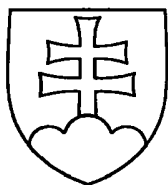


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19)

SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(21) Číslo dokumentu:

368-2000

(13) Druh dokumentu: A3

(51) Int. Cl.⁷ :

A 61K 7/16

- (22) Dátum podania: 05.09.1998
(31) Číslo prioritnej prihlášky: 197 40 453.7
(32) Dátum priority: 15.09.1997
(33) Krajina priority: DE
(40) Dátum zverejnenia: 12.09.2000
(86) Číslo PCT: PCT/EP98/05632, 05.09.1998

(71) Prihlasovateľ: HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN, Düsseldorf, DE;

(72) Pôvodca vynálezu: Leinen Hans-Theo, Düsseldorf, DE;
Wülknitz Peter, Leichlingen, DE;

(74) Zástupca: Majlingová Marta, Ing., Bratislava, SK;

(54) Názov prihlášky vynálezu: Prostriedok na čistenie zubov

(57) Anotácia:

Prostriedky na čistenie zubov vo forme pastovitej alebo kvapalnej disperzie s obsahom 10 až 30 % hmotn. kombinácie leštiacich prostriedkov kyseliny kremičitej a oxidu hlinitého v hmotnostnom pomere 10 : (0,2 až 2) a 20 až 50 % hmotn. prostriedku na udržanie vlhkosti zo skupiny sorbit, glycerín, propylénglykol-1,2, polyetylénglykol a ich zmesí, ktoré obsahujú na zvýšenie čistiaceho účinku 2 až 12 % hmotn. kondenzovaného fosforečnanu zo skupiny tripolyfosforečnanov, pyrofosforečnanov alebo trimetafosforečnanov vo forme alkalickej alebo amónnych solí. Prostriedky majú aj napriek nízkym hodnotám oteru veľmi dobrý leštiaci účinok, ako aj vysokú čistiacu schopnosť.

Prostriedok na čistenie zubov

Oblasť techniky

Vynález sa týka prostriedku na čistenie zubov vo forme vodného, pastovitého alebo kvapalného krému s obsahom 10 až 30 % hmotn. kombinácie leštiacich prostriedkov a 20 až 50 % hmotn. prostriedku na udržanie vlhkosti, ktorý je ďalej zlepšený v čistiacej výkonnosti prídavkom koncentrovaného fosforečnanu.

Doterajší stav techniky

Zubné pasty sa používajú pri dennom čistení zubov pomocou čistenia zubnou kefkou. Zubná pasta by mala v prvom rade podporovať čistenie povrchov zubov od zvyškov jedál, zafarbení napríklad tabakom alebo čajom a od pevne priľnavých bakteriálnych povlakov, takzvaných plakov. Toto prebieha predovšetkým pomocou leštiacich prostriedkov obsiahnutých v zubnej paste, v menšej miere aj obsiahnutými tenzidmi. Leštiace prostriedky majú na rozvinutie čistiaceho a leštiaceho účinku oproti povrchu zubov určitú abrazívnosť. Veľký význam má ale udržiavanie abrazívnosti kvôli zubnej sklovine a zubovine na nízkych hodnotách, aby sa zamedzilo poškodeniu povrchov zubov denným používaním zubnej pasty. Predovšetkým nesmú spôsobovať použité leštiace prostriedky žiadne hlboké škrabance na povrchu zubov. Omnoho viac želané je odstránenie prípadnej drsnosti povrchov zubov.

Z mnohých spisov sú známe kondenzované fosforečnany ako účinné látky proti zubnému kameňu a inhibitory demineralizácie v prostriedkoch starostlivosti o chrup.

Z US 4,822,599 A bol už známy čistiaci účinok vo vode rozpustných pyro-fosforečnanových solí pre zuby zafarbené čajom a kávou.

Z DE 27 58 548 C2 boli známe prostriedky starostlivosti o chrup so zmesou čistiacich zín leštiaceho prostriedku kyseliny kremičitej a kalcinovaným oxidom hlinitým ako obzvlášť účinného prostriedku na čistenie zubov. Na zníženie oteru

skloviny tam bol odporúčaný prídavok určitých anorganických elektrolytických solí. Napriek tomu boli dosiahnuté iba krajne vysoké hodnoty oteru zuboviny (RDA) a oteru skloviny (REA) v rozmedzí od 300 do 500.

Redukciou alebo vypustením leštiaceho prostriedku oxidu hlinitého je možné oter síce znížiť, súčasne sa ale výrazne zhorší čistiaca schopnosť. Úloha preto spočívala vo vývoji prostriedku na čistenie zubov, ktorý má veľmi nízku abrazívnosť, približne s hodnotami RDA a REA nižšími ako 100, a napriek tomu má veľmi dobrú čistiacu výkonnosť s CRS-hodnotami okolo 100.

Z DE 34 25 152 bola známa kombinácia leštiacich prostriedkov z leštiaceho prostriedku na báze kyseliny kremičitej a slabo kalcinovaného oxidu hlinitého, pomocou ktorej je možné značne znížiť abrazívnosť pri dobrej čistiacej výkonnosti.

Teraz bolo zistené, že kondenzované fosforečnany sú ideálnym spôsobom vhodné na také výrazné zvýšenie čistiacej výkonnosti zubných pást, ktoré obsahujú kombináciu leštiacich prostriedkov z leštiacich prostriedkov na báze kyseliny kremičitej a oxidu hlinitého, že daná úloha je splnená bez podstatného zvýšenia hodnôt oteru.

Podstata vynálezu

Postatou vynálezu sú preto prostriedky na čistenie zubov vo forme vodnej, pastovitej alebo kvapalnej disperzie s obsahom 10 až 30 % hmotn. kombinácie leštiacich prostriedkov z leštiacich prostriedkov kyseliny kremičitej a z leštiacich prostriedkov oxidu hlinitého v hmotnostnom pomere 10 : (0,2 až 2) a 20 až 50 % hmotn. prostriedku na udržanie vlhkosti zo skupiny sorbit, glycerín, propylénglykol-1,2 alebo ich zmesí, ktoré obsahujú na zvýšenie čistiaceho účinku kondenzovaný fosforečnan zo skupiny tripolyfosforečnan, pyrofosforečnan, trimetafosforečnan alebo ich zmesí vo forme alkalických alebo amónnych solí v množstve od 2 do 12 % hmotn.

Vhodné leštiace prostriedky kyseliny kremičitej sú napríklad gél kyseliny kremičitej, vyrobený reakciou roztoku kremičitanu sodného so silnými vodnými minerálnymi kyselinami pri tvorbe hydrosólu, zostarnutím na hydrogél, praním a

sušením. Ak prebieha sušenie pri šetrných podmienkach na obsah vody od 15 do 35 % hmotn., získajú sa takzvané hydrogély kyseliny kremičitej, ako sú napríklad známe z US 4,153,680.

Sušením na obsah vody pod 15 % hmotn. nasleduje nevratné zmrštenie predtým voľnej štruktúry hydrogélu na hutnú štruktúru takzvaného xerogélu. Takéto xerogély kyseliny kremičitej sú opísané napríklad v US 3,538,230.

Druhá, výhodnejšia vhodná skupina leštiacich prostriedkov kyseliny kremičitej sú koagulačné kyseliny kremičité. Tieto sa získajú vyvrážaním kyseliny kremičitej zo zriedených roztokov alkalického kremičitanu prídavkom silných kyselín pri podmienkach, pri ktorých nemôže nastať agregácia na sól alebo gél. Vhodné spôsoby výroby koagulačných kyselín kremičitých sú opísané napríklad v DE-OS 25 22 486 a v DE-OS 31 14 493. Obzvlášť vhodné sú napríklad koagulačné kyseliny kremičité, ktoré majú strednú veľkosť častíc od 5 do 20 μm , zvyšok na sítie 45 μm je menej ako 1 % hmotn. a špecifický povrch (BET) od 100 do 300 m^2/g .

Prostriedky starostlivosti o chrup podľa vynálezu majú na základe špeciálnej kombinácie leštiacich prostriedkov vynikajúcu čistiacu schopnosť aj na zafarbenia zubov spôsobené čajom a nikotínom. Súčasne sa docieli pri iba miernom otere zuboviny a skloviny vysoký leštiaci účinok (odstránenie zdrsnenia). Aj napriek obsahu relatívne tvrdej zložky leštiaceho prostriedku, oxidu hlinitého, nespôsobujú prostriedky na čistenie zubov podľa vynálezu prakticky žiadne škrabance.

Ako leštiace prostriedky oxidu hlinitého sú vhodné najmä slabo kalcinované oxidy hlinité s obsahom minimálne 10 % hmotn. alfa-oxidu hlinitého rôznych modifikácií takzvaných gama-oxidov hlinitých.

Vhodné slabo kalcinované oxidy hlinité sa získajú kalcináciou hydroxidu hlinitého. Hydroxid hlinitý prechádza pomocou kalcinácie pri teplotách vyšších ako 1200 °C na termodynamicky stabilný $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Termodynamicky nestabilné modifikácie Al_2O_3 vznikajúce pri teplotách medzi 400 a 1000 °C sa označujú ako gama-formy (porovnaj Ullman, Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. vydanie (1974), zväzok 7, strana 298). Voľbou teploty a času priebehu kalcinácie je možné nastavenie stupňa kalcinácie, t.j. premeny na termodynamicky stabilný $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ na

ľubovoľnú výšku. Slabou kalcináciou sa získa oxid hlinitý s obsahom $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, ktorý je tým nižší, čím vyššia je zvolená teplota kalcinácie a čím dlhší je čas kalcinácie. Slabo kalcinované oxidy hlinité sa odlišujú od čistého $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ nízkou tvrdosťou aglomerátov, väčším špecifickým povrchom a väčším objemom pórov.

Oter zuboviny (RDA) podľa vynálezu použitých slabšie kalcinovaných oxidov hlinitých s podielom od 10 do 50 % hmotn. $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ je iba 30 až 60 % oteru zuboviny silne kalcinovaným, čistým $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (merané pomocou štandardnej zubnej pasty s 20 % hmotn. oxidu hlinitého ako jediného leštiaceho prostriedku).

V protiklade k $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ je možné nafarbiť $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pomocou vodného amoniakového roztoku alizarínu S (1,2-dihydroxy-9,10-antrachinon-4-sulfónová kyselina) na červeno. Stupeň zafarbenia je možné zvoliť ako mieru stupňa kalcinácie prípadne podielu $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ v kalcinovanom oxide hlinitom:

Približne 1 g Al_2O_3 , 10 ml roztoku 2 g/l alizarínu S vo vode a 3 kvapky vodného 10 % hmotn. roztoku NH_3 sa zmiešajú v skúmavke a krátko sa povarí. Al_2O_3 sa následne odfiltruje, premyje, vysuší a posúdi pod mikroskopom alebo vyhodnotí meraním farby.

Vhodné, slabo kalcinované oxidy hlinité s obsahom od 10 do 50 % hmotn. $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ je možné zafarbiť pomocou tohto postupu slabo až silne na ružovo.

Leštiace prostriedky oxidu hlinitého rôzneho stupňa kalcinácie, jemnosti mletia a sypnej hmotnosti sú predávané napríklad ako "leštiace oxidy hlinité" firmy Giulini-Chemie prípadne ALCOA.

.. Výhodná vhodná kvalita "Poliertonerde P10 feinst" má veľkosť aglomerátu menšiu ako 20 μm , strednú veľkosť primárnych kryštálov od 0,5 do 1,5 μm a sypnú hmotnosť 500 až 600 g/l.

Ako prostriedok na udržanie vlhkosti môže byť obsiahnutý sorbit, xylit, glycerín, propylénglykol alebo zmesi týchto polyolov. Podielovo môžu byť ako zložky na udržanie vlhkosti obsiahnuté aj polyetylénglykoly s molekulovou hmotnosťou 400 až 2000. Výhodný je aj obsah sorbitu ako prostriedku na udržanie vlhkosti v množstve 25 až 40 % hmotn.

Kondenzované fosforečnany sú vo forme ich alkalických solí, najmä vo forme ich sodných alebo draselných solí. Vodné roztoky týchto fosforečnanov reagujú na základe hydrolytických efektov alkalicky. Prídavkom kyselín sa nastaví hodnota pH prostriedkov starostlivosti o chrup podľa vynálezu na hodnoty od 7,5 do 9. Ako kyseliny je možné pritom použiť napríklad kyselinu citrónovú, kyselinu fosforečnú alebo kyslé soli, napríklad NaH_2PO_4 . Možné je ale aj na nastavenie želanej hodnoty pH prostriedku starostlivosti o chrup spoločné čiastočné použitie kyslých solí kondenzovaných fosforečnanov, teda napríklad $\text{K}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$.

Možné je použitie aj zmesí rôznych kondenzovaných fosforečnanov alebo aj hydratizovaných solí kondenzovaných fosforečnanov. Špecifikované množstvá od 2 do 12 % hmotn. sa vzťahujú ale na bezvodé soli. Výhodný je ako kondenzovaný fosforečnan obsiahnutý tripolyfosforečnan sodný alebo draselný v množstve od 5 do 10 % hmotn. obsahu.

Ďalšie zlepšenie čistiaceho účinku prostriedkov na čistenie zubov podľa vynálezu je možné dosiahnuť prídavkom vhodného tenzidu. Prídavok tenzidu môže byť želaný aj kvôli vzniku peny pri čistení zubov pomocou kefky, na stabilizáciu disperzie leštiaceho prostriedku ako aj na emulgáciu alebo solubilizáciu aromatických olejov. Vhodné tenzidy, ktoré majú určitý penivý účinok, sú aniónové tenzidy, napríklad alkylsulfáty sodné s 12 až 18 uhlíkovými atómami v alkylovej skupine. Tieto tenzidy majú aj určitý účinok na potlačovanie enzýmov pri bakteriálnej látkovej výmene povlaku zubov. Ďalšie vhodné tenzidy sú alkalické soli, najmä sodné soli alkylpolyglykolétersulfátu s 12 až 16 uhlíkovými atómami v lineárnej alkylovej skupine s 2 až 6 glykoléterovými skupinami v molekule, lineárneho alkán-(C_{12} - C_{18})-sulfonátu, monoalkyl-(C_{12} - C_{18})-esterov kyseliny sulfojantárovej, sulfatizovaných monoglyceridov mastných kyselín, sulfatizovaných alkanolamidov mastných kyselín, alkyl-(C_{12} - C_{18})-esterov kyseliny sulfooctovej, acylsarkozínov, acyltauridov a acylisetionátov s vždy 8 až 18 uhlíkovými atómami v acylovej skupine.

Rovnako je možné použiť aj amfolytické a amfotérne tenzidy, najmä v kombinácii s aniónovými tenzidmi. Obzvlášť výhodné je na posilnenie čistiaceho účinku použitie neiónových tenzidov. Vhodné neiónové tenzidy sú napríklad adičné

produkty etylénoxidu na mastných alkoholoch, na mastných kyselinách, na monoglyceridoch mastných kyselín, na sorbitan-monoesteri mastných kyselín alebo na metylglukozid-monoesteri mastnej kyseliny. Naviazané množstvo etylénoxidu by malo byť pritom také vysoké, aby boli tenzidy vo vode rozpustné, t.j. aby bol rozpustný minimálne 1 g/l vo vode pri 20 °C. Ďalšia skupina vhodných tenzidov sú alkyl-(oligo)-glykozidy s 8 až 16 uhlíkovými atómami v alkylovej skupine a stupňom oligomerizácie glykozidového zvyšku od 1 do 4, ktorých výroba a použitie ako povrchovo aktívnych látok sú známe napríklad z US-A-3,839,318, DE-A-20 36 472, EP-A-77 167 alebo WO-A-93/10132.

Vzhľadom na glykozidový zvyšok platí, že vhodné sú aj monoglykozidy ($x=1$), u ktorých je monosacharidový zvyšok glykozidicky viazaný na mastný alkohol s 10 až 16 uhlíkovými atómami, ako aj oligoméne glykozidy so stupňom oligomerizácie x až 10. Stupeň oligomerizácie je pritom štatistická stredná hodnota, ktorá sa zakladá na rozdelení homológov bežnom pre takéto technické produkty.

Vhodný ako alkyl-(oligo)-glykozid je najmä alkyl-(oligo)-glykozid so vzorcom $RO(C_6H_{10}O)_x-H$, v ktorom je R alkylová skupina s 12 až 14 uhlíkovými atómami a x má strednú hodnotu od 1 do 4.

Najmä na solubilizáciu väčšinou vo vode nerozpustných aromatických olejov môže byť potrebný neiónový solubilizátor zo skupiny povrchovo aktívnych látok. Obzvlášť vhodné na tento účel sú napríklad oxoetylované glyceridy mastných kyselín, oxoetylované parciálne sorbitanestery mastnej kyseliny alebo parciálne estery mastných kyselín glycerín- alebo sorbitanoxoetylátov. Solubilizátory zo skupiny oxoetylovaných glyceridov mastných kyselín zahŕňajú predovšetkým adičné produkty 20 až 60 mol etylénoxidu na mono- a diglyceridoch lineárnych mastných kyselín s 12 až 18 uhlíkovými atómami alebo na triglyceridoch hydroxymastných kyselín ako kyseline oxystearovej alebo ricínolejovej kyseline. Ďalšie vhodné solubilizátory sú oxoetylované parciálne sorbitanestery mastnej kyseliny; to sú najmä adičné produkty 20 až 60 mol etylénoxidu na sorbitanmonoesteri a sorbitandiesteri mastnej kyseliny s 12 až 18 uhlíkovými atómami. Rovnako vhodné solubilizátory sú parciálne estery mastných kyselín glycerín- alebo sorbitanoxo-

etylátov; to sú najmä mono- a diestery od C_{12} - C_{18} -mastných kyselín a adičných produktov 20 až 60 mol etylénoxidu na 1 mol glycerínu alebo na 1 mol sorbitu.

Prostriedky na čistenie zubov podľa vynálezu obsahujú výhodne ako solubilizátor pre prípadne obsiahnuté aromatické oleje adičné produkty 20 až 60 mol etylénoxidu na stuženom alebo nestuženom ricínovom oleji (t.j. na triglyceride kyseliny oxystearovej alebo ricínolejovej), na glycerínmonostearane a/alebo glyceríndistearane alebo na sorbitanmonostearane a/alebo sorbitandistearane.

Ako chuťové látky sú obsiahnuté napríklad sladidlá a/alebo aromatické oleje. Ako aromatické oleje prichádzajú do úvahy všetky prírodné a syntetické arómy použiteľné v prostriedkoch starostlivosti o ústnu dutinu a chrup. Prírodné arómy môžu byť použité vo forme éterických olejov izolovaných z drog ako aj vo forme jednotlivých zložiek izolovaných z týchto. Výhodnejšie by mal byť použitý minimálne jeden aromatický olej zo skupiny oleja mäty piepornej, oleja mäty kučeravej, anízového oleja, badyánovej silice, rascového oleja, eukalyptového oleja, feniklového oleja, škoricového oleja, klinčekovej silice, geraniovej silice, šalviového oleja, pimentového oleja, tymianového oleja, majoránovej silice, bazalkovej silice, citrusovej silice, gaultérovej silice alebo jednej alebo viacerých synteticky vyrobených zložiek týchto olejov izolovaných z týchto. Najdôležitejšie zložky uvedených olejov sú napríklad mentol, karvon, anetol, cineol, eugenol, škoricový aldehyd, karyofylén, geraniol, citronellol, linalol, salven, tymol, terpinen, terpinol, metylchavikol a letylsalycan. Ďalšie vhodné arómy sú napríklad mentylacetát, vanilín, jonon, linalylacetát, rodinol a piperiton.

Okrem toho môžu obsahovať prípravky na čistenie zubov podľa vynálezu terapeutickú účinnú látku na ochranu proti zubnému kazu, zubnému kameňu, paradentóze alebo ostatným chorobám ústnej dutiny alebo zubov. Výhodná obsiahnutá účinná látka je zlúčenina fluóru potlačujúca zubný kaz, najmä zo skupiny fluoridov alebo monofluórfosforečnanov v množstve od 0,1 do 0,5 % hmotn. fluóru. Vhodné zlúčeniny fluóru sú napríklad fluorid sodný, fluorid draselný, fluorid cínu, monofluórfosforečnan sodný (Na_2PO_3F), monofluórfosforečnan draselný alebo fluorid organickej aminozlúčeniny.

Ďalšie vhodné terapeutické účinné látky sú napríklad účinné látky proti tvorbe zubného kameňa, napríklad organofosfonáty ako 1-azacykloheptán-2,2-difosfónová kyselina (sodná soľ) alebo 1-hydroxyetán-1,1-difosfónová kyselina (sodná soľ) alebo antimikrobiálne inhibítory plakov ako napríklad hexachlorofén, chlórhexidín, hexeditín, triklozán, brómchlorofén, ester kyseliny fenylsalicylovej. V zubných pastách podľa vynálezu môžu byť obsiahnuté aj látky, ktoré majú podporný účinok na remineralizáciu a na zamedzenie poškodenia zubov, ako napríklad fosforečnan vápenatý dihydrát, najmä v kombinácii s horečnatými iónmi.

Vo výhodnejšej forme uskutočnenia vynálezu obsahujú zubné pasty podľa vynálezu napríklad dodatočne 1 až 10 % hmotn. fosforečnanu vápenatého dihydrátu (Brushit) a 0,1 až 0,5 % hmotn. horečnatých iónov, najmä vo forme vo vode rozpustnej horečnatej soli, napríklad síranu horečnatého, fluoridu horečnatého alebo monofluórfosforečnanu horečnatého.

Na záver môžu zubné pasty podľa vynálezu obsahovať ešte ďalšie zložky, ktoré sú bežné v prostriedkoch starostlivosti o chrup a neznižujú efekty podľa vynálezu. Takéto bežné prísady v zubných pastách sú napríklad:

- ďalšie leštiace prostriedky v menších množstvách napríklad 1 až 10 % hmotn. uhličitanu vápenatého (krieda), nerozpustný metafosforečnan sodný, pyrofosforečnan vápenatý, hydroxylapatit, hydroxid hlinitý, hlinitokremičitany sodné (zeolit A) alebo organické polyméry v tvare častíc, napríklad polymetakrylát,
- pigmenty, napríklad oxid titaničitý alebo oxid zinočnatý,
- farbivá,
- látky na nastavenie hodnoty pH a pufrý, napríklad citran sodný alebo hydrogen-uhličitan sodný, benzoan sodný,
- látky liečiace rany a potlačujúce zápaly, napríklad allantoin, močovina, pantenol, azulén alebo rumančekový extrakt,
- konzervačné látky ako napríklad soli kyseliny sorbovej, ester kyseliny *p*-hydroxybenzoovej.

Nasledovné príklady majú bližšie objasniť podstatu vynálezu.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Boli zhotovené nasledovné zubné pasty:

Zloženie	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
$\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ (Na-tripolyfosforečnan)	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
$\text{Na}_2\text{PO}_3\text{F}$ (Na-monofluórfosforečnan)	-	0,8	-	-	-
NaF	0,24	-	0,24	0,24	0,24
Na-sacharinát	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
oxid titaničitý	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
PHB-metylester	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
karboxymetylcelulóza	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25
sorbit (70%-ný)	32,0	32,0	32,0	32,0	32,0
1,2-propylénglykol	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	-	-	-
aromatický olej	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
voda	do 100	do 100	do 100	do 100	do 100

Pokračovanie tabuľky

Zloženie	6	V1	V2	V3
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 PO ₃ F	0,8	0,8	0,8	0,8
NaF	-	-	-	-
Na-sacharinát	0,1	0,1	0,1	0,1
oxid titaničitý	0,5	0,5	0,5	0,5
PHB-metylester	0,1	0,1	0,1	0,1
karboxymetylcelulóza	1,25	1,25	1,25	1,25
sorbit (70%-ný)	32,0	32,0	32,0	32,0
1,2-propylénglykol	5,0	5,0	5,0	5,0
Arlatone 289 (8)	1,0	1,0	1,0	1,0
aromatický olej	0,8	0,8	0,8	0,8
voda	do 100	do 100	do 100	do 100

Boli použité nasledovné predajné produkty:

- | | |
|--|---|
| (1) Sident® 8 :
(DEGUSSA) | kyselina kremičitá – leštiaci prostriedok
stredná veľkosť častíc: 10,0 µm
zvyšok na site 45 µm: ≤ 0,3 %
hustota lisovania: 300 g / l |
| (2) Sorbosil AC 39 :
(Crosfield Ltd.) | kyselina kremičitá – leštiaci prostriedok
stredná veľkosť častíc: 9 až 13 µm |
| (3) Zeodent 113
(Huber Chemicals) | kyselina kremičitá – leštiaci prostriedok
stredná veľkosť častíc: 12 µm
zvyšok na site 45 µm: max. 1,0 %
špecifický povrch (BET) : 150 m ² /g |

(4)	Zeodent 623 (Huber Chemicals)	kyselina kremičitá – leštiaci prostriedok stredná veľkosť častíc: 10 μm zvyšok na site 45 μm : max. 0,5 % špecifický povrch (BET) : 250 m^2/g
(5)	Poliertonerde P10 feinst (Giulini Chemie)	oxid hlinitý – leštiaci prostriedok stredná veľkosť aglomerátov: < 20 μm (min 99 %) veľkosť primárnych častíc: približne 1 μm stupeň kalcinácie: slabý
(6)	Precarb 100	uhličitan vápenatý (krieda) hustota lisovania: 0,5 g/ml špecifický povrch: 9,0 m^2/g
(7)	Cremophor RH 60	hydr. ricínový olej + 60 mol EO
(8)	Arlatone 289	hydr. ricínový olej + 54 mol EO teplota topenia: 39 °C hodnota HLB: 14,4

Stanovenie čistiaceho účinku (CRS)

Skúšobná metóda

Povrch hovädzích zubov bol kondicionovaný, pri definovaných podmienkach zafarbený čajom a pri definovaných podmienkach očistený so skúšobnou zubnou pastou. Takto dosiahnuté zosvetlenie bolo kolorimetricky stanovené a porovnané so zosvetlením, ktoré bolo dosiahnuté pomocou štandardizovanej skúšobnej zubnej pasty.

Príprava vzoriek

Hovädzie rezáky boli narezané do blokov 7 x 7 mm a bloky boli tak upevnené voskom na plexisklový kváder (1 x 2,5 x 2,5 cm), že voľný zostal iba povrch skloviny. Povrch skloviny bol tak vyleštený, kým nevyzeral jednotne hladký.

Kondicionovanie vzoriek

Namontované bloky zubov boli postupne ponorené do 0,12 N kyseliny chlorovodíkovej (60 s), nasýteného roztoku Na_2CO_3 (120 s) a 1%-ného roztoku kyseliny fytínovej (60 s). Po každej úprave boli vzorky opláchnuté odsolenou vodou a osušené savým papierom. Vzorky zubov boli potom zavesené do špiniaceho prístroja a 5 dní bolo s nimi pohybované v roztoku čierneho čaju pri 20 °C. Čajový roztok bol pripravený extrakciou 1,5 g čajového vrečka pomocou 300 g vriacej vody (10 minút) a dvakrát denne bol obnovovaný.

Pokusy čistenia

Namontované bloky zubov boli potom vložené do Grabenstetterovho V-8-kefovacieho prístroja a čistené suspenziou zubnej pasty z 20 g pasty a 40 g odsolenej vody pomocou mäkkej zubnej kefky Oral-B prítláčnou silou 150 g. Ako štandard čistenia bola použitá suspenzia 10 g pyrofosforečnanu vápenatého v 50 g napučanej karboxymetylcelulózy (0,5 % CMC, 10% glycerín, 89,5 % voda). Čistiaci účinok tohto štandardu bol definovaný ako hodnota 100 %.

Meranie čistiaceho účinku

Meranie zosvetlenia bolo uskutočnené pomocou meracieho prístroja diferencie farebnosti podľa Dr. Langeho (typ Micro Color (DC 8334)) podľa Nemeckej priemyselnej normy DIN 5033. Bola použitá xenónová lampa, normálne svetlo D 65, vyrobené zodpovedajúc dennému svetlu. Ako štandard farby slúžil síran bárnatý.

Bolo uskutočnené dvojnásobné meranie kruhovitej oblasti s priemerom 7 mm na povrchu vzoriek. Pre každú vzorku zubnej pasty bolo použitých 8 zafarbených vzoriek zubov a vytvorená stredná hodnota. Ako skúšobný parameter bola použitá podľa DIN 5033 normovaná hodnota farby Y, ktorá slúžila ako miera svetlosti farby.

Meranie svetlosti bolo uskutočnené vždy po 1000 zdvihoch kefky. Čistiaci účinok CRS (cleaning ratio soft) sa určí z

$$\text{CRS [\%]} = \frac{\text{stredná normovaná hodnota farebnosti Y – prírastok s testovanou pastou}}{\text{stredná normovaná hodnota farebnosti Y – prírastok so štandardom čistenia}} \cdot 100 [\%]$$

Stanovenie abrazívnosti (RDA)

Na stanovenie abrazívnosti bola použitá RDA-metodika (radioactive dentin abrasion) podľa Grabenstetterovho postupu laboratória Missouri Analytical Laboratories, St. Louis, MO (porovnaj J.Dent.Res. 17, 1060-1068 (1958)).

Výsledok

Príklad	1	2	3	4	5	6	V1	V2	V3
CRS %	90	88	103	98	73	97	80	64	31
RDA %	n.s.*	66	55	95	69	n.s.	n.s.	57	n.s.

*(n.s. = nestanovené)

Výsledky ukazujú, že bez oxidu hlinitého (V1 až V3) sa dosiahla napriek vysokému obsahu tripolyfosforečnanu nižšia čistiaca sila ako u pást podľa vynálezu (1 až 4), a oter skloviny bol napriek vysokej čistiacej výkonnosti takmer nezvýšený oproti porovnávacím pastám.

P Á T E N T O V É N Á R O K Y

1. Prostriedok na čistenie zubov vo forme vodnej, pastovitej alebo kvapalnej disperzie s obsahom 10 až 30 % hmotn. kombinácie leštiacich prostriedkov z leštiacich prostriedkov kyseliny kremičitej a oxidu hlinitého v hmotnostnom pomere 10 : (0,2 až 2) a 20 až 50 % hmotn. prostriedku na udržanie vlhkosti zo skupiny sorbit, glycerín, propylénglykol-1,2, polyetylénglykol a ich zmesí, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že na zvýšenie čistiaceho účinku obsahuje kondenzovaný fosforečnan zo skupiny tripolyfosforečnanu, pyrofosforečnanu alebo trimetafosforečnanu vo forme alkalickéj alebo amónnej soli v množstve 2 až 12 % hmotn.

2. Prostriedok na čistenie zubov podľa nároku 1, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že ako oxid hlinitý obsahuje najmä slabo kalcinovaný oxid hlinitý s obsahom minimálne 10 % hmotn. alfa-oxidu hlinitého rôznych modifikácií Al_2O_3 .

3. Prostriedok na čistenie zubov podľa jedného z nárokov 1 alebo 2, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že ako prostriedok na udržanie vlhkosti obsahuje sorbit v množstve od 25 do 40 % hmotn.

4. Prostriedok na čistenie zubov podľa jedného z nárokov 1 až 3, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že ako kondenzovaný fosforečnan obsahuje 5 až 10 % hmotn. tripolyfosforečnanu sodného alebo draselného.

5. Prostriedok na čistenie zubov podľa jedného z nárokov 1 až 4, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že ako leštiaci prostriedok kyseliny kremičitej obsahuje koagulačnú kyselinu kremičitú s veľkosťou častíc od 5 do 20 μm a špecifickým povrchom (BET) od 100 do 300 g/l.

6. Prostriedok na čistenie zubov podľa jedného z nárokov 1 až 5, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že je obsahuje fluórovú zlúčeninu, najmä zo skupiny fluoridov alebo monofluórfosfátov v množstve od 0,1 do 0,5 % hmotn. fluóru.