7,00
	Natriummonofluorfosfaat	0,76
	Natriumfluoride	0,10
	Natriumlaurylsulfaat	1,76
	Aromastof	1,00
25	Gedemineraliseerd water	3,00
	Sorbitol (70%)	Q.S. tot 100
	* bevat ca. 600 mg calcium per kg	

30 Deze tandpasta leverde bij 3 maanden bewaren bij 43°C, 4°C en kamertemperatuur een zekere gasvorming op in de tube. Voorts liep de aanvankelijke kleur duidelijk terug. Ook na één maand bewaren was reeds een duidelijke instabiliteit merkbaar.

Eenzelfde instabiliteit treedt op wanneer Tixosil 53 wordt vervangen door Zeo 49.

Wanneer 0,10 delen dicalciumfosfaatdihydraat in deze tandpasta met daarin Tixosil 53 of Zeo 49 werd verwerkt, werd het produkt iets troebeler maar bij bewaren bleef het materiaal in de tubes duidelijk stabiel terwijl ook de kleurintensiteit behouden bleef.

5 De tandpasta's volgens de uitvinding worden bereid door het gel-middel te mengen met een voormengsel van water en basis tot een crème-vormige consistentie, waarna de binaire fluorleverende materialen, het silica-polijstmiddel en het dicalciumfosfaat worden toegevoegd.

10 De voorgaande voorbeelden beperken het kader van de uitvinding niet.

C O N C L U S I E S

1. Tandpasta met een troebel uiterlijk, bestaande uit een oraal vehiculum, een binair fluorafgevend systeem uit ca. 750-1225 mg per kg fluor van natriummonofluorfosfaat en ca. 50-1000 mg per kg fluor uit natriumfluoride alsmede ca. 15-40 gew.% van een synthetisch neergeslagen silica-polijstmiddel met daarin voorts ca. 0,1-2,5 gew.% aan dicalciumfosfaat dat de tandpasta een troebeling geeft en stabiliseert tegen gasvorming bij verpakken in een ongevoerde tube en tegen kleurverfletsing wanneer de tandpasta een in water oplosbare niet giftige kleurstof bevat.
2. Tandpasta met troebel uiterlijk volgens conclusie 1 met het kenmerk, dat zoveel natriummonofluorfosfaat aanwezig is dat overeenkomt met 1000-1150 mg per kg fluor en zoveel natriumfluoride aanwezig is als overeenkomt met 50-500 mg per kg fluor.
3. Tandpasta met troebel uiterlijk volgens conclusie 1 met het kenmerk, dat het silica-polijstmiddel ten hoogste 1 gew.% gebonden alumina bevat.
4. Tandpasta met troebel uiterlijk volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het silica-polijstmiddel aanwezig is in een hoeveelheid van ca. 15-20 gew.%.
5. Tandpasta met troebel uiterlijk volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het silica-polijstmiddel aanwezig is in een hoeveelheid van ca. 25-30 gew.%.
6. Tandpasta met troebel uiterlijk volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het dicalciumfosfaat de vorm heeft van dicalciumfosfaatdihydraat.
7. Tandpasta met troebel uiterlijk volgens conclusie 1 met het kenmerk, dat het dicalciumfosfaat aanwezig is in een hoeveelheid van 0,1-1 gew.%.
8. Tandpasta met troebel uiterlijk volgens conclusie 1 met het kenmerk, dat deze is afgevuld in een ongevoerde aluminium tandpastatube.
9. Tandpasta met troebel uiterlijk volgens conclusie 1 met het kenmerk, dat daarin een niet giftige in water oplosbare kleurstof aanwezig is en wel in een hoeveelheid van ca. 0,1-1 gew.%.