



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 107920966 B

(45) 授权公告日 2020.11.06

(21) 申请号 201680044653.7

(22) 申请日 2016.07.13

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 107920966 A

(43) 申请公布日 2018.04.17

(30) 优先权数据  
2015-152829 2015.07.31 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日  
2018.01.30

(86) PCT国际申请的申请数据  
PCT/JP2016/070694 2016.07.13

(87) PCT国际申请的公布数据  
W02017/022436 JA 2017.02.09

(73) 专利权人 株式会社GC  
地址 日本东京都

(72) 发明人 高桥慎 仓员麻奈实 伏岛步登志

(74) 专利代理机构 隆天知识产权代理有限公司  
72003

代理人 李英艳 张永康

(51) Int.Cl.  
A61K 8/24 (2006.01)  
A61K 8/22 (2006.01)  
A61K 8/34 (2006.01)  
A61K 8/39 (2006.01)  
A61Q 11/00 (2006.01)

(56) 对比文件  
CN 1438868 A, 2003.08.27  
WO 2007090192 A2, 2007.08.09  
US 2004202621 A1, 2004.10.14

审查员 吕飞

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

牙齿漂白用组合物

(57) 摘要

一种包含漂白成分、金属离子螯合剂、水以及多元醇的牙齿漂白用组合物,所述水和所述多元醇的重量比为水:多元醇=3.5:1~20:1,而且,在组合物中,所述水和所述多元醇的总量为50重量%以上且85重量%以下。

1. 一种牙齿漂白用组合物,其特征在于,其是包含漂白成分、金属离子螯合剂、水以及多元醇的牙齿漂白用组合物,所述金属离子螯合剂是缩合磷酸及其盐,所述金属离子螯合剂的含量为6重量%以上且20重量%以下,所述水和所述多元醇的重量比为水:多元醇=3.5:1~20:1,在组合物中,所述水和所述多元醇的总量为50重量%以上且85重量%以下,所述漂白成分的种类为过氧化氢和/或过氧化脲,所述漂白成分的含量为2~20重量%。

## 牙齿漂白用组合物

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种牙齿漂白用组合物。

### 背景技术

[0002] 通常认为牙齿的白度是美容上的重要要素,近年来对牙齿漂白的需要日益升高。作为这种牙齿的漂白方法,通常的方法是:对沉积在牙齿上的色素应用包含漂白成分的组合物,通过其作用将色素无色化或除去。

[0003] 作为用于牙齿漂白的组合物,例如,已知由硅酸镁钠、过氧化脲、多元醇、以及能在该多元醇中溶胀的增稠剂组成的组合物(例如,参照专利文献1)。但是,由于该组合物不包含水,因此,存在漂白成分渗透到牙齿表面的渗透力弱、漂白能力低的问题。

[0004] 另一方面,当组合物中存在水时,存在以下保存稳定性的问题:在保存过程中(未使用时)过氧化氢、过氧化脲等漂白成分分解、组合物的漂白性能降低。

[0005] 为了解决上述保存稳定性的问题,公开了由膏状的第一成分以及膏状的第二成分组成的膏状的牙科用漂白材料,所述膏状的第一成分在液状成分中配合有粉末状的过氧化氢聚乙烯吡咯烷酮复合物,所述膏状的第二成分在液状成分中配合有使过氧化氢活化的催化剂以及增稠材料(例如,参照专利文献2)。但是,过氧化氢聚乙烯吡咯烷酮复合物由于是复合物,因此,与通常的过氧化氢相比自由基产生量更少,存在长期保存后不能得到充分的漂白性能的问题。

[0006] 另外,若其为双成分体系,则能够解决保存稳定性的问题,但是在使用时需要进行混合操作,存在操作繁杂的问题。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献1:日本特开2005-60267号公报;

[0010] 专利文献2:日本特开2007-8874号公报。

### 发明内容

[0011] 发明所要解决的问题

[0012] 因此,本发明的课题在于,提供一种单膏体系的牙齿漂白用组合物,其漂白性能好且保存稳定性优异。

[0013] 解决问题的技术手段

[0014] 本发明人等为了解决上述问题而进行了精心研究,其结果发现,只要包含漂白成分、金属离子螯合剂、水以及多元醇,并且水与多元醇的重量比为特定的范围且水和多元醇的总量在特定的范围内,就能够提供单膏体系的、漂白性能好且保存稳定性优异的牙齿漂白用组合物,从而完成了本发明。

[0015] 即,本发明是一种牙齿漂白用组合物,其特征在于,其是包含漂白成分、金属离子螯合剂、水以及多元醇的牙齿漂白用组合物,所述水和所述多元醇的重量比为水:多元醇=

3.5:1~20:1,而且,在组合物中,所述水和所述多元醇的总量为50重量%以上且85重量%以下。

[0016] 发明效果

[0017] 本发明的牙齿漂白用组合物是单膏体系且包含水的优异的牙齿漂白用组合物,其漂白性能好,即使在长期保存过程中品质也不会劣化。

### 具体实施方式

[0018] 下面,对本实施方式的牙齿漂白用组合物进行详细说明。

[0019] 本实施方式的牙齿漂白用组合物,其特征在于,其是包含漂白成分、金属离子螯合剂、水以及多元醇的牙齿漂白用组合物,所述水和所述多元醇的重量比为水:多元醇=3.5:1~20:1,而且,在组合物中,所述水和所述多元醇的总量为50重量%以上且85重量%以下。

[0020] 本实施方式的牙齿漂白用组合物所含的漂白成分是将附着于牙齿表面的色素无色化或除去等从而进行漂白的物质。具体而言,其是能够产生自由基的物质,代表性的漂白成分为过氧化物。例如,可举出过氧化氢、过氧化脲、过硼酸盐、过碳酸盐、过磷酸盐、过氧化钙、过氧化镁等。另外,也可以使用亚氯酸、次氯酸等不产生过氧化氢的物质。其中,特别优选过氧化氢或过氧化脲。这些物质也可以同时使用两种以上。但是,与不是复合物形式的过氧化物相比,过氧化氢聚乙烯吡咯烷酮复合物等复合物形式的过氧化物具有自由基产生量少的倾向,因此,优选不配合复合物形式的过氧化物。

[0021] 在牙齿漂白用组合物中,漂白成分的配合量优选为1重量%以上且30重量%以下。通过设为1重量%以上,能够保持漂白能力,通过设为30重量%以下,能够保持保存稳定性。进一步优选为3重量%以上且25重量%以下。

[0022] 本实施方式的牙齿漂白用组合物所含的金属离子螯合剂具有化学捕捉铂离子、铁离子、锰离子等金属离子的作用,所述金属离子有可能以微量杂质的形式混入组合物中,并促进漂白成分的分解,从而使组合物的保存稳定性降低,所述金属离子螯合剂具有提高组合物的保存稳定性的作用。作为金属离子螯合剂,可举出缩合磷酸及其盐,具体而言,可举出偏磷酸、三聚磷酸、四聚磷酸、焦磷酸、六偏磷酸、偏磷酸钠、三聚磷酸钠、四聚磷酸钠、焦磷酸钠、正磷酸钠、六偏磷酸钠、偏磷酸钾、三聚磷酸钾、四聚磷酸钾、焦磷酸钾、正磷酸钾、六偏磷酸钾等。作为除缩合磷酸以外的金属离子螯合剂,可举出柠檬酸、甘氨酸、乙二胺四乙酸、琥珀酸、己二酸以及这些物质的盐。这些物质也可以同时使用两种以上。

[0023] 在金属离子螯合剂中,当配合大量水时,缩合磷酸及其盐具有保存稳定性特别优异的倾向,因此特别优选。

[0024] 在牙齿漂白用组合物中,金属离子螯合剂的配合量优选为0.1重量%以上且20重量%以下。通过设为0.1重量%以上,能够保持漂白成分的保存稳定性;通过设为20重量%以下,能够保持漂白能力。进一步优选为0.5重量%以上且10重量%以下。

[0025] 本实施方式的牙齿漂白用组合物包含作为溶剂的水以及多元醇,其重量比为水:多元醇=3.5:1~20:1,而且,在组合物中,水和多元醇的总量为50重量%以上且85重量%以下。如果水和多元醇的配合量在上述范围内,则成为单膏体系且漂白性能好的优异的牙齿漂白用组合物,而且在长期保存过程中品质也不会劣化。

[0026] 多元醇是指一分子中具有两个以上的羟基的醇。作为多元醇,例如,可举出甘油、

二甘油、聚甘油、丙二醇、二丙二醇、聚丙二醇、乙二醇、二甘醇、聚乙二醇、聚乙二醇单甲醚、1,2-戊二醇、1,2-己二醇、1,2-辛二醇、山梨糖醇、甘露醇等。这些物质也可以同时使用两种以上。

[0027] 配合在组合物中的水与多元醇的重量比为水:多元醇=3.5:1~20:1。通过将水的比例设为水:多元醇=3.5:1以上,能够保持漂白能力;通过将水的比例设为水:多元醇=20:1以下,能够保持保存稳定性。进一步优选为水:多元醇=5:1~8:1。

[0028] 在组合物中,配合在组合物中的水和多元醇的总量为50重量%以上且85重量%以下。通过设为50重量%以上,能够保持漂白能力;通过设为85重量%以下,能够保持保存稳定性。进一步优选为55重量%以上且80重量%以下。

[0029] 进一步地,除了上述条件以外,在组合物中,水的配合量为50重量%以上且75重量%以下时,漂白能力更强,因此优选。进一步优选为55重量%以上且70重量%以下。

[0030] 本实施方式的牙齿漂白用组合物也能够包括除了水和多元醇以外的溶剂。作为除了水和多元醇以外的溶剂,例如,可举出甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇、2-甲基-2-丙醇等一元醇、丙酮、己烷、苯、甲苯等。但是,由于除了水和多元醇以外的溶剂的配合量多时,具有漂白能力降低的倾向,因此,除了水和多元醇以外的溶剂优选为组合物的10重量%以下。进一步优选为5重量%以下。

[0031] 本实施方式的牙齿漂白用组合物还能够包含增稠剂。通过包含增稠剂,能够赋予牙齿漂白用组合物粘性,能够提高操作性。作为增稠剂,例如,可举出纤维素葡萄糖酸钠、海藻酸钠、羧甲基纤维素、羧甲基纤维素钠、羧甲基纤维素钙、聚羧乙烯、甲基乙烯基醚/马来酸酐共聚物、二甲基聚硅氧烷、羧甲基淀粉钠、淀粉磷酸酯钠、聚丙烯酸钠、甲基纤维素、结晶纤维素、羟乙基纤维素、羟甲基纤维素、羟丙基纤维素、聚乙烯吡咯烷酮等有机系增稠剂;硅酸镁钠、硅酸镁钠锂、丙烯酸/二十二碳酸共聚物、碳酸钙、硅酸钙、硅酸镁、二氧化硅粉末、各种玻璃类、非晶质水合硅酸、气相二氧化硅等无机系增稠剂;羧乙烯基聚合物等。这些增稠剂也可以同时使用两种以上。

[0032] 在组合物中配合增稠剂时的配合量优选为0.5重量%以上且30重量%以下。通过设为0.5重量%以上,能够使提高牙齿漂白用组合物的粘性的效果充分,例如容易停留在牙面;通过设为30重量%以下,能得到适度的粘性。进一步优选为1重量%以上且25重量%以下。

[0033] 本实施方式的牙齿漂白用组合物还能够包含着色剂。通过配合着色剂,提高组合物的可视性。作为着色剂,可举出氧化钛、二氧化硅、氧化锌、氧化铝、氧化镁、氧化锆等。这些着色剂也可以同时使用两种以上。

[0034] 在牙齿漂白用组合物中配合着色剂时的配合量优选为0.01重量%以上且5重量%以下。通过设为0.01重量%以上,能够使膏的着色效果充分;通过设为5重量%以下,能够保持保存稳定性。

[0035] 优选将本实施方式的牙齿漂白用组合物的pH调整为5.5以上且9.5以下。通过将pH设为5.5以上,能够防止牙齿的脱钙;通过将pH设为9.5以下,能够保持牙齿漂白用组合物的保存稳定性。

[0036] 为了调整本实施方式的牙齿漂白用组合物的pH,还能够包含pH调整剂。作为pH调整剂,可举出磷酸二钠、氢氧化钾、氢氧化钠、氢氧化铵、碳酸钠、单乙醇胺、二乙醇胺、三乙

醇胺等。这些pH调整剂也可以同时使用两种以上。

[0037] 在牙齿漂白用组合中配合pH调整剂时的配合量优选为0.1重量%以上且25重量%以下。通过设为0.1重量%以上,能够使pH调整效果充分;通过设为25重量%以下,能够保持保存稳定性。

[0038] 在本实施方式的牙齿漂白用组合中,除了前述成分以外,还可以添加香料、色素、稳定剂、溶剂等。

[0039] 实施例

[0040] 下面,举出实施例(E1~E10)和比较例(C1~C10)进一步详细地说明本实施方式,但本发明并不受这些实施例限定。

[0041] 以表1和表2所示的组合将原料成分进行混炼,制备膏状的牙齿漂白用组合。使用该牙齿漂白用组合进行以下的试验,对本实施方式的牙齿漂白用组合进行评价。需要说明的是,表1和表2中的数值的单位为重量%。

[0042] <漂白成分释放量>

[0043] 将已制备的各牙齿漂白用组合0.02g涂布于20mm×20mm×0.1mm的透明片(材质:聚对苯二甲酸乙二醇酯),用同样的透明片夹着所述牙齿漂白用组合以使整体(两个透明片+牙齿漂白用组合)的总厚度为0.5mm。将其轻轻地投入到玻璃容器中的30mL的蒸馏水中并浸渍。在37℃条件下静置2小时,轻轻地采取25mL上清液。按照JIS T 6542:2013“牙面漂白材料”中的“过氧化氢浓度的试验方法”对该上清液进行氧化还原滴定。此时,由于浓度低于通常用于浓度测定的滴定,因此,使用0.01M硫代硫酸钠溶液进行滴定。将得到的过氧化氢的量换算成其的1.2倍,计算“释放到30mL蒸馏水中的过氧化氢的量”。另外,根据JIS T 6542:2013“牙面漂白材料”中的“过氧化氢浓度的试验方法”的氧化还原滴定求出“0.02g的牙齿漂白用组合所含的过氧化氢的量”。

[0044] 漂白成分释放率(%) = (释放到30mL的蒸馏水中的过氧化氢的量) / (0.02g的牙齿漂白用组合所含的过氧化氢的量) × 100

[0045] 需要说明的是,从漂白性能的观点出发,漂白成分释放率优选为30%以上。

[0046] <牙齿漂白试验>

[0047] 将拔出的牛前牙的牙根部切除后,除去牙髓,作为漂白试验的试验片。首先,测定试验片表面的色调(CIE L\*a\*b\*值)。然后,涂布已制备的各牙齿漂白用组合后,在温度为37℃且相对湿度为100%的环境下保管2小时,然后进行水洗。反复进行从所述涂布到水洗的一系列的操作共14次后,测定试验片表面的色调(CIE L\*a\*b\*值)。计算漂白试验前后的色差 $\Delta E_{ab^*}$ ( $= \sqrt{((\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2)}$ ),将其作为漂白产生的颜色变化。需要说明的是,由于色差 $\Delta E_{ab^*}$ 越大表示漂白性能越好,因此,用以下指标对漂白产生的颜色变化进行评价。用以下指标对漂白产生的颜色变化进行评价。将评价结果示于表1和表2中。

[0048] AA:  $\Delta E_{ab^*}$ 为8以上

[0049] A:  $\Delta E_{ab^*}$ 为4以上且小于8

[0050] B:  $\Delta E_{ab^*}$ 为小于4

[0051] <保存性试验>

[0052] 将制备的各牙齿漂白用组合填充在注射器中,然后,在23℃条件下静置。在第一天以及规定的天数,按照JIS T 6542:2013“牙面漂白材料”中的“过氧化氢浓度的试验方

法”进行氧化还原滴定。求出过氧化氢浓度降至小于初始浓度的70%所需要的天数。

[0053] 需要说明的是,从保存稳定性的观点出发,上述天数优选为350天以上。

[0054] <pH测定>

[0055] 使已制备的各牙齿漂白用组合物1g在蒸馏水19g中完全溶解,用pH测定器测定pH。

[0056] 表1

[0057]

	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8	E9	E10	
水	60.3	41	60.3	77	80	55.3	42	60	47.6	55.6	
多元醇	聚乙二醇	14.5	11		2	4.8	8	3.3	2	2	
	丙二醇				2			3.3	2	4.6	
	甘油			10.5			7.5	3.3	2	3.5	
pH 调整剂	氢氧化钠		4	3	1		3	5		3	
	氢氧化钾	0.1		2		2		3	0.4	0.9	0.3
漂白成分	过氧化氢	10	3	5	2	2		3			
	过氧化脲		10	5			10	10	15	20	18
增稠剂	聚乙烯吡咯烷酮		5				3	7	7	5	5
	聚羧乙烯		5	5				10	3		5
	甲基丙烯酸酯/马来酸酐共聚物	7		2	10	5	4			5	
金属离子螯合剂	焦磷酸钠	2			3				8		
	三磷酸钠	5	10	3	3		3				
	偏磷酸钠		5			6	5	3			5
	六偏磷酸钠		5	4				3			5
着色剂	柠檬酸							3		10	
	二氧化钛	0.1		0.1		0.1	0.1		0.1		
其他添加物	氧化锌		1				0.1	1		1	1
	香料	1		0.1		0.1	1	0.1	0.5	2	0.5
总计	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
水/醇类 比	4.2	3.7	5.7	19.3	16.7	3.6	4.2	10.0	8.7	12.1	
水 醇类 总量	74.8	52.0	70.8	81.0	84.8	70.8	51.9	66.0	53.1	60.2	
试验结果	漂白成分释放量 (%)	35	32	41	61	53	34	30	48	44	50
	漂白试验	A	A	AA	AA	AA	A	A	AA	AA	AA
	保存性试验 (天)	670	700	530	390	380	710	680	460	500	450
	pH	9	5.9	6.2	7.1	6.7	9.4	6.8	7.5	5.6	8.6

[0058] 表2

[0059]

	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	
水	48.5	55	61.4	55	76.8	40		55	50	68	
多元醇	聚乙二醇			8.3			8	8		3.2	
	丙二醇	15		4		5	30		20		
	甘油	15	34.9	15	8		30	11			
pH 调整剂	氢氧化钠		2	2	5	2	2	2	0.4	0.8	
	氢氧化钾	0.5	1	0.1	0.2	0.1	7		1	3	
漂白成分	过氧化氢	5			3				3	3	
	过氧化脲	5		7		10	10	10		3	10
增稠剂	聚乙烯吡咯烷酮		4		10	5	5	2		2	
	聚羧乙烯	3	3	7		5	10	8	5		
	甲基乙烯基醚/马来酸酐共聚物	7		3					5	8	10
金属离子螯合剂	焦磷酸钠						3	3		5	
	三磷酸钠				10					2	
	偏磷酸钠						5		10	5	5
	六偏磷酸钠						5	5			
	柠檬酸						8				
着色剂	二氧化钛		0.1			0.1	1	1		0.1	
	氧化锌							0.5		0.5	0.5
其他添加物	香料	1		0.5	0.5	1	1	0.5		0.5	
总计	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
水/醇类 比	1.6	1.6	3.2	3.4	-	8.0	0	2.9	2.5	21.3	
水 醇类 总量	78.5	89.9	80.4	71.3	76.8	45.0	68	74.0	70.0	71.2	
试验结果	漂白成分释放率 (%)	12	12	30	21	65	23	7	18	17	62
	漂白试验	B	B	A	B	AA	B	B	B	B	AA
	保存性试验 (天)	200	180	140	690	80	540	800	780	720	130
	pH	8	7	7.2	7.3	5.9	6.1	7.2	6.8	6.9	5.6

[0060] 如表1所示,对于满足水与多元醇的重量比为水:多元醇=3.5:1~20:1、而且水和多元醇的总量在组合物中为50重量%以上且85重量%以下的条件的实施例(E1~E10)而言,漂白成分释放率均为30%以上,牙齿漂白试验的评价结果也良好,为“AA”或“A”。另外,对于实施例(E1~E10)而言,保存性试验中的过氧化氢浓度降至小于初始浓度的70%所需要的天数均为350天以上。

[0061] 另一方面,如表2所示,对于水与多元醇的重量比、以及水和多元醇的总量这两者或其中一者不满足上述条件的比较例(C1~C10)而言,难以满足漂白性能以及保存稳定性两者。

[0062] 以上,对本发明的优选实施方式以及实施例进行了详细描述,但本发明并不受上述特定的实施方式以及实施例限定,在权利要求书中记载的本发明的要旨的范围内能够进行各种变形、变更。

[0063] 该国际申请是基于2015年7月31日申请的日本专利申请2015-152829号而提出的,要求该日本专利申请的优先权,其全部内容援用于本文。