

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

289 893

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1997 - 853
(22) Přihlášeno: 20.09.1995
(30) Právo přednosti:
21.09.1994 EP 1994/94202701
(40) Zveřejněno: 15.10.1997
(Věstník č. 10/1997)
(47) Uděleno: 21.02.2002
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 17.04.2002
(Věstník č. 4/2002)
(86) PCT číslo: PCT/EP95/03698
(87) PCT číslo zveřejnění: WO 96/09034

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁷:
A 61 K 7/16

(73) Majitel patentu:

UNILEVER N. V., Rotterdam, NL;

(72) Původce vynálezu:

Vernon Peter George, Hickling, GB;

(74) Zástupce:

Korejzová Zdeňka JUDr., Břehová 1, Praha 1,
11000;

(54) Název vynálezu:

Orální prostředek

(57) Anotace:

Vynález se týká výrobků pro péči o ústní dutinu, jako jsou zubní pasty, ze zlepšeným senzoričtí vnímaným čistícím účinkem. Toho je dosaženo zahrnutím aglomerátů do prostředků péče o ústní dutinu. Aglomeráty v podstatě neobsahují organická a/nebo anorganická pojiva a jsou vytvořeny alespoň ze dvou chemicky a/nebo fyzikálně odlišných částicových materiálů o určené velikosti částic. Zahrnutí látek, majících léčebný účinek na zuby či dásně, jako je citrát zinečnatý, do aglomerátů, poskytuje další přínos tím, že látka je z aglomerátů uvolňována pomalu, což zajišťuje dodávání této látky v dlouhém časovém úseku. Během použití se budou pískovitě působící aglomeráty rozpadat na menší částice a poskytovat tak uživateli pocit počátečního čištění a následného vyhlazení.

CZ 289893 B6

Orální prostředek

Oblast techniky

5

Předkládaný vynález se týká orálních prostředků pro používání v lidských ústech. Konkrétněji se pak týká orálních prostředků, obsahujících aglomeráty částicových materiálů, a tyto aglomeráty poskytují orálním prostředkům smyslový, sensorický přínos, který je postřehnutelný během používání těchto orálních prostředků.

10

Předkládaný vynález se zvláště konkrétně týká orálních prostředků, obsahujících aglomerovaný (nahlouchený) částicový materiál, který obsahuje alespoň částicové zubní abrasivně působící čisticí činidlo, udělující orálnímu prostředku smyslově postřehnutelný přínos při čištění.

15

Dosavadní stav techniky

20

25

Orální prostředky výše zmíněného typu již byly v oboru navrženy. V patentových přihláškách EP-A-269 966, EP-A-473 171 a GB-A-2 252 042 byly popsány orální prostředky, obsahující granule, vytvořené z částicových zubních abrasivních čisticích činidel, která byla aglomerována za pomoci organických nebo anorganických pojiv. Během použití takových orálních prostředků v ústech spotřebitel vnímá přítomnost těchto granulí, což mu poskytuje smyslový vjem čisticí účinnosti. Během čištění zubů těmito orálními prostředky jsou pak granule „rozmělnovány“ tlakem kartáčku, aby se rozpadaly na menší částice, poskytující lešticí, vyhlazující účinek, který spotřebitel smyslově vnímá jako pocit jemnosti orálního prostředku i zubů. Typické příklady takových granulí jsou vytvořeny ze zeolitu a koloidního křemíku, za použití hořečnatých metakřemičitanů nebo ethylcelulosy jako pojiva.

30

V patentové přihlášce GB-A-2 272 640 jsou popsány orální prostředky s abrasivními částicemi, které jsou drolivé za podmínek, při nichž se prostředky používají. Tyto částice jsou vytvořeny z částicového zubního abrasivního čisticího činidla jako je oxid křemičitý, aglomerovaného působením vody a následným vysušením bez přítomnosti anorganického nebo organického vodou nerozpustného pojiva.

35

Ačkoli tyto dřívější návrhy mohou vést k orálním prostředkům, schopným poskytovat jistý smyslový přínos, není tento přínos v některých ohledech příliš zřetelný. Kromě toho, pokud jsou aglomerovány směsi různorodých materiálů, vyžaduje to použití organického či anorganického pojiva, což činí výrobu takových aglomerátů finančně náročnější.

40

Podstata vynálezu

Autoři tohoto vynálezu nyní zjistili, že aglomeráty, v zásadě neobsahující organická a/nebo anorganická pojiva a mající:

45

A) velikost částic takovou, že hodnota D_{10} je rovna nebo větší než 50 mikrometrů, hodnota D_{90} je rovna nebo menší než 2000 mikrometrů a D_{50} leží v rozmezí od 80 mikrometrů do 1500 mikrometrů, přičemž jsou uvedené aglomeráty vytvořeny z alespoň dvou částicových materiálů a tyto materiály se vzájemně chemicky a/nebo fyzikálně odlišují, tak aby alespoň jeden částicový materiál měl

50

B) velikost částic takovou, že hodnota D_{10} je rovna nebo větší než 0,1 mikrometru a hodnota D_{90} je rovna nebo menší než 80 mikrometrů, přičemž hodnota D_{50} leží v rozmezí od 4 mikrometrů do 35 mikrometrů, a

55

C) alespoň jeden další částicový materiál má velikost částic takovou, že hodnota D_{10} je rovna nebo větší než 0,1 mikrometru a hodnota D_{90} je rovna nebo menší než 100 mikrometrů, přičemž hodnota D_{50} leží v rozmezí od 9 mikrometrů do 70 mikrometrů;

- 5 poskytují, pokud jsou začleněny do orálního prostředku, takový orální prostředek, který spotřebiteli přináší smyslově postřehnutelný čistící a vyhlazující účinek během použití takového orálního prostředku na čištění zubů.

10 Hodnota D_{10} je velikost částic, vztahující se k nejvýše 10 hmotnostním % celkového množství částic; hodnota D_{10} rovná 50 mikrometrům tedy například znamená, že ne více než 10 hmotnostních procent z celkového množství částic může mít velikost částice 50 mikrometrů nebo menší. Hodnota D_{50} udává velikost částice, kdy 50 hmotnostních % z celkového množství částic převyšuje uvedenou hodnotu a 50 hmotnostních % z celkového množství částic je menší než udaná hodnota.

15 Hodnota D_{90} je taková velikost částic, kdy 90 hmotnostních % z celkového množství částic by mělo být této hodnotě rovno nebo být menší.

20 Pokud se týká D_{10} , D_{50} a D_{90} podle A), upřednostňovanými hodnotami jsou:

$D_{10} \geq 100 \mu\text{m}$, zejména $\geq 150 \mu\text{m}$

$D_{90} \leq 1500 \mu\text{m}$, zejména $\leq 1000 \mu\text{m}$

D_{50} od $150 \mu\text{m}$ do $800 \mu\text{m}$, zejména pak od $200 \mu\text{m}$ do $600 \mu\text{m}$.

25 Pro B) činí tyto hodnoty:

$D_{10} \geq 2 \mu\text{m}$, zejména $\geq 2,5 \mu\text{m}$

$D_{50} \leq 65 \mu\text{m}$, zejména $\leq 40 \mu\text{m}$

D_{50} od $6 \mu\text{m}$ do $20 \mu\text{m}$.

30

Pro C) činí tyto hodnoty:

$D_{10} \geq 3 \mu\text{m}$, zejména $\geq 4 \mu\text{m}$

$D_{90} \leq 80 \mu\text{m}$, zejména $\leq 50 \mu\text{m}$

35

D_{50} od $10 \mu\text{m}$ do $40 \mu\text{m}$.

Veškeré výše uvedené velikosti částic jsou měřeny za použití přístroje „Mastersizer model X“ s jednotkou MG15 pro vložení vzorku a za použití způsobu měření, uvedeného v instrukční příručce a 300 mikrometrových čoček v detektorovém systému.

40

Přesnější měření skutečného rozdělení velikosti aglomerátů se získá použitím síťové analýzy.

100 g vzorku se umístí na svrchní síto ze série sít BS, tvořené síty o hustotě, stupňující se přibližně po 50 mikrometrech v rozmezí hodnot 45 až 600 mikrometrů. Síta jsou uspořádána od nejjemnějšího na spodku k nejhrubšímu navrchu celé sestavy. Síta jsou umístěna v mechanickém vibrátoru, například v mechanické síťové třepače „Inclyno Mechanical Sieve Shaker“ firmy Pascall Engineering Co. Ltd., uzavřené víkem a jsou protřepávána 10 minut.

45

Každý podíl z určitého síta je přesně zvážen a výsledky jsou vypočítány podle vztahu:

50

$$\% \text{ zbytku} = \frac{\text{hmotnost zbytku} \times 100}{\text{hmotnost vzorku}}$$

Rozdělení velikosti částic pak může být vyhodnoceno ze získaných údajů.

5 Množství chemicky a/nebo fyzikálně odlišných částicových materiálů v aglomerátech se může měnit a představovat od 70 do 100 hmotnostních % aglomerátů; rovnovážného stavu, pokud nastává, se dosahuje dalšími přísadami, které budou diskutovány dále. Relativní hmotnostní poměr chemicky a/nebo fyzikálně odlišných částicových materiálů se může v aglomerátu lišit od poměru 20:80 až do poměru 80:20, s výhodou pak od poměru 25:75 do poměru 75:25.

10 Časticové materiály, vytvářející aglomerát, jsou chemicky a/nebo fyzikálně vzájemně odlišné. Vhodné časticové materiály zahrnují časticová abrasivní čisticí činidla jako jsou oxidy křemičité (siliky), oxidy hlinité (aluminy), uhličitany vápenaté, fosforečnany vápenaté, difosforečnany (pyrofosforečnany) vápenaté, hydroxyapatity, perlity, zeolity, pemza, sopečný popel, hektority, saponity, aragonity, dolomity, mastkové hlíny (magnézie), hydroxymagnézie, spangolity, zinkity (oxidy zinečnaté), zinkokřemičitany, metafosforečnany a směsi dvou či více z výše uvedených materiálů. Příkladem směsí časticových materiálů jsou oxidy křemíku (siliky) s uhličitany vápenatými, oxidy křemíku s fosforečnanem vápenatým, oxidy křemíku s perlitem, abrasivní oxidy křemíku se zahušťovacími oxidy křemíku, hydroxyapatity s oxidy křemíku či metafosforečnany, uhličitany vápenaté s fosforečnany vápenatými atd. Zvláštní přednost se dává směsím abrasivních oxidů křemíku a zahušťovacích oxidů křemíku.

20 Autoři navíc zjistili, že zahrnutí látek, majících léčebný účinek na dásně, nebo zuby či na ústní dutinu, do takových aglomerátů, poskytuje další výhodu v tom, že během rozpadu či rozdrobení aglomerátů se léčebné činidlo pomalu uvolňuje a poskytuje léčebný účinek činidla v delším časovém úseku. Vhodnými příklady takových léčebných činidel jsou soli zinku jako citrát zinečnatý; antimikrobiální činidla jako Triclosan; činidla působící proti zubnímu kazu jako fluorid sodný a monofluorofosfát sodný; činidla působící proti plaku jako pyrofosforečnan cínu; činidla působící proti zubnímu kameni jako pyrofosfát sodný a pyrofosfát draselný; činidla působící proti nadměrné citlivosti zubů jako draselné soli či soli stroncia a podobně.

30 Z tohoto hlediska bylo překvapivě zjištěno, že začlenění citrátu zinečnatého do aglomerátů (v množství do 25 % a lépe do 12 % hmotnosti aglomerátů) významně snížilo úroveň astringentní (stahující) schopnosti, vnímané zkušenými hodnotícími při testování zubních past obsahujících takové aglomeráty s ohledem na jejich senzorické vlastnosti.

35 Vynález bude nyní popsán detailně.

40 Pokud je orální prostředek podle vynálezu, jako zubní pasta, používán v ústech při čištění zubů, vytvářené smykové síly a/nebo síly rozpadu by měly dostačovat k přivedení částic aglomerátů k rozpadu až po určité době, s výhodou v krátké době, aby byl eliminován pískovitý vjem, pocitovaný uživatelem.

45 To znamená, že aglomeráty by měly mít takovou sílu jádra, aby se rozpadaly v takovém rozmezí smykových sil a/nebo sil drcení, které je normálně vytvářeno při odpovídajícím režimu čištění zubů, jelikož značně proměnné síly, vytvářené na jednotlivých místech v průběhu doby, umožňují přinejmenším některým z aglomerátů přežít beze změny dostatečně dlouho k uplatnění jejich čisticí funkce v uspokojivém stupni.

50 Dobu rozpadu aglomerátů je dokonce možné přizpůsobit, třeba řízením doby kontaktu při dané délce čištění prostředkem, pomocí kontroly průměrné síly rozpadu (drcení) aglomerátů; například výběrem konkrétního typu zdroje časticových materiálů a/nebo způsobu, jakým se provádí aglomerace ve výrobním procesu.

Při rozpadu aglomerátů účinkem smykových sil a/nebo sil rozpadu (drcení) bude výsledná průměrná velikost částice (průměr) typicky menší než 60 mikrometrů. Takto zmenšené velikosti

částic budou v ústech obecně oprostěny od jakéhokoli vjemu pískovitosti (křupavosti) a poskytnou pocit vyhlazených (naleštěných) zubů.

5 Zvláštní přednost se dává abrasivním oxidům křemíku, jako jsou mílo strukturované oxidy křemíku, dostupné od firmy „Crosfield Chemicals“ pod obchodním názvem „AC77“. Použit lze i směsi různých abrasivních částicových materiálů.

10 Částicovými zahušťovacími činidly (plnivy), která lze použít v aglomerátech, mohou být jakákoli vhodná částicová plniva, jako jíly, ale přednost se dává plnivovým oxidům křemíku (silikám), například plnivovým silikám, prodávaným pod obchodním názvem „Sident 22S“ (od firmy Degussa). Jiné vhodné oxidy křemíku zahrnují například Zeodent 165 (od firmy Zeofinn), Sorbosil TC 15 (od formy Crosfield Chemicals), Tixosil 43 (od firmy Rhone-Poulenc) a Sylox 15X (od firmy W. R. Grace).

15 Vzhledem k pórovité struktuře aglomerátů je možné, aby působily jako přenašecí prostředí pro různé látky jako jsou barvivové pigmenty, zakalovací činidla, příchutě, parfémové či jiné kosmetické látky, anebo, jak již bylo uvedeno, pro sloučeniny léčebně působící na zuby a/nebo ústní dutinu, například fluoridové sloučeniny, pro protibakteriální látky jako Triclosan a soli zinku jako je citrát zinečnatý, pro sloučeniny působící proti zubnímu kazu, pro činidla působící proti zubnímu kameni, pro činidla působící proti nadměrné citlivosti zubů a podobně. Takové
20 látky mohou být obsaženy v pórech materiálu (například po zavedení do pórů běžnými technikami) a mohou se, jako částice rozpadající se během použití prostředku, z prostředku uvolňovat při jeho použití v ústech, například při čištění zubů.

25 Vhodný průmyslový postup pro vytváření aglomerátů, jaké byly popsány výše, zahrnuje: rozprašovací sušení směsi částicových materiálů, navlhčené vhodným množstvím odpařitelné kapaliny, jako je voda; granulaci podobného typu, jaká se používá v případě pevných detergentních látek v granulované formě a tlakové slisování (kompakci). Takové postupy jsou v oboru dobře známé.

30 U orálních prostředků podle předkládaného vynálezu se může množství aglomerátů pohybovat v širokém rozmezí, v závislosti například na fyzikální formě požadovaného výrobku.

35 Prostředky podle vynálezu mohou být pevné látky, formou se například podobající běžným zubním práškům či pastám, krémům nebo gelům, jako například běžné zubní pasty; nebo dokonce i tekutiny.

40 Zvláště upřednostňované prostředky podle vynálezu jsou ve formě past, gelů, krémů či kapalin, jejichž přesné fyzikální vlastnosti mohou být řízeny například vhodnou úpravou poměru pevné látky a tekutiny a/nebo viskozity kapalně fáze, například volbou vhodných obsahů pomocných složek, jak bude popsáno níže.

45 U zvláště upřednostňovaných prostředků podle vynálezu by aglomeráty měly být nerozpustné v prostředí (médiu) prostředku, do něhož jsou začleněny. V této souvislosti výraz „nerozpustný“ označuje dostatečnou nerozpustnost při teplotě okolí, takže aglomeráty zůstávají v prostředku nerozpuštěné nebo v podstatě nerozpuštěné, a proto jejich drodivost za podmínek, při nichž je prostředek používán a tedy i jejich schopnost vykazovat čisticí/lešticí účinek, není negativně ovlivněna. Stupeň nerozpustnosti aglomerátů se s výhodou rozšiřuje i na jejich nerozpustnost v prostředí úst, v němž se prostředek používá, které může často obsahovat vyšší množství vody než např. zubní pasta, a to vzhledem k přítomnosti slin a přidávané vody, často používané při
50 čištění zubů.

55 V upřednostňovaném uspořádání vynálezu jsou aglomeráty v prostředcích přítomné v množstvích přibližně od 1 do 99 hmotn. %, lépe přibližně od 2 do 60 hmotn. % a ještě lépe přibližně od 3 do 40 hmotnostních % vzhledem k celkové hmotnosti prostředku. U kapalných prostředků je zvláště

vhodný poslední z upřednostňovaných intervalů. V prostředcích podle vynálezu ve formě pasty jsou aglomeráty s výhodou přítomné v množství přibližně od 1 do 25 hmotn. %, lépe přibližně od 1 do 15 hmotn. % a ještě lépe přibližně od 2 do 10 hmotnostních % vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

5

Orální prostředky podle vynálezu mohou obsahovat jednu nebo více přídatných složek, jak bude nyní popsáno.

10

Orální prostředky podle vynálezu s výhodou zahrnují jednu nebo více povrchově aktivních látek, s výhodou zvolených z aniontových, neiontových, amfoterních a zwitteriontových povrchově aktivních látek a z jejich směsí, všech takové povahy, že jsou vhodné pro dentální a/nebo orální použití.

15

20

Vhodné aniontové povrchově aktivní látky mohou zahrnovat mýdla, alkylsulfáty, alkylether-sulfáty, alkarylsulfonáty, alkanoylisethionáty, alkanoyltauráty, alkylsukcináty, alkylsulfo-sukcináty, N-alkoylsarkosináty, alkylfosfáty, alkyletherfosfáty, alkyletherkarboxyláty a alfa-olefinsulfonáty, zvláště pak jejich sodné, hořečnaté, amonné a mono-, di- a triethanolaminové soli. Alkylové a acylové skupiny obecně obsahují 8 až 18 uhlíkových atomů a mohou být nenasyčené. Alkylethersulfáty, alkyletherfosfáty a alkyletherkarboxyláty mohou na 1 molekulu obsahovat od 1 do 10 ethylenoxidových či propylenoxidových jednotek a s výhodou obsahují na 1 molekulu 2 až 3 ethylenoxidové jednotky.

25

Příklady upřednostňovaných aniontových povrchově aktivních látek mohou zahrnovat laurylsulfát sodný, dodecylbenzensulfonát sodný, lauroylsarkosinát sodný a kokosový monoglyceridsulfonát.

30

Neiontové povrchově aktivní látky, které mohou být vhodné pro použití v prostředcích podle vynálezu, zahrnují sorbitanové a polyglycerolové estery mastných kyselin, stejně jako blokové kopolymery ethylenoxidu a propylenoxidu.

35

Amfoterní povrchově aktivní látky, které mohou být vhodné pro použití v prostředcích podle vynálezu, zahrnují například betainy, jako kokosový amidopropylbetain, a sulfobetainy.

40

Povrchově aktivní látka či látky mohou být v orálním prostředku podle vynálezu přítomny v celkovém množství přibližně od 0,1 do 3 hmotnostních % vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

45

Další upřednostňovanou složkou orálních prostředků podle vynálezu je voda, která může být přítomna v množství přibližně od 1 do 90 hmotnostních %, lépe přibližně od 10 do 60 hmotn. % a nejlépe přibližně od 15 do 50 hmotnostních % vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

50

Zubní pasty a krémy podle tohoto vynálezu mohou rovněž obsahovat zvlhčovací prostředky, například polyoly jako glycerol, sorbitolový sirup, polyethylenglykol, laktitol, xylitol a hydrogenovaný kukuřičný sirup. Celkové množství zvlhčovacího činidla, pokud je toto přítomno, se může pohybovat například v rozmezí přibližně od 10 do 85 % hmotn. vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

55

V orálních prostředcích podle tohoto vynálezu se dává zvláštní přednost tomu, aby bylo začleněno jedno nebo více zahušťovacích činidel a/nebo suspenzních činidel, poskytujících prostředku požadované fyzikální vlastnosti (např. zda se jedná o pastu, krém nebo tekutinu) a zajišťujících, aby aglomeráty zůstaly v prostředku stabilně rozptýleny.

Zvláštní přednost se pro zahuštění orálních prostředků podle vynálezu dává inkusi, zahrnutí běžných zahušťovacích činidel, jako jsou zahušťovací oxidy křemíku, siliky, jejichž příklady byly uvedeny výše.

Jiná vhodná suspenzní/zahušťovací činidla jsou v oboru dobře známa a zahrnují například polyakrylovou kyselinu, kopolymery a zesítené polymery kyseliny akrylové, kopolymery kyseliny akrylové s hydrofobním monomerem, kopolymery monomerů s obsahem karboxylové kyseliny a akrylových esterů, zesítené kopolymery kyseliny akrylové a akrylátových esterů, estery ethylenglykolu či estery polyethylenglykolu (např. jeho estery odvozené od mastné kyseliny), heteropolysacharidové gummy a celulosové deriváty jako je sodná karboxymethylcelulosa.

10 Zvláště vhodnými zahušťovacími činidly jsou heteropolysacharidové gummy jako xanthanová guma a guarové gummy.

15 Zahušťovací činidlo a/nebo suspenzní činidlo (které může být použito samostatně nebo jako směs dvou nebo více takových materiálů) může být v prostředku přítomno v celkovém množství od asi 0,1 do přibližně 50 hmotnostních %; s výhodou přibližně od 5 do 15 % hmotn. vzhledem k celkové hmotnosti prostředku u silikových zahušťovacích činidel a s výhodou přibližně od 0,1 do 5 % hmotn. vzhledem k celkové hmotnosti prostředku u polymerových suspenzních činidel.

20 Prostředky podle vynálezu mohou obsahovat jednu či více dalších složek, běžně se vyskytujících v orálních prostředcích. Mezi vhodné přídavné složky patří: příchutě, např. mentol, máta peprná; umělá sladidla; parfémů či látky k osvěžení dechu; činidla dodávající perleťový vzhled, peroxy-sloučeniny, například peroxid vodíku nebo peroctová kyselina; zneprůhledňující (opacifikační) činidla; barviva a zbarvující činidla; konzervační látky; zvlhčující činidla; sloučeniny s obsahem fluoridů; činidla proti zubnímu kazu; činidla působící proti plaku (povlaku zubů); léčebná činidla jako citrát zinečnatý, Triclosan (od firmy Ciba-Geigy); bílkoviny; soli a činidla upravující hodnotu pH. Dále prostředky obvykle obsahují přídavná abrasivní čisticí činidla v množství 5 až 60 % hmotn. vzhledem k celkové hmotnosti prostředku, jako abrasivní siliky, křidy, hydratované aluminy, fosforečnan vápenatý, vápenaté pyrofosfáty, hydroxyapatity, nerozpustné meta-fosforečnany a podobně.

35 Prostředky podle předkládaného vynálezu mohou být vyráběny běžnými metodami výroby orálních prostředků. Pasty a krémy mohou být vyráběny běžnými postupy například za použití systémů k mísení za vysokého stříhu ve vakuu, a za přidání aglomerátů, charakterizujících vynález, k předem smíšenému základnímu prostředku až ve druhém kroku, který zahrnuje rozptýlení/smísení v předem připraveném prostředku za podmínek nízkého stříhu (malých smykových sil).

40 Při výrobě prostředků podle vynálezu je obecně důležité to, že jakýkoli uskutečňovaný krok mísení je prováděn při dostatečně nízkém stříhu a/nebo rychlosti, takže aglomeráty podle vynálezu nepřicházejí do styku se silami tak velkými, aby způsobily rozbití částic.

45 Orální prostředky podle vynálezu mohou být používány podobným způsobem jako běžné orální prostředky, např. zubní pasty, tj. vhodné množství prostředku se nanese na kartáček, nebo i přímo do úst, a pokud je to nezbytné i za přidání určitého množství vody, a kašovitá směs působí na zuby, dásně a/nebo, pokud je to nezbytné či žádoucí, i na jiné části úst, tak, aby se účinky aglomerátů uplatnily na zamýšlené povrchy v ústech. Vzhledem k drobnosti aglomerátů se jakýkoli vjem pískovitosti, pociťovaný uživatelem, brzo ztratí; takže poté co aglomeráty jednou prokáží svou čisticí funkci, je prostředek volný k uplatnění dalšího leštícího účinku či například k uplatnění jedné nebo více dalších přínosných funkcí, zajišťovaných dalšími složkami prostředku. Nakonec lze ústa vypláchnout vodou, jako při používání normálních orálních prostředků. Tento postup použití může být opakován tolikrát, kolikrát je žádoucí.

Vynález je dále doložen následujícími příklady.

55

Příklady provedení vynálezu

5 Příklad 1

Následující částicové (syké) silikové látky byly smíchány dohromady a smíseny s trihydrátem citrátu zinečnatého a/nebo oxidu titaničitého k poskytnutí dokonalé směsi:

	1 hmotnostní díly	2 hmotnostní díly
Sorbosil AC 77 (*)	43,15	48,5
Sorbosil TC15 (*)	43,15	48,5
oxid titaničitý	3,0	3,0
trihydrát citrátu zinečnatého	10,7	0,0

10

Siliky měly následující vlastnosti:

	Sorbosil AAC77	Sorbosil TC15
plocha povrchu (m ² /g)	120	260
průměr D ₁₀	2,7	5,6
průměr D ₅₀	8,1	12,9
průměr D ₉₀	17,8	29,3

(*) získatelné od firmy Joseph Crosfield & Sons, Anglie

15

K této směsi byla přidána voda k získání poměru vody a pevných látek rovného 1,33:1 a výsledná směs byla granulována v miskovém granulátoru.

20

Vzniklé vlhké aglomeráty byly poté sušeny v peci 4 hodiny při teplotě 120 °C, anebo částečně vysušeny za 30 minut v sušičce s fluidním ložem a během 2 hodin dosušeny v peci při stejné teplotě, jako v prvním případě. Rozložení velikosti částic bylo upraveno prosíváním při 150 a 400 mikrometrech.

25

Hmotnostní průměr velikosti částic silik a aglomerátů byl stanoven za použití přístroje „Malvern Mastersizer model X“ s jednotkou pro předkládání vzorku „MS15“. Před měřením, popsáním v instrukční příručce přístroje a využívajícím 300 mikrometrových čoček v detektorovém systému, byly siliky rozptýleny pomocí ultrazvuku a aglomeráty byly míchány mechanicky.

30

Po stanovení rozdělení hmotnostního průměru velikosti částic aglomerátů jak bylo popsáno výše, byl další vzorek aglomerátů rozptýlen za použití dezintegrace ultrazvukem v trvání 2 minut a při nastavení na hodnotu 100. Poté byl podroben postupu měření. Hodnoty D₁₀, D₅₀ a D₉₀ tedy mohou být odvozeny (interpolovány) z distribuce velikosti částic a čím vyšší jsou hodnoty, získané po vystavení vzorku dezintegraci ultrazvukem, tím pevnější jsou aglomeráty.

35

Získány byly následující výsledky:

	dezintegrace ultrazvukem	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀
směs 1	0	193	334	502
	100	3,3	14,3	42
směs 2	0	268	391	539
	100	3,3	12	39

S aglomeráty směsi 1 byla připravena zubní pasta o následujícím složení:

<u>Příklady</u>	<u>% hmotnostní</u>
sorbitolový sirup 70 %	45,00
fluorid sodný	0,32
sacharin	0,20
oxid titaničitý	0,10
polyethylenglykol (mol. hm. 1500)	5,0
modř č. 1	0,0003
abrasivní silika (oxid křemičitý) (AC77)	8,0
zahušřovací silika (TC15)	7,0
celulosová guma (CMC9)	0,80
laurylsulfát sodný	1,80
příchuť	1,20
aglomeráty směsi 1	7,0
voda	do 100

- 5 Tento přípravek (A) byl podroben testu kvalitativní deskripční analýzy za využití zkušených hodnotitelů, přičemž v testu pro účely srovnání byl přípravek porovnáván s přípravkem (B), obsahujícím zeolitové aglomeráty podle EP 269 966.

Získány byly následující výsledky (za použití stupnice 0 až 10):

	činitel viditelnosti	tvrdost	snadnost rozrušení
přípravek A	5,5	3,7	7,7
přípravek B	6,0	4,0	7,0

10

Pokud byl poměr TC15 a AC77 v aglomerátech směsi 1 změněn na hodnotu 75:25 (C), byly získány následující údaje:

	činitel viditelnosti	tvrdost	snadnost rozrušení
přípravek C	4,1	4,2	6,8

15

Příklad 2

Zopakování Příkladu 1, ale za použití aglomerátů směsi 2, poskytlo následující výsledky:

	činitel viditelnosti	tvrdost	snadnost rozrušení
přípravek A ¹	7,1	6,5	5,1
přípravek B ¹	6,0	4,0	7,0

20

Pokud byl poměr TC15 a AC77 v aglomerátech směsi 2 změněn na hodnotu 75:25 (D), byly získány následující údaje:

	činitel viditelnosti	tvrdost	snadnost rozrušení
přípravek D	4,1	5,1	6,4

25

Příklad 3

- 5 Aglomeráty směsi 1 byly testovány vzhledem ke schopnosti zadržovat v sobě citrát zinečnatý. Aglomeráty byly rozmělněny ve vodě na kašovitou směs (Příklad 1) a ve směsi sorbitol/voda (Příklad 2) a množství zinkových iontů, uvolněných do vody a/nebo do směsi sorbitol/voda, bylo stanovováno v různých časových intervalech. Získány byly následující výsledky:

% rozpustnosti Zn				
doba (min.)	60	480	1440	2880
příklad 1	36,57	35,45	36,29	34,94
příklad 2	12,24	12,25	13,47	13,29

- 10 Uvolňování zinku z aglomerátů během čištění bylo rovněž měřeno za použití čistícího zařízení. Bylo zjištěno, že po 2 minutách čištění bylo za použití hladkého povrchu uvolněno 60 % hmotn. dostupného zinku a 70 % hmotn. za použití pískovitého (zrnitého) povrchu.

15 Příklad 4

- 20 Srovnání komerčně dostupné zubní pasty s obsahem citrátu zinečnatého, Mentadentu P, s přípravkem A, týkající se astringentního působení produktů, bylo provedeno za využití testu kvalitativní deskripční analýzy, prováděného zkušenými hodnotiteli. U Mentadentu P byla získána hodnota 7,6 a u přípravku A hodnota 4,0.

Příklad 5

- 25 Připravena byla řada různých aglomerátů a jejich senzoričké vlastnosti byly testovány v přípravku zubní pasty A či B třemi hodnotiteli.

Přípravek zubní pasty A měl následující složení:

<u>Přísady</u>	<u>% (hmotn.)</u>
sorbitol 70 %	45,00
fluorid sodný	0,32
sacharin	0,20
oxid titaničitý	0,10
polyethylenglykol (mol. hm. 1500)	5,00
modř č. 1	0,0005
abrasivní silika	8,00
zahušťovací silika	7,00
karboxymethylcelulosa (CMC9)	0,80
laurylsulfát sodný	1,80
příchuť	1,00
aglomeráty	7,00
voda	do 100

30

Přípravek zubní pasty B měl následující složení:

<u>Přísady</u>	<u>% (hmotn.)</u>
glycerol	35,00
fluorid sodný	0,32
sacharin	0,27
oxid titaničitý	1,00
polyethylenglykol (mol. hm. 1500)	5,00
abrasivní silika	8,00
zahušťovací silika	7,00
kyselý uhličitán sodný	10,00
karboxymethylcelulosa (CMC9)	0,70
laurylsulfát sodný	1,80
příchuť	1,50
aglomeráty	7,00
voda	do 100

- 5 Všechny aglomeráty vykazovaly rozdělení velikostí částic v rozmezí od 150 do 400 mikrometrů a veškerý částicový materiál, z něhož byly aglomeráty vytvořeny, vykazoval rozdělení velikostí částic v rozmezích, která byla udána v této přihlášce.

Aglomeráty měly následující složení:

10

hmotnostní %											
číslo	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
uhličitán vápenatý	50	50	50	45	45	45	50	45	100	67	57
fosforečnan vápenatý	50	–	–	45	–	–	–	–	–	–	–
zahušťovací silika	–	25	–	–	22,5	–	–	–	–	–	–
abrasivní silika	–	25	–	–	22,5	–	–	–	–	–	–
perlit	–	–	50	–	–	–	–	–	–	–	–
kys. uhličitán vápenatý	–	–	–	–	–	–	50	45	–	–	–
citrát zinečnatý	–	–	–	10	10	–	–	10	–	–	10
pyrofosforečnan vápenatý	–	–	–	–	–	–	–	–	–	33	33

hmotnostní %											
číslo	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
uhličitán vápenatý	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
fosforečnan vápenatý	50	50	45	–	–	67	45	–	–	33	30
zahušťovací silika	25	–	22,5	25	22	–	–	–	–	17	15
abrasivní silika	25	–	22,5	25	22	–	–	–	–	17	15
perlit	–	50	–	–	–	–	45	50	45	–	–
kys. uhličitán vápenatý	–	–	–	50	46	–	–	–	–	33	30
citrát zinečnatý	–	–	10	–	10	–	10	–	10	–	10
pyrofosforečnan vápenatý	–	–	–	–	–	33	–	50	45	–	–

Výsledky testů sensorických vlastností byly následovné:

aglomerát	zubní pasta	vnímání částic	vjem v ústech při použití
1	B	velmi dobré	dobry
2	B	dobré	dobry
3	B	obtížné	dobry
4	B	velmi dobré	dobry
5	B	dobré	dobry
6	B	obtížné	dobry
7	B	obtížné	dobry
8	B	velmi dobré	dobry
9	B	velmi dobré	dobry
10	A	velmi dobré	dobry
11	A	obtížné	dobry
12	A	velmi dobré	dobry
13	A	velmi dobré	pískovitý
14	A	velmi dobré	slabě pískovitý
15	B	velmi dobré	dobry
16	B	velmi dobré	dobry
17	A	velmi dobré	pískovitý
18	A	velmi dobré	pískovitý
19	A	velmi dobré	pískovitý
20	A	velmi dobré	dobry
21	A	velmi dobré	pískovitý
22	A	velmi dobré	pískovitý

- 5 Dále popisované aglomeráty, připravené cestou suchého stlačování, byly rovněž testovány v přípravku zubní pasty A a mohou být vnímány velmi dobře, s dobrým vjemem v ústech. Aglomeráty vykazovaly distribuci velikosti částic mezi 150 a 400 mikrometry a částicový materiál, z něhož byly aglomeráty vytvořeny, vykazoval distribuci velikosti částic v rozmezích, která byla udána v této přihlášce.

10

Agglomeráty měly následující složení:

číslo	hmotnostní %							
	1	2	3	4	5	6	7	8
abrasivní silika	10,3	23,81	26,3	23,3	27,65	24,5	36	41
zahušřovací silika	10,3	23,81	26,3	23,3	27,65	24,5	36	41
oxid titaničitý	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,9	3,0	3,0
draslík	76,4	43,3	–	–	–	–	–	–
pyrofosfát draselný	–	–	24,6	24,6	–	–	–	–
pyrofosfát čtyřsodný	–	–	19,8	19,8	–	–	–	–
dusičnan draselný	–	–	–	–	41,7	41,7	–	–
pyrofosfát cínatý	–	–	–	–	–	–	14,29	–
Triclosan	–	–	–	–	–	–	–	4,3

15

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Orální čisticí prostředek s obsahem aglomerátů částicového materiálu, **vyznačující se tím**, že tyto aglomeráty v podstatě neobsahují organická a/nebo anorganická pojiva a uvedené aglomeráty mají A) velikost částic takovou, že hodnota D_{10} je rovna 50 mikrometrům nebo je větší, hodnota D_{90} je rovna 2000 mikrometrům nebo je menší a D_{50} leží v rozmezí od 80 mikrometrů do 1500 mikrometrů, přičemž jsou uvedené aglomeráty vytvořeny z alespoň dvou částicových materiálů a tyto materiály se vzájemně chemicky a/nebo fyzikálně odlišují, tak, aby alespoň jeden částicový materiál měl B) velikost částic takovou, že hodnota D_{10} je rovna 0,1 mikrometru nebo je větší, hodnota D_{90} je rovna 80 mikrometrům nebo je menší a hodnota D_{50} leží v rozmezí od 4 mikrometrů do 35 mikrometrů, a C) alespoň jeden další částicový materiál má velikost částic takovou, že hodnota D_{10} je rovna 0,1 mikrometru nebo je větší a hodnota D_{90} je rovna 100 mikrometrům nebo je menší, přičemž hodnota D_{50} leží v rozmezí od 9 mikrometrů do 70 mikrometrů.
2. Orální čisticí prostředek podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že pro A) je $D_{10} \geq 100 \mu\text{m}$, $D_{90} \leq 1500 \mu\text{m}$ a D_{50} od $150 \mu\text{m}$ do $800 \mu\text{m}$, pro B) je $D_{10} \geq 2 \mu\text{m}$, $D_{90} \leq 65 \mu\text{m}$ a D_{50} od $6 \mu\text{m}$ do $20 \mu\text{m}$, a pro C) je $D_{10} \geq 3 \mu\text{m}$, $D_{90} \leq 80 \mu\text{m}$ a D_{50} od $10 \mu\text{m}$ do $40 \mu\text{m}$.
3. Orální čisticí prostředek podle nároku 2, **vyznačující se tím**, že pro A) $D_{10} \geq 150 \mu\text{m}$, $D_{90} \leq 1000 \mu\text{m}$ a D_{50} od $200 \mu\text{m}$ do $600 \mu\text{m}$, pro B) je $D_{10} \geq 2,5 \mu\text{m}$, $D_{90} \leq 40 \mu\text{m}$ a pro C) je $D_{10} \geq 4 \mu\text{m}$ a $D_{90} \leq 50 \mu\text{m}$.
4. Orální čisticí prostředek podle nároku 1, 2 nebo 3, **vyznačující se tím**, že aglomeráty alespoň ze 70 hmotnostních % sestávají z částicových materiálů.
5. Orální čisticí prostředek podle nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že aglomeráty dále obsahují látku, mající kosmetický nebo léčebný dentální účinek.
6. Orální čisticí prostředek podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že aglomeráty obsahují sloučeninu zinku.
7. Orální čisticí prostředek podle nároků 1 až 6, **vyznačující se tím**, že obsahuje aglomeráty v množství 1 až 99 hmotnostních % vzhledem k hmotnosti prostředku.
8. Orální čisticí prostředek podle nároku 7, **vyznačující se tím**, že obsahuje aglomeráty v množství 3 až 40 hmotnostních % vzhledem k hmotnosti prostředku.
9. Orální čisticí prostředek podle nároků 1 až 8, **vyznačující se tím**, že aglomeráty jsou vytvořeny ze směsi zahušťovacích a abrasivních oxidů křemičitých v relativním hmotnostním poměru od 75:25 do 25:75.
10. Orální čisticí prostředek podle nároku 9, **vyznačující se tím**, že aglomeráty zahrnují zahušťovací a abrasivní oxidy křemičité v relativním hmotnostním poměru 50:50 a dále zahrnují oxid titaničitý a citrát zinečnatý.

Konec dokumentu
