



УКРАЇНА

(19) UA (11) 39096 (13) C2

(51) 7 A61K7/16

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) ЛІНІЙНА В'ЯЗКОЕЛАСТИЧНА КОМПОЗИЦІЯ ДЛЯ ДОГЛЯДУ ЗА ЗУБАМИ

(21) 93003373

(22) 15.11.1993

(24) 15.06.2001

(46) 15.06.2001, Бюл. № 5, 2001р.

(72) Пренсайд Майкл, US, Дурга Гарі А., US

(73) КОЛГЕЙТ-ПАЛМОЛІВ КОМПАНІ, US

(56) RU, 2089176, C1, МПК 6 A 61 K 7/16, 10.09.1997 р.

(57) 1. Линейная вязкоэластичная композиция для ухода за зубами в форме зубной пасты или геля с pH от 4 до 9, содержащая приемлемый для полости рта водно-увлажнительный носитель, приемлемый зубной полирующий агент, а также синтетический линейный вязкоэластичный структурированный полимерный загуститель, отличающаяся тем, что модуль или динамический модуль упругости G' и модуль вязкости или потерь G'' загустителя в водном 1% (вес.) растворе практически не зависят от частоты в используемом интервале частот от 0,1 до 100 рад/сек, при этом минимальная величина G' составляет 1000 дин/кв.см и изменяется менее чем на порядок от его первоначального значения, а величина соотношения G''/G' находится в пределах от 0,05 до 1.

2. Композиция по п. 1, отличающаяся тем, что она содержит по весу от 6 до 50% воды, от 20 до 70% увлажнителя, от 5 до 70% полирующего агента для зубов и от 0,02 до 5% полимерного загустителя, который включает по меньшей мере приблизительно 3% сшивающего агента.

3. Композиция по п. 1, отличающаяся тем, что полимерный загуститель содержит множество остатков карбоновых, фосфоновых, фосфиновых или сульфоновых кислот или солей кислот, или же их смеси.

4. Композиция по любому из пп. 1-3, отличающаяся тем, что полимерный загуститель представляет собой сополимер малеиновой кислоты или ангидрида с другим этиленовым ненасыщенным мономером.

5. Композиция по п. 4, отличающаяся тем, что вышеуказанный другой мономер представляет собой простой метилвиниловый эфир.

6. Композиция по любому из пп. 1-3, отличающаяся тем, что молекулы полимерного загустителя включают звенья стиролфосфоновой кислоты, винилфосфоновой кислоты и/или винилфосфонилфторида.

7. Композиция по любому из пп. 1-6, отличающаяся тем, что молекулярная масса полимерного загустителя составляет от 1000 до 5000000.

8. Композиция по любому из пп. 1-7, отличающаяся тем, что она включает в себя дополнительно такое количество источника фторидных ионов, которого достаточно для выделения от 25 до 500 мас.ч./1000000 мас.ч. фторидных ионов.

9. Композиция по любому из пп. 1-8, отличающаяся тем, что она включает в себя приблизительно от 0,4 до 3 мас.ч. ксантановой камеди или карбоксиметилцеллюлозы на каждую часть структурированного полимерного загустителя.

Настоящее изобретение относится к новым композициям для чистки зубов, в особенности к зубным пастам и гелям для чистки зубов, которые обладают вязкоупругими свойствами.

С целью предотвратить разделение компонентов композиций для чистки зубов при хранении, улучшить выдавливаемость и удерживаемость средством для чистки зубов, в частности щеткой, усовершенствовать косметические свойства и тому подобное в их состав обычно вводят загущающий агент (связующее или желирующее вещество). Такие загустители, как правило, представляют собой гидрофильные коллоиды, которые

диспергируются в водной среде. Большинство широко применяемых загустителей представляют собой производные целлюлозы, поскольку они дешевы, а их качества можно очень точно регулировать. В качестве загустителя в составе препаратов для чистки зубов наиболее широко применяют натрийкарбоксиметилцеллюлозу, но такие загущенные препараты часто подвергаются синергизму, то есть серьезной потере жесткости и вязкости. Полагают, что это частично может быть вызвано энзимным разложением натрийкарбоксиметилцеллюлозы под действием энзима, разлагающего клетчатку (целлюлозы), который способен про-

дуцировать плесень и бактерии, попадающие в некоторые партии NaKМЦ. Такие микроорганизмы могут существовать в воде, в NaKМЦ, при ее хранении, во влажных условиях, которые поддерживают их рост, или в других источниках загрязнения. Совершенно очевидно, что уничтожение являющихся причиной такого явления микроорганизмов не позволяет избавиться от уже продуцированного ими энзима.

Оксиметилцеллюлоза является загустителем, который обладает более высокой стойкостью к действию фермента, разлагающего клетчатку, чем NaKМЦ, возможно благодаря ее более однородной схеме замещения по всей молекуле, чем у NaKМЦ, но в средствах для чистки зубов она часто образует продукт с неприемлемо "длинной" или "волокнистой" текстурой.

В описании к патенту США № 4254101 (А61К 7/16, 1981), выданному на имя Денни, в качестве загустителей в зубных пастах, содержащих кремнеземные абразивные полирующие материалы и большие количества увлажняющих добавок для достижения "превосходной текстуры" и усовершенствованной доступности ионов фтора для зубной эмали, предусмотрено использование карбоксивиниловых полимеров. Карбоксивиниловые полимеры описаны как коллоидно водорастворимые полимеры акриловой кислоты, структурированные приблизительно от 0,75 до 2,0 вес. % поливинилсахарозы, или полиаллилпентаэритритом, поставляемым на рынок под торговым наименованием Carborol фирмой "Б.Ф. Гудрич". Однако известно, что Carborol (Карбопол) трудно диспергировать. Фирма "Б.Ф. Гудрич" для получения хороших дисперсий рекомендует применять эдуктор и осуществлять другие специальные процедуры. Проблема усложняется тем, что Carborol настолько гидрофилен, что отдельные частицы набухают, что приводит к образованию комков из частиц. При попытке приготовить дисперсию без комков продукт гидратируется и набухает. Внутренняя же часть комков в дальнейшем плохо входит в контакт с водой. Этим обусловлено возникновение "рыбьих глаз" и зон неоднородности, удаление которых в процессе дальнейшего смещения сопряжено с затруднениями технологического порядка. Эти "рыбьи глаза" и неоднородности дисперсии остаются и в конечном продукте. Результатом является слабая возможность регулирования конечных реологических свойств продукта и от партии к партии увеличивающиеся колебания качества. Об этих колебаниях хорошо известно потребителю готовой продукции, который считает такой продукт низкокачественным.

В основу изобретения поставлена задача создать такую вязкоэластичную композицию для ухода за зубами, в которой изменение качественного и количественного состава загустителей в сочетании с различными добавками позволит повысить ее вязкоэластичные и вязкоупругие свойства, уменьшить вероятность образования комков и зон неоднородности, повысить стойкость к фазовому разделению или синтезу, к изменению вязкости при хранении и к осаждению в условиях низких и высоких температур, что приведет к улучшению текстуры и других косметических свойств, легкости выдавливания, а также к обеспечению дос-

тупности ионов фтора к зубной эмали для получения антикариесного эффекта.

Сущность изобретения заключается в том, что в вязкоэластичной композиции для ухода за зубами в форме зубной пасты или геля с величиной pH приблизительно от 4 до 9, включающей в себя приемлемую для полости рта водную/увлажнительную основу, приемлемый для полости рта зубной полирующий компонент, синтетический линейно вязкоэластичный структурированный полимерный загуститель, обладающий в водном растворе концентрацией 1 вес. %, модулем эластичности или хранения G' и модулем вязкости или потерь G'' , практически независимыми от периодичности в используемом интервале периодичности от 0,1 до 100 рад/сек, минимальной величиной G' 1000 дин/кв. см, которая варьируется менее, чем на 1 порядок от своего первоначального значения, а значение соотношения G''/G' находится в пределах от более 0,05 до менее 1.

При этом композиция в сравнении с прототипом имеет большую способность сохранять форму после прекращения действия усилия или деформации. Указанный интервал обуславливает хорошие когезионные свойства, а именно, при воздействии на часть композиции усилия сдвига или деформации, вызывающей истечение, за ней следуют окружающие частицы. Благодаря такой когезионной способности линейно вязкоупругих характеристик композиции легко подвергаются равномерному и однородному истечению. Этим же обусловлена повышенная физическая стабильность против фазового разделения суспендированных частиц.

Линейно вязкоупругие водные композиции для ухода за зубами, предлагаемые по настоящему изобретению, удовлетворяют по меньшей мере в предпочтительных вариантах, каждому из нижеследующих критериев стабильности в схеме температура старения/время, которая приведена в виде данных нижеследующей табл. А.

Таблица А

Температура старения, °F (°C)	Минимальное время (недели)
120 (49)	9
100 (38)	более 12
77 (25)	более 52

Более конкретно композиции считают стойкими, если каждый из нижеследующих критериев стабильности удовлетворяется в течение по меньшей мере минимального числа недель для каждой из температур старения, приведенной в табл. 1:

а) никакого заметного визуального фазового разделения (то есть никакого разделения твердый материал/жидкость);

б) никакого заметного изменения вязкости, предела текучести или других динамическо-механических свойств;

с) никакого обесцвечивания или заметного изменения цвета.

Используемый в данном подробном описании термин "линейно вязкоупругий" служит для обозначения того, что модуль упругости (динамический модуль упругости) (G') и модуль вязкости

(модуль потерь) (G'') средства ухода за зубами практически не зависят от деформации по меньшей мере в используемом интервале деформации 0,1-10%. Измерения динамических колебаний производят с помощью прибора Реометрическая система четыре (Rheometrics system Four). В ходе данного эксперимента на материал оказывают воздействие полем колебательного сдвига. Усилия определяют как компонент в фазе смещения (модуль эластичности G') и 90° -ный компонент вне фазы (модуль потерь G''). Величина G' указывает на степень эластичности и структурное образование в системе. По этому вопросу можно обратиться к следующим ссылкам.

1. Menjivar J.A., "Water Soluble Polymers; Beauty with Performance"; издательство Гласс Дж.Э.; *Advances in Chemistry* 213; Американское химическое общество, Вашингтон, особый округ Колумбия, 1986 г., стр. 209-226; и

2. Sinton S.; Maeker J.; J. Rheol. (Нью-Йорк), 1986 г., том 30, 77, причем обе эти ссылки приведены только с целью иллюстрации.

Более конкретно композицию для ухода за зубами рассматривают как линейно вязкоупругую в соответствии с настоящим изобретением, если в интервале деформаций 0,1-50% минимальная величина ее модуля эластичности G' составляет 1000 дин/см² и варьируется менее чем приблизительно на 1 порядок от ее первоначального значения. По предпочтительному варианту минимальная величина G' и максимальное варьирование величины G' должно находиться в интервале деформаций от 0,1 до 50%.

В качестве дополнительной характеристики предпочтительных линейно вязкоупругих композиций для чистки зубов величина соотношения G''/G' ($\tan \delta$) должна составлять менее 1, предпочтительнее менее 0,8, но более 0,05, предпочтительнее более 0,2, по меньшей мере в интервале деформаций от 0,1 до 50%. Необходимо отметить в связи с этим, что процентная деформация представляет собой деформацию сдвига, умноженную на 100%.

В отношении водных растворов концентрацией 1 вес. % требуемого структурированного полимера модуль эластичности G' , практически независящий от частоты и превышающий соответствующий модуль потерь G'' , указывает на характеристики поведения подобно характеристикам твердого материала гелевой структуры. С этой целью можно обратиться к следующему источнику:

3. Prud. homme, R.K.; Constien, V., Knoll, S.; "Polymers in Aqueous media"; издательство Гласс Дж.Э.; *Advances in Chemistry* 223; Американское химическое общество, Вашингтон, особый округ Колумбия, 1989, стр. 89-112; причем эта работа также упомянута лишь в качестве ссылки.

Более конкретно в таких растворах величины G' и G'' практически не зависят от частоты используемого интервала частот от 0,1 до 100 рад/сек; минимальное значение G' составляет 1000 дин/см², причем это значение варьируется в интервале менее чем 1 порядок от первоначального значения, а величина соотношения G''/G' находится в пределах от более 0,05 до менее 1.

В качестве дополнительного пояснения необходимо указать на то, что модуль упругости (ди-

намический модуль упругости) G' является мерой количества энергии, которая рассеивается в виде тепла при деформации. Таким образом, величина $\tan \delta$, которая соответствует неравенству $0,05 < \tan \delta < 1$, предпочтительнее $0,2 < \tan \delta < 0,8$, означает, что композиции сохраняют достаточное количество энергии, когда на них воздействует усилие или осуществляется деформация по меньшей мере в более существенной степени, чем та, которая ожидается у продуктов этого типа, например, в процессе выдавливания из тубы с зубной пастой или подачи насосным приспособлением, для возврата в исходное состояние и проявляет способность превосходно сохранять форму после прекращения воздействия усилия или деформации. Таким образом, композиции с величинами $\tan \delta$ в этих интервалах обладают также хорошими когезионными свойствами, а именно при воздействии на часть композиции усилия сдвига или деформации, вызывающей ее истечение, за ней следуют окружающие ее части композиции. Благодаря такой когезионной способности линейно вязкоупругих характеристик композиции легко подвергаются равномерному и однородному истечению из насосного приспособления или тубы, когда ее сжимают, обуславливая, таким образом, сохранение формы и легкость выдавливания, которыми характеризуются композиции настоящего изобретения. Линейно вязкоупругие свойства обуславливают также повышенную физическую стабильность против фазового разделения суспендированных частиц, обеспечивая сопротивление перемещению частиц вследствие деформации, воздействующей на частицы окружающей текучей среды.

В другом аспекте желаемым реологическим свойством, которое структурированные полимеры, используемые в данном случае, проявляют в растворе и которое указывает на образование гелевой структуры, является наличие предела текучести. Предел текучести определяют как количественный показатель усилия сдвига, необходимого для инициирования истечения. В связи с этим можно обратиться к следующей работе:

4. Goodwin J.W., "Solids/Liquids Dispersions"; издательство рос, Т.Ф.; Академик пресс. Нью-Йорк, 1987 г., стр. 199-224; этот источник также упомянут в данном описании в качестве ссылки.

При величинах сдвигового усилия менее предела текучести не происходит никакого истечения. Такая пластическая реология желательна, поскольку в том случае, когда гель проявляет достаточно большую величину предела текучести, обеспечивается постоянство суспензий частиц, которые входят в состав геля. Это особенно важно для средств ухода за зубами, в состав которых обязательно должна входить суспензия абразивных частиц. В связи с этим можно обратиться к следующей работе:

5. Lockhead R.Y., Davidson J.A. and Thomas G.M.; "Polymers in Aqueous Media: Performance Through Association"; издательство Гласс Дж.Э.; *Advances in Chemistry* 223; Американское химическое общество, Вашингтон, особый округ Колумбия, 1989 г., стр. 113-147; этот источник также приведен в данном подробном описании в качестве ссылки.

Вышеуказанные линейно вязкоупругие свойства композиций для ухода за зубами по настоящему изобретению обусловлены в основном введением определенных синтетических линейно вязкоупругих структурированных полимерных загущающих агентов, молекулярная масса (М. масса) которых находится в интервале приблизительно от 1000 до 5000000. Подвергаемые структурированию гомополимеры и сополимеры (содержащие 2, 3 или большее число мономерных звеньев) представляют собой обычно анионоактивные продукты, молекулы которых включают в себя молекулярную или главную молекулярную цепь, которая содержит повторяющиеся звенья, причем по предпочтительному варианту каждое из них должно содержать по меньшей мере один углеродный атом (обычно в основной или главной молекулярной цепи содержатся только углеродные атомы) и, также по предпочтительному варианту, по меньшей мере по одной непосредственно или косвенно подвешенной одновалентной кислотной группе, например по остатку сульфокислоты, фосфиновой кислоты, предпочтительнее фосфоновой или карбоновой кислоты или ее соли, в частности соли щелочного металла или аммония. Обычно желательно, чтобы повторяющиеся звенья составляли по меньшей мере приблизительно 10%, предпочтительнее по меньшей мере примерно 50%, более предпочтительно по крайней мере приблизительно от 80% до 95% или 100%, по весу от веса полимера. По предпочтительному варианту предлагаемые композиции для ухода за зубами должны содержать приблизительно от 0,1 до 2,5% структурированного полимера.

В соответствии с предпочтительным вариантом требуемый структурированный полимер получают из синтетического анионоактивного полимерного поликарбоксилата, многие разновидности которого представлены в опубликованных научно-технических литературных источниках, например в качестве антикалькулезных средств в описаниях к патенту США № 3429963, выданному на имя Шедловского; к патенту США № 4152420, выданному на имя Гаффара; к патенту США № 3956480, выданному на имя Дихтера и др.; к патенту США № 4138477, выданному на имя Гаффара, и к патенту США № 4183914, выданному на имя Гаффара и др.

Эти синтетические анионоактивные полимерные поликарбоксилаты часто используют сами по себе в форме их свободных кислот или, предпочтительнее, в форме частично или, что более предпочтительно, полностью нейтрализованных водорастворимых или набухающих в воде (гидратируемых, гелеобразующих) солей щелочных металлов (например, калиевых, предпочтительнее натриевых) или аммония. Предпочтительными являются сополимеры малеинового ангидрида или малеиновой кислоты с другим полимеризуемым этиленовым ненасыщенным мономером в соотношении от 1:4 до 4:1, предпочтительнее метилвиниловый эфир/малеиновый ангидрид (МВЭ/МА) молекулярной массы приблизительно от 30000 до 1000000. Такие сополимеры на мировом рынке поставляет, например, фирма "ГАФ корпорейшн" под серийным названием Gantrez, например AN 139 (М. масса 500000), AN 119 (М.

масса 250000) и S-97 фармацевтического качества (М. масса 70000). Можно также применять термополимеры, в частности 1,0 МА/0,4 МВЭ/0,1 додекан; 1,0 МА/0,75 МВЭ/0,25 децен; 1,0 МА/0,95 МВЭ/0,05 эйкозен или тетрадецен; 1,0 МА/0,9 МВЭ/0,1 тетрадецен; 1 МА/0,9 МВЭ/0,1 акриловая кислота, винилпирролидон или изобутан.

Класс других широко применяемых полимерных поликарбоксилатов охватывает те, которые представлены в описании к патенту США № 3956480, указанному выше, в частности сополимеры в соотношении 1:1 малеинового ангидрида с этилакрилатом, оксиэтилметакрилатом, N-винил-2-пирролидоном или этиленом, причем этот последний поставляется на рынок, например, под торговым наименованием Monsanto EMA № 1103 с М. массой 10000 и EMA сорта 61, и сополимеры в соотношении 1:1 акриловой кислоты с метил- или оксиэтилметакрилатом, метил- или этилакрилатом, изобутилвиниловым эфиром или N-винил-2-пирролидоном.

К еще одним широко используемым полимерным карбоксилатам, которые предлагаются в описаниях к вышеуказанным патентам США №№ 4138477 и 4183914, относятся сополимеры малеинового ангидрида со стиролом, изобутиленом или этилвиниловым эфиром, полиакриловые, полиитаконные и полималеиновые кислоты и сульфокриловые олигомеры такой низкой молекулярной массы, как 1000, поставляемые на мировой рынок.

Обычно можно использовать также полимеризованные олефиновые или этиленовые ненасыщенные карбоновые кислоты, содержащие активированную углерод-углеродную олефиновую двойную связь, по месту которой легко протекает реакция полимеризации благодаря ее наличию в молекуле мономера либо в альфа-бета-положении относительно карбоксильной группы, либо в форме концевых метиленовых групп. Примерами таких кислот являются акриловая, метакриловая, этакриловая, альфа-хлоракриловая, кротоновая, бета-акрилоксипропионовая, сорбиновая, альфа-хлорсорбиновая, циннамовая, бета-стирилакриловая, муконовая, итаконная, цитраконовая, мезаконная, глутаконовая, аконитовая, альфа-фенилакриловая, 2-бензилакриловая, 2-циклогексил-акриловая, ангеликовая, умбелликовая, фумаровая, малеиновая кислоты и их ангидриды. Класс других различных олефиновых мономеров, сополимеризующихся с такими карбоновыми мономерами, охватывает винилацетат, винилхлорид, диметилмалеат и тому подобное. Молекулы сополимеров обычно содержат остатки солей карбоновых кислот в количестве, достаточном для водорастворимости.

Синтетический анионоактивный полимерный поликарбоксилатный компонент наиболее часто представляет собой углерод с возможным содержанием в его молекуле галоид- и кислородсодержащих заместителей и связей, например, остатков сложных эфиров, простых эфиров и гидроксильных групп.

В соответствии с другим предпочтительным вариантом воплощения настоящего изобретения требуемый структурированный полимер получают из полимера, молекулы которого содержат повто-

ряющиеся звенья, в которых один или несколько остатков фосфоновой кислоты связаны с одним или несколькими углеродными атомами в полимерной цепи. Примерами таких полимеров являются поливинилфосфоновая кислота, молекулы которой включают в себя звенья формулы I $[-CH_2-CH/PO_3H_2-]$, то есть сополимер, молекулы которого содержат звенья винилфосфоновой кислоты формулы I, чередующиеся или находящиеся в неупорядоченном сочетании со звеньями винилфосфонилфторида, поли-1-фосфонпропен со звеньями формулы II $[-CH/CH_3-CH/PO_3H_2-]$; поли-бета-стиролфосфоновая кислота, молекулы которой содержат звенья формулы III $[-CHPh-CH-PO_3H_2-]$, где Ph - фенил; сополимер бета-стиролсульфоновой кислоты с винилфосфоновой кислотой, содержащий звенья формулы III, которые чередуются или находятся в статистическом сочетании со звеньями формулы I, приведенной выше, и поли-альфа-стиролфосфоновая кислота, молекулы которой содержат звенья формулы IV $-CH_2-CPh/PO_3H_2-]$.

Молекулярная масса этих полимеров сти-ролфосфоновых кислот и их сополимеров с другими инертными этиленовыми ненасыщенными мономерами обычно находится в интервале приблизительно от 2000 до 30000, предпочтительнее примерно от 2500 до 10000. К таким "инертным" мономерам относятся те, которые не оказывают заметного влияния на предусмотренную функцию структурированного полимера.

Класс других фосфониксодержащих полимеров охватывает, например, фосфонированный этилен, молекулы которого содержат звенья формулы V $[-(CH_2)_{14}CHPO_3H_2-]_n$, где n может обозначать, например, целое положительное число или иметь величину, дающую полимер молекулярной массы приблизительно 3000; натрийполи-1,2-бутен-4,4-дифосфонат, молекулы которого содержат звенья формулы VI $[-CH_2-CH(CH_2-CH_2-PO_3H_2/2)-]$, и полиаллил-бис-/фосфоноэтиламин/, молекулы которого содержат звенья формулы VII $[-CH_2-CH(CH_2-N</PO_3H_2/2)-]$. Тем не менее к ним относятся также другие фосфонированные полимеры, которые включают в себя, например, полиаллилфосфоноацетат, фосфонированный полиметакрилат и тому подобное, и зародышевые дифосфонатные полимеры, предлагаемые в описании к европейской патентной публикации 0321233.

В качестве примеров, иллюстрирующих полимеры, молекулы которых содержат остатки фосфиновой кислоты и/или сульфокислот, можно упомянуть полимеры и сополимеры, молекулы которых содержат звенья или остатки, являющиеся производными полимеризации винил- или аллилфосфиновой и/или сульфокислот. Можно использовать смеси этих мономеров, в частности тех, что указаны выше в связи с широко применяемыми синтетическими анионными полимерными поликарбоксилатами. Следует отметить, что в молекулах этих и других поперечно сшиваемых полимеров, предназначенных для использования с данной целью, обычно только одна кислотная группа связана с любым данным углеродным или другим атомом в полимерной основной или боковой цепи. С той же целью можно использовать полисилоксаны, модифицированные таким обра-

зом, что в их молекуле содержатся боковые кислотные группы. Эффективными являются такие иономеры, содержащие или модифицированные таким образом, чтобы они содержали кислотные группы. Иономеры описаны на стр. 563-573 Энциклопедии химической технологии Кирка-Отмера (Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology), издание третье, дополнительный том, издательство Джон Уили энд санс, инк., копия 1984 г., которая в данном описании упомянута в качестве ссылки. При условии наличия или модификации таким образом, чтобы имелись кислотные группы, эффективны, кроме того, сложные полиэфиры, полиуретаны и синтетические и природные полиамиды, включая сюда белки и белковые материалы, в частности коллаген, полиаргинин и другие полимеризованные аминокислоты.

Поперечно сшиваемые полимеры и сополимеры, описанные выше, могут содержать в основном молекулярной или боковой цепи остатки, являющиеся производными полимеризующихся этиленовых ненасыщенных мономеров, помимо и отличных от вышеописанных мономерных остатков, содержащих кислотные группы. Процесс полимеризации проводят обычным путем, часто в присутствии инициатора, предпочтительнее в суспензионных условиях в среде растворителя, в котором растворимы или легко диспергируются мономер, но не полимерные продукты.

В соответствии с настоящим изобретением вышеописанные полимеры для достижения линейно вязкоэластичных свойств необходимо структурировать.

Такие полимеры слегка подвергают поперечной сшивке, благодаря чему набухают и образуют гели, прочные трехмерные структуры в водных системах. Избыточное структурирование приводит к образованию твердых, необратимых полимеров, поэтому его следует избегать. Количество сшивающего агента можно варьировать приблизительно от 0,01 до 30 вес.% от общего количества структурированного полимера, предпочтительнее примерно от 2 до 20 вес.%, более предпочтительно приблизительно от 3 до 15 вес.%.

В соответствии с предпочтительным вариантом процесс структурирования следует проводить параллельно процессу полимеризации мономерных компонентов полимера путем введения в их массу требуемого количества сшивающего агента. Согласно такому варианту в качестве сшивающих агентов обычно следует применять углеводороды, в молекулах которых содержатся по меньшей мере 4, предпочтительнее по крайней мере 5, примерно до 30, углеродных атомов и 2, менее предпочтительно 3 или большее число, полимеризующихся активированных этиленовых ненасыщенных групп, предпочтительнее не сопряженных, а находящихся по концам. Они могут включать в себя возможные галоид- и/или кислородсодержащие заместители и соединительные компоненты, в частности остатки сложных, простых эфиров и гидроксильные группы. К примерам таких поперечно сшитых агентов относятся 1,7-октадиен, 1,9-декадиен, 1,5-гексадиен, дивинилгликоль, бутандиолдивиниловый простой эфир, N,N'-метиленис-акриламид, полиэтиленгликольдиакрилаты и -диметакрилаты, которые в каждом случае по-

лучают из полиэтиленгликоля с молекулярной массой от 126 до 8500, триметилпропантриакрилат и триметилакрилат, этиленгликоль, пропиленгликоль, бутандиол, гександиол и додекадиолдиакрилаты и -диметакрилаты, диакрилаты и диметакрилаты блок-сополимеров, полученных из окиси этилена и окиси пропилена, многоатомные спирты (например, глицерин, сахароза или пентаэритрит), ди- или триэтерифицированные акриловой кислотой или метакриловой кислотой, триаллиламин, тетрааллилэтилендиамин, дивинилбензол, диаллилфталат, полиэтиленгликольди-виниловый эфир, триметилпропандиаллиловый эфир, полиаллилсахароза и пентаэритрит, дивинилэтиленмочевина и их смеси.

В соответствии с другим вариантом воплощения структурирование можно проводить после получения поперечно сшиваемого полимера (постполимеризационно) реакцией с некоторым количеством полифункциональных сшиваемых агентов, способных вступать в реакцию с соответствующими количествами боковых реакционноспособных групп вдоль основной молекулярной цепи, например гидроксильных групп, аминорупп, CONH_2 и особенно вышеуказанных кислотных групп полимера (например, карбоксильных, фосфоновых, фосфиновых, сульфоновых и тому подобных). Сшивающие агенты, вступающие в реакцию с кислотными группами, обычно содержат по меньшей мере приблизительно от 4 и примерно до 30 углеродных атомов и включают в себя, например, линейные и циклические многоатомные спирты, в частности бутан- и октандиолы, полиэтиленгликоль, глицерин, сахарозу и пентаэритрит, а также соответствующие полииолы и полиамины, в частности гексаметилен- и октадекадиамины и тому подобное. К сшивающим агентам, способным вступать в реакцию с другими вышеуказанными боковыми реакционно-способными группами, относятся соответствующие полифункциональные кислотные соединения, например, содержащие в молекуле по меньшей мере по 2 вышеуказанные кислотные группы, в частности бутан-, декан- и октандикарбоновые кислоты. Обычно постполимеризация менее предпочтительна, поскольку получаемые при этом структурированные продукты часто проявляют тенденцию становиться более легко подвергаемыми гидролизу или тому подобному, что обуславливает потерю целевых линейно вязкоэластичных свойств.

Совершенно очевидно, что для постполимеризационного структурирования полимеров и сополимеров, молекулы которых содержат звенья малеинового ангидрида, вначале необходимо раскрыть ангидридное кольцо путем гидролиза для высвобождения свободных карбоксильных групп, необходимых для реакции со сшивающим агентом.

Водно-увлажнительный носитель в композициях для ухода за зубами по настоящему изобретению обычно включает в себя приблизительно от 6 до 50% воды и примерно от 20 до 70% увлажнителя (или их смесь) от веса композиции для ухода за зубами. Содержание увлажнителей по предпочтительному варианту должно находиться в интервале приблизительно от 25 до 60% от чистой основы, а предпочтительное содержание воды

должно составлять примерно от 15 до 30%. Предпочтительное соотношение между увлажнителем и водой находится в интервале приблизительно от 1:1 до 4:1.

Класс нетоксичных, приемлемых для полости рта увлажнителей, которые пригодны для использования в составе композиций для ухода за зубами, охватывает, например, сорбит (обычно в форме 70%-го водного раствора), глицерин, пропиленгликоль, ксилит, полипропиленгликоль и/или полиэтиленгликоль (например, 400-600), в особенности смеси глицерина с сорбитом. В прозрачных гелях, где важное значение имеет показатель преломления, предпочтительнее использовать смесь приблизительно от 0 до 80% глицерина и примерно от 20 до 80% сорбита приблизительно с 3-30% воды.

Предлагаемая композиция для ухода за зубами содержит также приемлемый для полости рта и зубов абразив или полирующий материал, предназначенный для применения в сочетании с зубной щеткой. Примерами таких полирующих материалов являются нерастворимые в воде метафосфат натрия, метафосфат калия, трикальцийфосфат, дигидратированный фосфат кальция, безводный дикальцийфосфат, пирофосфат кальция, ортофосфат магния, триманийфосфат, карбонат кальция, силикат алюминия, силикат циркония, двуокись кремния, бентонит и их смеси. К другим приемлемым полирующим материалам относятся порошкообразные термореактивные смолы, которые предлагаются в описании к патенту США № 4070510, выданному 15 декабря 1962 г., в частности меламино-, фенольно- и мочевиноформальдегидные, структурированные полиэпоксиды и полиэфир. Предпочтительные полирующие материалы включают в себя кристаллическую двуокись кремния с размерами частиц приблизительно до 5 мкм, средним размером частиц примерно до 1,1 мкм и удельной площадью поверхности приблизительно до 50000 $\text{см}^2/\text{г}$, силикагель или коллоидную двуокись кремния и комплексный аморфный алюмосиликат щелочного металла.

Для использования с указанной целью предпочтительным является полирующий агент из двуокиси кремния. Особенно предпочтительными материалами являются коллоидные кремнийдиоксиды, в частности такие, которые известны под торговым наименованием Зеодент, например Зеодент 113, или под торговым наименованием Syloid, в частности Syloid 72 и Syloid 74, или же под торговым наименованием Santocel, в частности Santocel 100 и алюмосиликатные комплексы щелочных металлов. Такие полирующие агенты особенно полезны, поскольку их показатель преломления близок к показателям преломления систем желатинизирующий агент/жидкость (включая сюда воду и/или увлажнитель), обычно применяемых в составе средств ухода за зубами.

Многие из так называемых "нерастворимых в воде" полирующих материалов по характеру являются анионоактивными и включают в себя небольшие количества растворимого материала. Так, например, нерастворимый метафосфат натрия можно получить любым подходящим путем, как это проиллюстрировано в труде Торпа "Dictionary of Applied Chemistry", том 9, издание 4-е,

стр. 510-511. Дополнительными примерами приемлемых материалов служат формы нерастворимого метафосфата натрия, которые известны как соль Мадрелла и соль Каррола. Такие метафосфатные соли проявляют лишь незначительную растворимость в воде, вследствие чего их обычно называют нерастворимыми метафосфатами (НМФ). Они содержат незначительное количество растворимого фосфатного материала в качестве примесей, обычно несколько процентов, в частности до 4 вес.%. При желании содержание растворимого фосфатного материала, к которому, как полагают, относится растворимый триметафосфат натрия в случае нерастворимого метафосфата, можно и предпочтительнее снижать или сводить к нулю промывкой водой. Нерастворимый метафосфат щелочного металла обычно используют в порошкообразном виде при таком размере частиц, при котором доля частиц крупнее приблизительно 37 мкм не превышает приблизительно 1% от всего материала.

Полирующий материал обычно присутствует в количествах, которые находятся в пределах приблизительно от 5 до 60%, предпочтительнее примерно от 10 до 40%, более предпочтительно приблизительно от 10 до 30%.

Желаемым возможным компонентом композиций для ухода за зубами по настоящему изобретению является эффективное количество фторидных ионов, которые, как известно в данной области техники, предотвращают или устраняют кариес. К источникам фторида обычно относятся соединения, которые могут быть слабо или полностью растворяться в воде и композициях для ухода за зубами, необходимы в небольших количествах и делающие их эффективными. Они характеризуются способностью выделять фторидные ионы (или фторсодержащие ионы) в воде и свободны от нежелательных реакций с другими компонентами препаратов для полости рта. Среди таких материалов следует упомянуть неорганические фторидные соли, в частности растворимые соли щелочных и щелочноземельных металлов, например фтористый натрий, фтористый калий, фтористый аммоний, фтористый кальций, фтористая медь, такая как фторид одновалентной меди, фтористый цинк, фтористый барий, фторсиликат натрия, фторсиликат аммония, фторцирконат натрия, натриймонофторфосфат, алюминиймоно- и -дифторфосфат и фторированный натрийкальцийпирофосфат. Предпочтительными являются фториды щелочных металлов и олова, в частности фториды натрия и двухвалентного олова, натриймонофторфосфат (МФФ) и их смеси.

Количество фторвыделяющего соединения зависит в определенной мере от типа соединения, его растворимости и типа препарата для полости рта, но оно не должно быть токсичным, составляя обычно приблизительно от 0,005 до 3,0% в препарате. В препарате для ухода за зубами, например в геле, креме, зубной пасте, количество такого соединения, выделяющее приблизительно от 25 до 5000 ч./1000000 ч. ионов фтора от веса препарата считается удовлетворительным. Можно использовать любое приемлемое минимальное количество такого соединения, но предпочтительнее использовать соединение в количестве, достаточ-

ном для выделения приблизительно от 300 до 2000 ч./1000000 ч., более предпочтительно примерно от 800 до 1500 ч./1000000 ч., фторидных ионов. В случаях фторидов щелочных металлов и фторида двухвалентного олова этот компонент содержится в количестве приблизительно до 2 вес. % от веса препарата, предпочтительнее в интервале примерно от 0,05 до 1%. В случае натриймонофторфосфата это соединение может содержаться в количестве приблизительно 0,1-3%, чаще всего примерно 0,76%.

В состав таких композиций для ухода за зубами могут входить, как совершенно очевидно, другие обычные загустители (связующие, желирующие агенты), обычно в количестве, находящиеся в пределах приблизительно от 0,1 до 4 вес. ч. от определенного сшивающего полимерного загустителя. Примерами этих других загустителей служат ксантановая камедь, оксиэтилцеллюлоза и водорастворимые соли простых эфиров целлюлозы, в частности натрийкарбоксиметилцеллюлоза и натрийкарбоксиметилоксиэтилцеллюлоза. Можно также применять природные смолы, в частности каррагенан (ирландский мох, вискарин), кагауа камедь, аравийскую камедь и трагакантовую камедь. В качестве части системы загущающих веществ можно использовать коллоидный магнезийалюминийсиликат, veegum или тонкоизмельченную двуокись кремния. К предпочтительным загущающим веществам относятся ксантановая камедь, каррагенан, натрийкарбоксиметилцеллюлоза, натрийкарбоксиметилоксиэтилцеллюлоза и оксиэтилцеллюлоза, предпочтительнее в количестве приблизительно от 0,4 до 3 ч. на каждую часть сшивающего полимерного загустителя. Полезным является, кроме того, синтетический гектерит, синтетическая глина на основе коллоидного комплекса силиката магнезия и щелочного металла, поставляемая, например, на мировой рынок под торговым наименованием Laponite (в частности, CP, SP 2002, D) фирмой "Лейпорт индастриз лимитед". По данным анализа, Laponite D содержит приблизительно 58,00 вес.% двуокиси кремния, 25,40 вес.% окиси магнезия, 3,05 вес. % окиси натрия, 0,98 вес.% окиси лития, а также некоторое количество воды и следы других металлов. Его истинный удельный вес равен 2,53, а его кажущаяся насыпная плотность (г/мл при 8%-ной влажности) составляет 1,0.

К другим приемлемым загустителям относятся крахмал, поливинилпирролидон, оксибутилметилцеллюлоза, оксипропилметилцеллюлоза, альгинаты, gum ghatti, камедь рожкового дерева, гребешки, тамариндовая камедь и тому подобное.

Совершенно очевидно, что, как и обычно, препараты для обработки полости рта следует продавать или распространять каким-либо другим образом в упаковке, снабженной соответствующей этикеткой. Так, например, зубную пасту, крем или гель обычно следует упаковывать в мягкую трубу, как правило из алюминия, плакированного свинца или пластмассы, или другого расходного приспособления для выдавливания, подачи насосным средством или находящегося под давлением, позволяющего дозировать его содержимое, снабженное этикеткой, описывающей это содержимое по

существу как зубную пасту, гель или крем для зубов.

В составе композиций настоящего изобретения используют органические поверхностно-активные вещества для достижения усиленного профилактического действия, способствующие обеспечению тщательного и совершенного диспергирования антикалькулезного агента по всей полости рта и придающие предлагаемым композициям более приемлемые косметические свойства. По своей природе предпочтительные поверхностно-активные вещества являются анионоактивными, неионогенными или амфолитными, причем в качестве поверхностно-активного вещества предпочтительнее использовать детергентный материал, который придает композиции очищающие и пенообразующие свойства. Примерами приемлемых анионоактивных поверхностно-активных веществ являются водорастворимые соли моноглицеридмоносульфатов высших жирных кислот, в частности натриевая соль моносульфатированного моноглицерида жирных кислот гидрогенизованного кокосового масла, высшие алкилсульфаты, в частности такие, как лаурилсульфат натрия, алкиларилсульфонаты, в частности додецилбензолсульфонат натрия, высшие алкилсульфацетаты, эфиры высших жирных спиртов 1,2-диоксипропансульфоната и в значительной степени насыщенные высшие алифатические ациламиды низших алифатических аминокислотных соединений, в частности такие, которые содержат от 12 до 16 углеродных атомов в остатке жирной кислоты, алкильных или ацильных радикалах, и тому подобное. Примерами последних упомянутых аминов служат N-лауроилсаркозин, а также натриевые, калиевые и этаноламиновые соли N-лауроил-, N-миристоил- и N-пальмитоилсаркозинов, которые должны быть практически свободны от мыла или аналогичного высшего жирнокислотного материала. Применение таких саркозинатных соединений в композициях настоящего изобретения для полости рта особенно выгодно, поскольку эти материалы характеризуются продолжительным и заметным действием при ингибировании образования кислоты в полости рта в результате распада углеводов в сочетании с содействием некоторому снижению растворимости зубной эмали в растворах кислот.

Примерами водорастворимых неионогенных поверхностно-активных веществ служат продукты конденсации окиси этилена с различными реакционноспособными водородсодержащими соединениями, вступающими с ним в реакцию, содержащими длинные гидрофобные цепи (например, алифатические цепи, включающие в себя приблизительно от 12 до 20 углеродных атомов); продукты конденсации ("этоксамеры") содержат гидрофильные полиоксизетиленовые остатки, в частности продукты конденсации полиэтиленоксида с жирными кислотами, жирными спиртами, жирными амидами, многоатомными спиртами (например, с сорбитанмоностеаратом) и полипропиленоксидом (например, с Pluronic материалами).

В препараты настоящего изобретения для обработки полости рта можно вводить различные другие материалы, в частности отбеливатели, консерванты, силиконы, хлорофилловые соединения,

другие антикалькулезные агенты и/или содержащий аммоний материал, в частности мочевины, диаммонийфосфат и их смеси. В тех случаях, когда необходимо вводить добавки, их добавляют в препараты в количествах, которые не оказывают заметного нежелательного воздействия на желаемые свойства и характеристики продукта.

При этом можно также использовать подходящий ароматизирующий, вкусовой или подслащивающий материал. Примерами приемлемых компонентов, придающих аромат, служат ароматизирующие или вкусовые масла, в частности масло из кудрявой мяты, перечная мята, грушанка, сассафрас лекарственный, гвоздика, шалфей, эвкалипт, тажагат, корица, лимон, апельсин и метилсалицилат. Приемлемыми подслащивающими агентами могут служить сахароза, лактоза, мальтоза, сорбит, ксилит, цикламат натрия, периллартин, АФА (аспартилфенилаланин, метиловый эфир), сахарин и тому подобное. На долю приемлемых ароматизирующих и подслащивающих веществ совместно может приходиться приблизительно от 0,1 до 5% или больше от общего количества препарата.

В соответствии с предпочтительным вариантом воплощения настоящего изобретения такие композиции для ухода за зубами предпочтительнее наносить на поверхность зубов, например на зубную эмаль, предпочтительнее щеткой, регулярно от 1 до 3 раз в день, предпочтительнее с последующим полосканием полости рта.

Нижеследующие примеры А-Г иллюстрируют процесс приготовления практических синтетических структурированных полимеров и их свойства. Во всех случаях, за исключением специально оговоренных, все части, количества и пропорции как в данном подробном описании, так и в прилагаемой формуле изобретения являются весовыми, а температура выражена в градусах Цельсия.

Постполимеризационное структурирование

	Пример А	Пример В
ПВМ/МА*	0,33330 мол.	0,33001 мол.
ПЭГ 600**	0,00166 мол.	0,00249 мол.
МЭК***	6,6 мол.	0,6 мол.

* Соплимер винилметилового эфира/малеинового ангидрида в соотношении 1/1, Gantrez AN 139; М. масса 500000 (фирма "ГАФ корп.").

** Полиэтиленгликоль, М. масса - 600 (13-14 Э. О.).

*** Метилэтилкетон

Соплимер ПВМ/МА растворяют в МЭК (температура кипения - 80°C), в результате чего получают раствор концентрацией 10 вес.% в 1-литровом полимерном реакторе. Затем добавляют ПЭГ и раствор кипятят в колбе с обратным холодильником в течение приблизительно 4 час. Путем перегонки с помощью охлаждаемого водой конденсатора собирают по меньшей мере 400 мл МЭК. Получают розовый вязкий густой раствор, который при температуре 50-60°C выливают в широкую выпарную чашку, откуда в течение ночи под вакуумом и при температуре 60-70°C испаряют летучие вещества.

Хотя исходный сополимер ПВМ/МА в значительной степени растворим как в кетоне, так и в воде, продукт экспериментов примеров 1 и 2 представляют собой розовые очень твердые вещества, которые лишь слегка растворимы в кетонах и не растворяются, но быстро набухают в воде с образованием гелей. ИК-спектральный анализ показывает, что молекулы исходного полимера не содержат свободных карбоксильных групп, тогда как для обоих продуктов характерны резкие СООН-пики, обусловленные раскрытием кольца и образованием сложноэфирных поперечных сшивок, и указывает на то, что продукт эксперимента примера А содержит приблизительно 0,5 мол.% или примерно 2 вес. % ПЭГ-поперечных сшивок, а продукт эксперимента примера В содержит приблизительно 0,75 мол. % или примерно 3 вес. % ПЭГ-поперечных сшивок.

Одновременные полимеризация и структурирование.

Пример С. В 1-литровый автоклавы реактор загружают следующие материалы: 404,4 ч. циклогексана, 269,6 ч. этилацетата и 6 ч. 1,7-октадиена. При температуре 58°C тремя порциями добавляют 0,3 ч. трет-бутилпероксиавилата в качестве инициатора по 0,1 ч. каждый раз по истечении 60 и 120 мин после добавления первой порции. 75 ч. расплавленного малеинового ангидрида и 49,0 ч. метилвинилового простого эфира смешивают между собой и постепенно добавляют в реакционный сосуд при температуре 58°C и под избыточным давлением 65 фунтов/кв. дюйм, 4,6 кг/см² (естественное давление системы) в течение 2-часового периода времени. Затем реакционную смесь выдерживают при температуре 58°C в течение двух часов после завершения добавления инициатора. За присутствием малеинового ангидрида следят, проводят испытания с использованием трифенилфосфена. Образующийся продукт выпадает в осадок из раствора (суспензионная полимеризация). После завершения реакции продукт охлаждают до комнатной температуры, фильтруют и сушат в вакуумной печи. Он представляет собой структурированный сополимер простого метилвинилового эфира и малеинового ангидрида (ПВМ/МА) в соотношении 1:1, содержащего приблизительно 4,6 вес. % октадиенового сшивающего агента.

Пример D. Повторяют процедуру примера С, используя 5 ч. 1,9-декадиена вместо 6 ч. 1,7-октадиена. Продукт в форме белого порошка обладает нижеследующими показателями вязкости в водных растворах различной концентрации при величине pH 7 и температуре 25°C, как это определяют в ротационном вискозиметре Брукфилда RVT со шпинделем ТС при скорости вращения 10 об/мин.

Таблица 1

Концентрация	Вязкость
0,25%	30800 сПз
0,50%	63500 сПз
1,00%	90000 сПз

0,5%-ный водный раствор этого продукта при величине pH, отрегулированной до уровня 7,

характеризуется нижеследующими вязкостными свойствами, измеряемыми с помощью ротационного вискозиметра Брукфилда модели RVT со шпинделем ТС, который вращается с различным числом оборотов в минуту.

Таблица 2

Число оборотов в минуту	Вязкость
1	376x10 ³
2,5	180x10 ³
5	105x10 ³
10	59x10 ³

Эти результаты показывают, что даже при очень низких концентрациях такой структурированный сополимер ПВМ/МА образует очень высоковязкие растворы.

С помощью ротационного вискозиметра Хааке RV12 с сенсорной системой MV IP при варьировании усилия сдвига в интервале от 0 до 10 сек⁻¹ получают нижеследующие данные текучести водных растворов этого полимера варьированной концентрации при pH 7.

Таблица 3

Концентрация	Параметры текучести (в Паскалях)
0,125	37
0,250	64
0,500	180

Эти данные высокой текучести, которые соответствуют количеству сдвигового усилия, необходимого для инициирования истечения, указывают на образование гелевой структуры, обеспечивающей постоянную стабилизацию суспензий частиц, в частности нерастворимого полирующего материала в композициях для чистки зубов.

Пример E. 1%-ные водные растворы структурированного сополимера ПВМ/МА, содержащего от 0,01 до 10% 1,7-октадиенового сшивающего агента, полученного в соответствии с изложенным в примере С, подвергают встряхиванию в течение ночи для гидролиза кольца малеинового ангидрида, а затем нейтрализуют гидроокисью натрия для полной ионизации карбоксильных групп. Результаты, приведенные в нижеследующей таблице, указывают на то, что растворы, содержащие более 2,5%, то есть по меньшей мере приблизительно 3%, сшивающего агента, являются гелями, тогда как растворы, содержащие до 2,5% сшивающего агента, не являются гелями.

Таблица 4

Вес. % сшивающего агента	Результаты желатинизации
0,1	Никакого геля
0,5	Никакого геля
1,0	Никакого геля
2,5	Никакого геля
5,0	Желатинизация
7,5	Желатинизация
10,0	Желатинизация

Пример G. Возможная процедура гидролиза.

В 2-литровый реактор, снабженный механической мешалкой и обратным холодильником, загружают 962 г деионизованной воды и 28 г 10%-ного водного раствора гидрата окиси натрия. Смесь нагревают до температуры 65°C и добавляют при перемешивании 10 г продукта примера D. В течение 2 ч система становится прозрачной, а величина ее pH составляет приблизительно 7. Содержание сухого вещества в полученном геле составляет 1%.

Нижеследующие примеры приведены исключительно с целью иллюстрации композиций для чистки зубов по настоящему изобретению. Обычно структурированный полимер или сополимер гидролизуются водой или смесями воды с увлажнителем при достаточном количестве основания для нейтрализации кислоты, предпочтительнее при температуре в интервале 40-60°C. Готовую дисперсию смешивают с другими компонентами композиции для чистки зубов при величине pH примерно 7.

Непрозрачные гелевые композиции для чистки зубов, вес. %

Пример	1	2	3	4
X Полимер A*	0,5	—	—	—
X Полимер B**	—	0,5	0,7	—
X Полимер C***	—	—	—	1,3
Глицерин	25,0	—	25,0	25,0
Полиэтиленгликоль 600	3,0	—	3,0	2,0
Сорбит (70%-ный водный раствор)	31,7	62,8	34,8	35,2
Гидрат окиси натрия (50%-ный)	0,20	0,40	0,40	0,50
Фтористый натрий	0,242	0,242	0,242	0,242
Тетранатрийпирофосфат	0,50	0,50	0,50	0,50
Натрийсахарин	0,20	0,20	0,20	0,20
Двуокись титана	0,30	0,30	0,30	0,30
Бензоат натрия	0,50	0,50	0,50	0,50
Zeodent 113 (двуокись кремния)	18,0	23,0	23,0	23,0
Sylodent 700 (двуокись кремния)	5,5	—	—	—
Ароматизирующая или вкусовая добавка	0,89	0,89	0,89	0,89
Лаурилсульфат натрия (ЛСН)	1,20	1,20	1,20	1,20
Вода в необходимом количестве до	100	100	100	100

* Структурированный ПВМ/МА примера А, содержащий приблизительно 0,5 мол. % ПЭГ 600 в качестве сшивающего агента.

** Структурированный ПВМ/МА примера С, содержащий приблизительно 5 вес. % 1,7-октадиенового сшивающего агента.

*** Структурированный ПВМ/МА примера Е, содержащий приблизительно 10% 1,7-октадиенового сшивающего агента.

Композиции для чистки зубов, вес. %

Пример	5	6	7
X Полимер В	0,75	1,0	0,25
Карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ)	—	1,3	0,5
Глицерин	19,9	10,2	25,0
Полиэтиленгликоль 600	3,0	3,0	3,0
Сорбит (70%-ный водный раствор)	33,8	22,5	35,0
Гидрат окиси натрия (50%-ный)	0,4	—	0,3
Тетранатрийпирофосфат	0,5	1,5	0,5
Тетракалийпирофосфат	—	4,5	—
Натрийсахарин	0,2	0,4	0,2
Двуокись титана	0,3	—	0,3
Краситель GD энд С голубой № 1	—	0,4	—
Zeodent 113 (двуокись кремния)	25,0	23,0	25,0
Ароматизирующая или вкусовая добавка	0,89	0,95	0,89
Лаурилсульфат натрия	1,2	1,2	1,2
Вода в количестве, необходимом до	100	100	100

Непрозрачные гелевые композиции для ухода за зубами

Пример	8	9	Контрольн. А
Глицерин	26,0	25,0	25,0
Сорбит (70%-ный водный раствор)	36,2	36,2	38,1
Полиэтиленгликоль	3,0	3,0	3,0
Карбоксиметилцеллюлоза	0,5	—	0,4
Ксантановая камедь	—	0,4	—
XI Полимер В	0,3	0,3	—
Тетранатрийпирофосфат	0,5	0,5	0,5
Сахарин	0,2	0,2	0,2
Фтористый натрий	0,243	0,243	0,243
Двуокись титана	0,3	0,3	0,3
Ароматизирующая или вкусовая добавка	0,89	0,89	0,89
Кремнеземный загуститель	—	—	5,5
Кремнеземный абразив	20,0	20,0	18,0
Лаурилсульфат натрия	1,2	1,2	1,2
Вода в количестве, необходимом до	100	100	100

Вязкостные характеристики.

Значения вязкости по Брукфилду композиций примеров 8, 9 и контрольного измеряют как функцию времени после осуществления процеду-

ры SPI (Общество промышленности пластмасс) № 7707-1 с применением ротационного вискозиметра Брукфилда RVTД со шпинделем Т-Е, который вращается со скоростью 5 об/мин, с получением нижеследующих результатов.

Композиция	% XL полимера В	% смолы	В единицах Брукфилда спустя		
			3 дня	30 дней	90 дней
Пример 8	0,3	0,5 КМЦ	23,5	25,0	28,5
Пример 9	0,3	0,4 ксантана	20,0	21,0	22,5
Контрольный	—	0,4 КМЦ	29,0	38,0	41,5

Вышеприведенные результаты указывают на то, что с течением времени загущение композиций, содержащих структурированные полимеры, прогрессирует в значительно меньшей степени, чем в случае контрольной композиции, которая включает в себя КМЦ и двуокись кремния в качестве загустителя.

Испытание с нарастанием давления для определения выдавливаемости.

Измерение с нарастанием давления для определения выдавливаемости средства для ухода за зубами проводят с использованием прибора Реометрическая система четыре при постоянной степени сдвига 10 сэк^{-1} и как функцию времени с получением нижеследующих результатов.

Композиция	Усилие (дин/см ²)
Пример 8	7500
Пример 9	6000
Контрольный А 9500	9500

Максимальное оказываемое усилие сдвига указывает на количество работы, которое требуется для выдавливания средства для ухода за зубами.

Вышеприведенные результаты свидетельствуют о том, что композиции, содержащие структурированные полимеры, значительно легче выдавить, чем контрольную.

Существо настоящего изобретения изложено выше в виде некоторых предпочтительных вариантов его воплощения, поэтому совершенно очевидно, что существом и областью действия данного подробного описания и рамками прилагаемой формулы изобретения охватываются все модификации и измерения, которые может вносить любой специалист в данной области.

Тираж 50 экз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»

Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101

(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03