



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0025523

(51)⁷ A61K 8/19; A61Q 11/00; A61K 8/97; (13) B
A61K 8/02; A61K 8/73

(21) 1-2015-01883

(22) 25/11/2013

(86) PCT/EP2013/074578 25/11/2013

(87) WO2014/082951 A2 05/06/2014

(30) 12194410.2 27/11/2012 EP

(45) 25/09/2020 390

(43) 25/09/2015 330A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, The Netherlands.

(72) ASHCROFT, Alexander, Thomas (GB); BRENNAN, Lee, James (GB); WILSON, William, John (GB).

(74) Công ty TNHH Trần Hữu Nam và Đồng sự (TRAN H.N & ASS.)

(54) CHẾ PHẨM CHĂM SÓC RĂNG MIỆNG VÀ KEM ĐÁNH RĂNG CHỨA CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm chăm sóc răng miệng phù hợp để làm sạch bề mặt của khoang miệng, chế phẩm này chứa:

pha liên tục chứa nước chứa một hoặc nhiều rượu polyhydric với lượng ít nhất là 1% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm;

chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt với lượng từ 1 đến 70% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm, mà được phân tán trong pha liên tục chứa nước;

đặc trưng ở chỗ, pha liên tục chứa nước được kết cấu bằng chất nền chứa hạt chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa. Sáng chế cũng đề cập đến kem đánh răng chứa chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm chăm sóc răng miệng. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm chăm sóc răng miệng có chứa chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa và chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chất mài mòn sử dụng trong các chế phẩm chăm sóc răng miệng như kem đánh răng, phải có hiệu quả trong việc loại bỏ các vết bẩn bên ngoài, mảng bám răng và mảnh vụn thức ăn tích tụ trên màng mỏng ở bề mặt răng.

Nói chung, hiệu quả của việc loại bỏ vật lý vết bẩn, mảng bám và mảnh vụn thức ăn có thể tăng bằng cách sử dụng một chất mài mòn có độ mài mòn gia tăng, hoặc bằng cách tăng lượng chất mài mòn được tích hợp trong chế phẩm. Tuy nhiên, cả hai cách tiếp cận này đều làm tăng nguy cơ bề mặt răng có thể bị hỏng.

Theo đó, vẫn có một nhu cầu thường trực về chế phẩm chăm sóc răng miệng mà thể hiện mức độ làm sạch cần thiết, nhưng không mài mòn quá và không gây tổn hại cho răng.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hiệu quả làm sạch của chế phẩm chăm sóc răng miệng chứa chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt có thể được tăng một cách đáng ngạc nhiên khi đưa các chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa vào.

Chất xơ họ cam quýt và việc sử dụng chúng để tạo cấu trúc cho thực phẩm và chế phẩm chăm sóc cá nhân được mô tả trong công bố yêu cầu cấp patent Mỹ số US2004/0086626 và US2009/269376. Sự phù hợp của chế phẩm chất tẩy rửa dạng lỏng được kết cấu từ chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa với các enzym làm sạch và chăm sóc được mô tả trong công bố sáng chế quốc tế số

WO2012/052306. Việc sử dụng nó với polyme lỏng động cation cho dầu gội chống gàu được bộc lộ trong công bố sáng chế quốc tế số WO2012/019934.

Patent Mỹ số US 7981855 bộc lộ chế phẩm chứa chất hoạt động bề mặt tẩy rửa dạng lỏng chứa chất hoạt động bề mặt với lượng đến 15% trọng lượng, chứa chất hoạt động bề mặt anion với lượng ít nhất là 1%, xenluloza vi khuẩn với lượng đến 2% trọng lượng (tốt hơn là vi sợi xenluloza) và chất xơ họ cam quýt với lượng từ 0,001 đến 5% trọng lượng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm chăm sóc răng miệng phù hợp để làm sạch bề mặt của khoang miệng, chế phẩm này chứa:

pha liên tục chứa nước chứa một hoặc nhiều rượu polyhydric với lượng ít nhất là 1% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm;

chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt với lượng từ 1 đến 70% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm, trong đó chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt có kích thước hạt trung bình (ESD trung bình) nằm trong khoảng từ 1 đến 15 micron và được phân tán trong pha liên tục chứa nước, đặc trưng ở chỗ pha liên tục chứa nước được kết cấu bằng chất nền chứa hạt chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt

Chế phẩm theo sáng chế chứa chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt với lượng từ 1 đến 70% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm, mà được phân tán trong pha liên tục chứa nước.

Chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt được ưu tiên sử dụng trong sáng chế có thể được đặc trưng bởi kích thước và hình dạng cụ thể của các hạt sơ cấp cấu thành chúng.

"Các hạt sơ cấp" có nghĩa là các hạt riêng lẻ, được định nghĩa là các hạt rời rạc nhỏ nhất có thể được nhìn thấy bằng cách phân tích hiển vi điện tử (chẳng hạn, ví dụ, tinh thể riêng biệt).

Các hạt sơ cấp có thể kết hợp dưới các điều kiện nhất định để tạo thành các cấu trúc thứ cấp lớn hơn như các chất kết tụ hoặc những khối kết tụ.

Đối với các mục đích của sáng chế, nguồn canxi cacbonat dạng hạt phù hợp bao gồm canxi cacbonat kết tinh.

Thuật ngữ "kết tinh" (trong ngữ cảnh của canxi cacbonat dạng hạt) thường có nghĩa là canxi cacbonat dạng hạt mà trong đó có ít nhất 50% trọng lượng, tốt hơn là ít nhất là 75% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 90% trọng lượng, tốt nhất là hơn 95% trọng lượng và lý tưởng là hơn 99% trọng lượng của các hạt canxi cacbonat ở dạng kết tinh.

Thuật ngữ "tinh thể" có nghĩa là một chất rắn đặc hoàn toàn tuyệt đối của các nguyên tử được sắp xếp trong một thứ tự lặp đi lặp lại được liên kết bởi các bề mặt phẳng mà là những biểu hiện bên ngoài của cấu trúc bên trong. Tinh thể có thể được xác định và mô tả bởi các kỹ thuật thông thường được biết đến bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này như nhiễu xạ tia X.

Chất mài mòn canxi cacbonat dạng tinh thể sử dụng trong sáng chế có sẵn trong tự nhiên (thông qua việc khai thác và chế biến quặng tự nhiên) hoặc tổng hợp (thông qua kết tủa hóa học). Có ba hình thái tinh thể chính, canxit, aragonit, và ít được tìm thấy hơn là vaterit. Dạng vaterit của canxi cacbonat là siêu bền và không thể phục hồi biến thành canxit và aragonit. Có rất nhiều dạng đa hình khác nhau (dạng tinh thể) cho mỗi dạng tinh thể này. Hình thái tinh thể canxit là dạng tinh thể thường sử dụng của canxi cacbonat. Hơn 300 dạng tinh thể của canxit đã được báo cáo trong tình trạng kỹ thuật.

Kích thước hạt (ví dụ như tinh thể) có thể được xác định bằng các kỹ thuật thông thường được biết đến bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này như sự sa lắng. Giá trị kích thước hạt thu được từ kỹ thuật sa lắng thường được biểu diễn dưới dạng đường kính hình cầu tương đương (ESD), tức là đường kính của hình cầu được cho là có cùng thể tích với các hạt. Giá trị

ESD có thể được tính dựa trên tốc độ sa lắng của các hạt mà được định nghĩa theo quy định của Stokes' Law (Micromeritics SediGraph® 5100 Particle Size Analysis System Operator's Manual, V2.03, 1990). Tốc độ sa lắng được đo bằng cách sử dụng một chùm tia chuẩn trực tinh khiết của tia X năng lượng thấp mà đi qua các ô mẫu đến bộ phát hiện. Đối với một mẫu số lượng của các hạt, sự phân bố khối lượng của hạt tại các điểm khác nhau trong ô ảnh hưởng đến số lượng các xung tia X tới được bộ phát hiện. Đếm xung tia X này được sử dụng để thu được sự phân bố kích thước hạt được thể hiện như khối lượng phần trăm đường kính hạt được cung cấp. Các giá trị trung bình của ESD ("ESD trung bình") mà có thể được bắt nguồn từ sự phân bố này (tức là giá trị ESD cụ thể trên đường cong phân bố khối lượng tích lũy ở đó 50 khối lượng phần trăm tập hợp có ESD cao hơn và 50 khối lượng phần trăm tập hợp có ESD thấp hơn) thường được trích dẫn như kích thước hạt trung bình của tập hợp mẫu.

Hiệu suất làm sạch tốt đã đạt được với canxi cacbonat kết tinh trong đó có ít nhất 50% trọng lượng, tốt hơn là ít nhất là 80% trọng lượng của các tinh thể là tinh thể canxit khối sáu mặt thoi với kích thước hạt trung bình ("ESD trung bình" như mô tả ở trên) là từ 1 đến 15 micron.

Các nguồn canxi cacbonat tinh thể phù hợp có kích thước và hình dạng được xác định trên bao gồm chất mài mòn canxi cacbonat ở mặt đất tự nhiên, thường đạt được từ việc khai thác và nghiền cơ học của đá trầm tích như đá vôi hay đá phấn, hoặc các loại đá biến chất như đá cẩm thạch. Canxi cacbonat tự nhiên thường ở dạng đa hình canxit, với hình thái tinh thể thường có thể được mô tả là khối sáu mặt thoi.

Chất mài mòn canxi cacbonat ở mặt đất tự nhiên được ưu tiên của các loại định nghĩa ở trên được chọn từ đá vôi đất, đá phấn hoặc đá cẩm thạch, được tinh chế tùy ý hoặc được tinh chế một phần để loại bỏ các tạp chất, và có kích thước hạt trung bình ("ESD trung bình" như mô tả ở trên) nằm trong khoảng từ 1 đến 15 micron, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 10 micron, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 2,5 đến 9 micron. Ví dụ có sẵn trên thị trường bao gồm các nguyên liệu được bán bởi công ty OMYA™ AG dưới tên OMYACARB™ 2-

AV và OMYACARB™ 5-AV. Đây là chất mài mòn bằng đá cẩm thạch trắng có tinh khiết cao từ đất tốt có kích thước hạt trung bình ("ESD trung bình" như mô tả ở trên) lần lượt là khoảng 3 và khoảng 5 micron.

Theo một khía cạnh của sáng chế kết quả làm sạch tốt mà không mài mòn quá mức đã đạt được với canxi cacbonat kết tinh trong đó mỗi tinh thể đều ở dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân.

Liên quan đến "hình thái tinh thể tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân" (trong trường hợp của canxi cacbonat dạng tinh thể) thường để chỉ canxi cacbonat kết tinh trong đó có ít nhất 50% trọng lượng, tốt hơn là ít nhất là 75% trọng lượng, tốt hơn là ít nhất 90% trọng lượng, tốt nhất là hơn 95% trọng lượng và lý tưởng là hơn 99% trọng lượng của các tinh thể là tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân. Tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân có một tập hợp các mặt mà thiên về chiều dọc hoặc hướng trục "c", mỗi mặt trong số đó là hình tam giác không cân (tức là tam giác có ba cạnh có chiều dài không bằng nhau). Đối với mục đích của sáng chế này, tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân được ưu tiên có hình dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân dạng tam giác, với mười hai mặt tam giác cạnh không đều. Hình dạng tinh thể có thể được xác định bằng các kỹ thuật thông thường được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này như kính hiển vi điện tử quét (SEM). SEM là một kỹ thuật hình ảnh và phân tích dựa trên việc phát hiện các electron và tia X được phát ra từ một nguyên liệu khi được chiếu bằng một chùm tia điện tử quét. Hình ảnh cho phép người sử dụng phân biệt giữa các hạt sơ cấp và tập hợp hoặc khối kết tụ.

Đối với mục đích của sáng chế này, các tinh thể canxi cacbonat dạng tinh thể bán đối xứng có từ 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân được ưu tiên, có thể được đặc trưng hơn nữa là có một diện tích bề mặt riêng BET cao hơn hoặc bằng 0,1 m²/g, tốt hơn là hoặc bằng 1 m²/g, tốt hơn nữa cao hơn hoặc bằng 3 m²/g và tốt nhất là cao hơn hoặc bằng 4 m²/g. Các hạt canxi cacbonat theo sáng chế nói chung có diện tích bề mặt riêng BET thấp hơn hoặc bằng 30 m²/g, tốt

hơn là thấp hơn hoặc bằng $25 \text{ m}^2/\text{g}$, tốt hơn nữa là thấp hơn hoặc bằng $20 \text{ m}^2/\text{g}$, và tốt nhất là thấp hơn hoặc bằng $15 \text{ m}^2/\text{g}$. Diện tích bề mặt riêng BET thường được đo theo tiêu chuẩn ISO 9277 trong đó quy định cụ thể việc xác định diện tích bề mặt toàn bộ bên ngoài và bên trong của chất rắn phân tán hoặc xốp bằng cách đo lượng khí chất hấp phụ vật lý theo phương pháp Brunauer, Emmett và Teller (BET).

Như đã nêu ở trên, các hạt sơ cấp (như tinh thể riêng biệt) dưới điều kiện cụ thể, có thể kết hợp để hình thành các cấu trúc thứ cấp lớn hơn như tập hợp hoặc khối kết tụ. Cụ thể, các tinh thể canxi cacbonat dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân mô tả ở trên có thể kết hợp để hình thành các cấu trúc thứ cấp dưới các điều kiện cụ thể. Kích thước của các cấu trúc thứ cấp thường là khoảng D_p (như được định nghĩa ở trên) $\times 10$, và có thể được xác định bằng các kỹ thuật thông thường được biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này như sự sa lắng. Giá trị kích thước hạt thu được từ kỹ thuật sa lắng cũng thường được biểu diễn dưới dạng đường kính hình cầu tương đương (ESD), tức là đường kính của hình cầu được cho là có thể tích bằng với các hạt. Giá trị ESD có thể được tính dựa trên tốc độ sa lắng của các hạt mà được định nghĩa theo quy định của Stokes' Law (Micromeritics SediGraph® 5100 Particle Size Analysis System Operator's Manual, V2.03, 1990). Tốc độ sa lắng được đo bằng cách sử dụng chùm tia chuẩn trực tinh khiết của tia X năng lượng thấp mà đi qua các ô mẫu đến bộ phát hiện. Đối với một mẫu số lượng của các hạt, sự phân bố khối lượng của hạt tại các điểm khác nhau trong ô ảnh hưởng đến số lượng các xung tia X tới được bộ phát hiện. Đếm xung tia X này được sử dụng để thu được sự phân bố kích thước hạt được thể hiện như khối lượng phần trăm đường kính hạt được cung cấp. Các giá trị trung bình của ESD có thể bắt nguồn từ sự phân bố này (tức là giá trị ESD cụ thể trên đường cong phân bố khối lượng tích lũy ở đó 50 khối lượng phần trăm tập hợp có ESD cao hơn và 50 khối lượng phần trăm tập hợp có ESD thấp hơn) là thường được trích dẫn như kích thước hạt trung bình của tập hợp mẫu. Tinh thể canxi cacbonat dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân được ưu

tiên để sử dụng trong sáng chế có thể tạo thành các cấu trúc thứ cấp như hình cấu trúc hoa thị, cụm hoặc cấu trúc "ngôi sao" (tức là nhiều các hạt sơ cấp tỏa ra từ một lõi trung tâm) với kích thước hạt trung bình (ESD trung bình được xác định bởi kỹ thuật sa lắng) khác nhau, từ khoảng 2 đến 3 micron.

Dạng tinh thể canxi cacbonat có hình thái tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân (như mô tả ở trên) và phù hợp để sử dụng trong sáng chế có sẵn trong tự nhiên, hoặc có thể được sản xuất bởi kỹ thuật sản xuất chất kết tủa. Thông thường, canxi cacbonat đã kết tủa được điều chế bằng cách cho huyền phù canxi hydroxit đặc vào phản ứng bão hòa khí cacbonic. Kiểm soát môi trường dung dịch cụ thể trong quá trình tạo thành hạt nhân và tăng trưởng của canxi cacbonat chi phối kích thước và hình dạng của tinh thể trong sản phẩm canxi cacbonat kết tủa tạo thành.

Nguồn sẵn có trên thị trường của canxi cacbonat dạng hạt phù hợp để sử dụng trong sáng chế là canxi cacbonat kết tủa SOCAL® S2E (PCC), từ Solvay SA.

Các hỗn hợp của bất kỳ nguyên liệu nào đã mô tả ở trên cũng có thể được sử dụng.

Số lượng tương đối của canxi cacbonat dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân được đưa vào chế phẩm này sẽ phụ thuộc vào ở một mức độ nào đó vào loại chế phẩm được sử dụng và cách sử dụng thông thường của nó (ví dụ liều lượng sản phẩm thông thường và khoảng thời gian nó tiếp xúc với vị trí được dùng).

Trong thuốc đánh răng để sử dụng trong sáng chế, ví dụ, số lượng canxi cacbonat dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân có thể thường nằm trong khoảng từ 1 đến 50%, tốt hơn là từ 10 đến 40%, tốt hơn là từ 30 đến 40% tổng trọng lượng canxi cacbonat dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân dựa trên tổng trọng lượng của kem đánh răng.

Các loại khác của chất mài mòn canxi cacbonat cũng có thể phù hợp, tùy thuộc vào sự cân bằng cụ thể giữa làm sạch và mài mòn do yêu cầu từ góc độ của người tiêu dùng.

Chất xơ họ cam quýt

Các pha liên tục chứa nước của chế phẩm theo sáng chế được kết cấu bằng chất nền chứa hạt chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa.

Hạt chất xơ họ cam quýt thu được từ cùi trắng của các loại trái cây họ cam quýt. Cùi trắng thường được định nghĩa là màu trắng, phần bên trong của vỏ, bao gồm các mô xốp, có chứa chất nền của các tế bào vách mỏng với các khoảng trống gian bào và một vài bó mạch. Theo quy trình sản xuất thông thường, hạt chất xơ họ cam quýt được sản xuất bằng cách lấy nguyên liệu là thành tế bào thực vật không hòa tan từ chanh vàng và chanh xanh, sau khi nước chanh và dầu đã được chiết xuất, và sau đó nghiền, sấy khô và sàng nguyên liệu này. Các hạt chất xơ họ cam quýt có thể được tinh chế hơn nữa với các bước rửa thêm trước khi phơi khô nghiền và sàng. Kích thước hạt thường dao động từ 10 đến 500 micron. Các hạt không hòa tan trong nước do hàm lượng cao của xenluloza và hemixenluloza nhưng chúng cho thấy đặc tính trương nở tốt.

Chất xơ họ cam quýt được gọi là "sợi" vì thành phần chất xơ của nó (tức là xenluloza, hemixenluloza và pectin từ thành tế bào) chứ không phải là hình thái của các hạt của nó. Các nghiên cứu trên kính hiển vi hạt chất xơ họ cam quýt thường cho thấy một hỗn hợp đồng nhất của các hạt có kích thước và hình dạng khác nhau. Trong khi một số các hạt này là chất xơ trong thiên nhiên, nhiều hạt là hình cầu. Nói chung, phần lớn nguyên liệu bao gồm các khối kết tụ của thành tế bào và các mảnh vỡ tế bào. Tuy nhiên, một số cấu trúc dạng ống với đường kính mở khoảng 10 micron, thường được sắp xếp thành từng cụm, có thể được xác định. Đây là những kênh vận chuyển nước mà chủ yếu nằm trong vỏ của các loại trái cây họ cam quýt, và gọi là mạch xylem. Các mạch xylem bao gồm các cụm tế bào chết, kết hợp với nhau để tạo thành ống tương đối dài, dài 200-300 micron. Bên ngoài của các ống được gia cố bằng lignin, mà thường

được đặt nằm trong các vòng hoặc vòng xoắn, ngăn chặn các ống khỏi sụp đổ do các lực mao dẫn tác động lên các bức tường ống trong khi vận chuyển nước.

Nguồn của các hạt chất xơ họ cam quýt được ưu tiên để sử dụng trong chế phẩm của sáng chế là chất xơ họ cam quýt Herbacel AQ Plus. Nguyên liệu này có sẵn trên thị trường ở dạng bột khô từ Herbafood Ingredients GmbH, Đức. Nó có hàm lượng chất xơ (hòa tan và không hòa tan) lớn hơn 80% và hàm lượng chất xơ hòa tan lớn hơn 20%. Nó được cung cấp dưới dạng bột khô mịn và có khả năng liên kết nước khoảng 20 kg nước trên mỗi kg bột.

Thuật ngữ "hoạt hóa" trong bối cảnh của sáng chế này thường có nghĩa là một quá trình trong đó các hạt chất xơ họ cam quýt được ngâm nước và phân tán. Quá trình này trương nở và phá vỡ các hạt và cho phép chúng tạo thành chất nền cấu trúc khi đưa vào dung môi chứa nước (chẳng hạn như các pha liên tục chứa nước của chế phẩm theo sáng chế).

Trong một quá trình hoạt hóa thông thường, chất xơ họ cam quýt dạng bột khô được hoạt hóa bởi sự phân tán cắt mạnh ở nồng độ thấp trong nước để tạo thành một tiền hỗn hợp. Đó là điều thuận lợi để bổ sung chất bảo quản vào tiền hỗn hợp này.

Việc cắt không nên đủ mạnh để dẫn đến sự tách sợi. Nếu máy làm đồng nhất áp suất cao được sử dụng nó nên được vận hành từ 200 đến 600 bar. Càng cắt nhiều thì các hạt thu được càng kém dày đặc. Trong khi các hình thái bị thay đổi do cắt mạnh, kích thước khối tụ đường như không thay đổi. Chất xơ phá vỡ và sau đó điền vào pha nước. Việc cắt cũng xoa mát các phần bên ngoài của thành tế bào và điều này có thể tạo thành chất nền mà tạo cấu trúc nước nằm ngoài thể tích của chất xơ ban đầu.

Tiền hỗn hợp chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa theo cách khác được tạo thành bằng cách nghiền bằng máy trộn cắt mạnh, chẳng hạn như Silverson. Tiền hỗn hợp có thể được chuyển qua nhiều giai đoạn cắt mạnh tuần tự để đảm bảo hydrat hóa đầy đủ và sự phân tán của các chất xơ họ cam quýt này.

Tiền hỗn hợp này có thể được để lại để hydrat hóa thêm (tuổi) sau khi phát tán bằng cắt mạnh. Tiền hỗn hợp được hoạt hóa này tốt hơn là được sử dụng luôn.

Mức độ chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa trong tiền hỗn hợp tốt nằm trong khoảng từ 1 đến 5%, tốt hơn là từ 1,5 đến 2,5% của tổng trọng lượng chất xơ họ cam quýt (trên cơ sở khô) dựa trên tổng trọng lượng của tiền hỗn hợp. Nồng độ của chất xơ họ cam quýt trong tiền hỗn hợp phụ thuộc vào khả năng của các thiết bị để đối phó với độ nhớt cao hơn do nồng độ cao hơn. Tốt hơn lượng nước trong tiền hỗn hợp là lớn hơn lượng chất xơ họ cam quýt ít nhất 20 lần, tốt hơn ít nhất 25 lần, thậm chí tới 50 lần. Đó là thuận lợi mà có quá nhiều nước để hydrat hóa chất xơ họ cam quýt một cách đầy đủ.

Tiền hỗn hợp được ưu tiên có ứng suất chảy đo được tối thiểu là 70 Pa sử dụng cốc răng của Anton Paar và quả lắc hình học ở 25°C.

Lượng chất xơ họ cam quýt cuối cùng trong chế phẩm chăm sóc răng miệng theo sáng chế phù hợp là ít nhất 0,025%, và thường nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5%, tốt hơn là 0,1 đến 4%, tốt hơn nữa là 0,2 đến 3% tổng trọng lượng chất xơ họ cam quýt (trên cơ sở khô) dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Dạng của sản phẩm

Các chế phẩm của sáng chế bao gồm pha liên tục chứa nước bao gồm ít nhất 1% trọng lượng (dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm) của một hoặc nhiều rượu polyhydric.

Ví dụ về dạng sản phẩm phù hợp theo sáng chế bao gồm các loại kem đánh răng, nước súc miệng, kẹo cao su, viên ngậm, các miếng hoặc dải dính sinh học, thuốc xịt miệng và chế phẩm dạng lỏng, chẳng hạn như các thuốc màu hoặc son, được bào chế để được đưa trực tiếp lên bề mặt răng bằng cách sử dụng dụng cụ bôi như bàn chải hoặc dụng cụ bôi có đầu mút bọt biển.

Dạng sản phẩm được ưu tiên của chế phẩm theo sáng chế là chế phẩm phù hợp cho việc đánh răng và/hoặc rửa các bề mặt của khoang miệng.

Ví dụ về loại sản phẩm được ưu tiên trong bối cảnh của sáng chế này là kem đánh răng. Thuật ngữ "kem đánh răng" thường để chỉ chế phẩm được sử

dụng để làm sạch bề mặt của khoang miệng. Kem đánh răng là chế phẩm răng miệng mà chỉ định không được nuốt vì mục đích dùng chất điều trị cho toàn bộ cơ thể, nhưng được sử dụng cho khoang miệng, được sử dụng để điều trị cho khoang miệng và sau đó được nhổ ra. Thường là kem đánh răng được sử dụng kết hợp với một dụng cụ làm sạch như bàn chải đánh răng, thường là bằng cách để nó trên lông của bàn chải đánh răng và sau đó chải lên các bề mặt tiếp xúc trong khoang miệng. Nói chung, một kem đánh răng có thể có nhiều dạng vật lý khác nhau như rắn, bán rắn hoặc lỏng (hoặc kết hợp của chúng). Đối với các mục đích của sáng chế này kem đánh răng tốt hơn là ở dạng bột nhão hoặc gel (hay kết hợp của chúng).

Chế phẩm kem đánh răng theo sáng chế thường sẽ chứa, như trong pha liên tục chứa nước, hỗn hợp của nước và rượu polyhydric với lượng tương đối khác nhau, với lượng nước nói chung từ 10 đến 45% trọng lượng (dựa trên tổng trọng lượng của các kem đánh răng) và lượng rượu polyhydric thường dao động từ 30 đến 70% trọng lượng (dựa trên tổng trọng lượng của kem đánh răng).

Rượu polyhydric thường để sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng theo sáng chế bao gồm chất giữ ẩm như glyxerol, sorbitol, polyetylen glycol, polypropylen glycol, propylen glycol, xylitol (và rượu polyhydric khác ăn được), polysaccarit thủy phân được hydro hóa một phần và hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm kem đánh răng theo sáng chế nói chung sẽ còn chứa các thành phần khác để nâng cao hiệu suất và/hoặc sự chấp nhận của người tiêu dùng.

Ví dụ, kem đánh răng có thể bao gồm các nguyên liệu mài mòn khác (ngoài các chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt được mô tả ở trên). Các nguyên liệu mài mòn khác như vậy thường sẽ có mặt trong với lượng từ 3 đến 75% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của kem đánh răng. Các nguyên liệu mài mòn phù hợp khác bao gồm silic dioxit mài mòn, canxi cacbonat khác (mà khác với các chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt đã mô tả ở trên), dicanxi phosphat, tricanxi phosphat, nhôm nung, natri và kali metaphosphat, natri và kali pyrophosphat, natri trimetaphosphat, natri hexametaphosphat, hydroxyapatit dạng hạt và hỗn hợp của nó.

Hơn nữa, kem đánh răng cũng có thể chứa các chất kết dính hoặc các chất làm đặc bổ sung (ngoài các hạt chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa mô tả ở trên). Chất kết dính khác hoặc các tác nhân làm dày thường sẽ có mặt với lượng từ 0,5 đến 10% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của kem đánh răng. Các chất kết dính hoặc các tác nhân làm đặc phù hợp bao gồm các polyme carboxyvinyl (chẳng hạn như axit polyacrylic liên kết ngang với polyalyl sucroza hoặc polyalyl pentaerythritol), hydroxyetyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, muối hòa tan trong nước của các ête xenluloza (chẳng hạn như natri carboxymetyl xenluloza và natri carboxymetyl hydroxyethyl xenluloza), các loại gôm tự nhiên (như carrageenan, gôm karaya, gôm guar, gôm xanthan, gôm arabic, và gôm tragacanth), silic dioxit được nghiền mịn, hectorit, magiê nhôm silicat dạng keo và các hỗn hợp của chúng.

Hơn nữa, kem đánh răng sẽ thường chứa chất hoạt động bề mặt với một lượng từ 0,2 đến 5% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của kem đánh răng. Các chất hoạt động bề mặt phù hợp bao gồm các chất hoạt động bề mặt anion, chẳng hạn như natri, magiê, amoni hoặc muối etanolamin C8 đến C18 alkyl sulfat (ví dụ natri lauryl sulfat), C8 đến C18 sulphosuccinat alkyl (ví dụ dioctyl natri sulphosuccinat), C8 C18 sulphoaxetat alkyl (như natri lauryl sulphoaxetat), C8 đến C18 alkyl sarcosinat (như natri lauryl sarcosinat), C8 đến C18 alkyl phosphat (có thể tùy chọn bao gồm lên đến 10 đơn vị etylen oxit và/hoặc propylen oxit) và monoglyxerit được sulfat hóa. Các chất hoạt động bề mặt phù hợp khác bao gồm các chất hoạt động bề mặt không ion, chẳng hạn như các este sorbitan và axit béo được polyetoxylat hóa tùy ý, các axit béo được etoxylat hóa, các este của polyetylen glycol, các etoxylat của monoglixerit và diglixerit axit béo, và các polyme khối etylen oxit / propylen oxit. Các chất hoạt động bề mặt phù hợp khác bao gồm các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính, chẳng hạn như các betain hoặc các sulfobetain. Các hỗn hợp của bất cứ nguyên liệu nào đã mô tả ở trên cũng có thể được sử dụng.

Ví dụ khác về loại sản phẩm được ưu tiên trong bối cảnh của sáng chế này là nước súc miệng. Thuật ngữ "nước súc miệng" thường đề chỉ chế phẩm dạng

lông được sử dụng để rửa sạch bề mặt của khoang miệng và cung cấp cho người dùng cảm giác sạch miệng và tươi mát. Nước súc miệng là chế phẩm chăm sóc răng miệng mà chỉ định không được nuốt vì mục đích dùng cho bộ cơ thể của tác nhân trị liệu, nhưng được dùng cho khoang miệng, được sử dụng để điều trị cho khoang miệng và sau đó được nhổ ra.

Chế phẩm nước súc miệng theo sáng chế này thường sẽ chứa, như pha liên tục chứa nước, là hỗn hợp của nước và rượu polyhydric với lượng tương đối khác nhau, với lượng nước thường dao động từ 70 đến 95% trọng lượng (dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm nước súc miệng), và lượng rượu polyhydric thường dao động từ 5 đến 20% trọng lượng (dựa trên tổng trọng lượng của nước súc miệng).

Rượu polyhydric thường để sử dụng trong chế phẩm nước súc miệng theo sáng chế bao gồm chất giữ ẩm như glyxerol, sorbitol, polyetylen glycol, polypropylen glycol, propylen glycol, xylitol (và rượu polyhydric khác ăn được), polysaccarit thủy phân được hydro hóa một phần và hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm nước súc miệng theo sáng chế cũng sẽ thường chứa các thành phần khác để nâng cao hiệu quả và/hoặc mức độ chấp nhận của người tiêu dùng, chẳng hạn như các chất hoạt động bề mặt nêu trên đối với kem đánh răng. Lượng chất hoạt động bề mặt thường nằm trong khoảng 0,1 đến 5% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm nước súc miệng.

Chế phẩm theo sáng chế (như trong kem đánh răng hoặc nước súc miệng cụ thể) cũng có thể chứa các thành phần khác tùy chọn thông dụng trong lĩnh vực kỹ thuật này như nguồn florua, tác nhân chống mảng bám cứng, chất đệm, tác nhân tạo hương vị, tác nhân làm ngọt, chất tạo màu, chất cản quang, chất bảo quản, tác nhân chống nhạy cảm và tác nhân kháng khuẩn.

Để làm sạch bề mặt của khoang miệng, các chế phẩm theo sáng chế được thoa vào các bề mặt khoang miệng phải được làm sạch.

Tốt hơn là chế phẩm theo sáng chế được thoa vào các bề mặt khoang miệng được làm sạch và sau đó chải bằng cách đánh răng và/hoặc rửa.

Sáng chế được minh họa thêm với sự tham chiếu tới những ví dụ không giới hạn phạm vi bảo hộ sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Hỗn hợp chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa từ trước đã được chuẩn bị, các thành phần như trong Bảng 1 dưới đây.

Bảng 1

Nguyên liệu	% được đưa vào	Trọng lượng (g)
Nước khử khoáng	97,92	1958,4
Proxel GXL	0,08	1,6
Chất xơ họ cam quýt Herbacel AQ Plus (1)	2,00	40,0

⁽¹⁾ Bột chất xơ họ cam quýt khô (của Herbafood Ingredients GmbH, Đức)

Nước khử khoáng đã được khuấy bằng cách sử dụng máy khuấy với sự truyền động ở đầu mút vận hành ở 160 rpm. Chất bảo quản Proxel GXL được bổ sung. Sau đó chất xơ họ cam quýt Herbacel AQ Plus đã được bổ sung dần dần để đảm bảo không vón cục. Tiếp tục khuấy thêm 15 phút để các sợi trương nở đủ trước giai đoạn hoạt hóa. Giai đoạn hoạt hóa được thực hiện bởi việc đồng nhất áp lực cao (HPH) tại 500 barg.

Ba chế phẩm kem đánh răng đã được chuẩn bị bằng cách sử dụng tiền hỗn hợp chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa mô tả ở trên. Tiền hỗn hợp được làm đủ tươi mới đã được thêm vào máy trộn để tạo nên mức độ cần thiết của chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa trong chế phẩm hoàn chỉnh và nó đã được nghiền trong 10 phút. Các thành phần còn lại của chế phẩm kem đánh răng đã được thêm vào sau đó. Sự phân tán đồng nhất đã được thực hiện bằng cách sử dụng Silverson theo trục (L5T), hoạt động ở 9000 rpm với thời gian lưu 2 phút.

Các thành phần của chế phẩm kem đánh răng thu được được trình bày ở bảng 2 và 3 dưới đây. Mức độ chất xơ họ cam quýt của chế phẩm được dựa trên trên cơ sở khô. Ví dụ số đại diện cho các chế phẩm theo sáng chế. Ví dụ chữ là các ví dụ so sánh (không theo sáng chế).

Bảng 2

Thành phần	Ví dụ A	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ B	Ví dụ C
Nước	đến 100	đến 100	đến 100	đến 100	đến 100	đến 100
Sorbitol	40	40	40	40	21	21
Natri lauryl sulfat	1,5	1,5	1,5	1,5	1,6	1,6
Chất xơ họ cam quýt Herbacel AQ Plus ⁽¹⁾	2,5	2,5	1,5	1,5	-	-
OMYACARB®5- AV ⁽²⁾	-	20	40		40	
Socal® S2E ⁽³⁾				40		40
Silic dioxit cô đặc					2,4	2,4
Hương liệu					1,5	1,5
Đệm phosphat					1,1	1,1
Natri carboxymetyl xenluloza					0,7	0,7

(2) Canxi cacbonat từ đất của OMYA™ AG, đó là đá cẩm thạch tự nhiên mịn từ đất của Avenza, Ý, có hình dạng hạt mặt thoi và kích thước hạt trung bình (ESD trung bình) khoảng 5 micron.

(3) Canxi cacbonat kết tủa của Solvay Inc., bao gồm tinh thể canxit dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân. Các tinh thể có kích thước hạt trung bình (ESD trung bình) khoảng 2,7 micron.

Bảng 3

Thành phần	Ví dụ D	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ E	Ví dụ F
Nước	đến 100	đến 100	đến 100	đến 100	đến 100	đến 100
Sorbitol	21	40	40	40	40	21
Natri lauryl sulfat	1,6	1,5	1,5	1,5	1,5	1,6
Chất xơ họ cam quýt Herbacel AQ Plus ⁽¹⁾	-	1,5	2,5	1,5	1,5	-
OMYACARB® 5 AV (3)	20	20				
Socal® S2E ⁽³⁾			20	20		
ViCALity® ALBAFIL® PCC ⁽⁴⁾					40	40
Silic dioxit cô đặc	2,4					2,4
Hương liệu	1,5					1,5

Đệm phosphat	1,1					1,1
Natri carboxymetyl xenluloza	0,7					0,7

(4) Canxi cacbonat kết tủa của Speciality Minerals Inc., gồm các tinh thể canxit dạng lăng trụ. Các tinh thể có kích thước hạt trung bình (ESD trung bình) khoảng 0,7 micron.

PCR được đo cho mỗi chế phẩm trên. PCR được đo bằng cách sử dụng phương pháp dựa trên mô tả của Pickles et al. (International Dental Journal 55 (2005), pp. 197–202). Mô hình này sử dụng những tấm men cắt từ răng cửa trung tâm của bò nhúng trong nhựa metacrylat. Các bề mặt men được làm nhẵn bằng tay sử dụng hỗn hợp bột nhào alumin trên khối thủy tinh và axit nhẹ khắc ăn mòn để tạo điều kiện tích tụ vết bẩn và dính. Các khối men được đặt trong dụng cụ máy ủ ở một nhiệt độ ổn định là 50°C và xoay nhẹ để luân phiên giữa ngâm trong dung dịch nhuộm (gồm trà, cà phê và mucin) và làm khô không khí. Dung dịch nhuộm được thay đổi hàng ngày và sau năm ngày các tấm men này được lấy ra và rửa sạch bằng nước cất để loại bỏ bất kỳ mảnh vỡ rời ra. Sau đó, các tấm đã được nhuộm này được chải bằng máy chải cơ học với nước cất để loại bỏ bất kỳ vết bẩn nào dính vào một cách lỏng lẻo. Sau đó chúng được sấy khô và các trị số L^* (L^* được nhuộm) từ hệ thống màu CIE $L^*a^*b^*$ được đo bằng máy đo màu sắc trong mẫu $L^*a^*b^*$. Đối với đánh giá hiệu quả làm sạch, sau đó các mẫu được nhuộm này được gắn vào máy quét cơ học và tải trọng yêu cầu áp dụng cho từng bàn chải. Chế phẩm thử nghiệm được phân tán trong một chất pha loãng có nước để tạo thành huyền phù (38,5g chế phẩm thử nghiệm thông thường và 61,5g nước cất) và các mẫu đã nhuộm được chải với số lần chải được thiết lập với 10ml huyền phù đặc. Sau khi chải, các tấm men này được rửa bằng nước cất, sấy khô và các trị số L^* (L^* được chải) được đo lại. Trong pha cuối cùng, tất cả dấu vết của màu được loại bỏ khỏi các tấm men bằng cách sử dụng bột đá bọt, bằng miếng vải mềm sử dụng máy mài/ đánh bóng. Sau đó, các

tấm men này được rửa sạch bằng nước cất, sấy khô và các trị số L^* (L^* được đánh bóng bằng đá bọt) được đo và ghi lại. Tỷ lệ phần trăm của các vết bẩn bị loại bỏ bởi chế phẩm thử nghiệm so với loại bỏ hoàn toàn bằng đá bọt (sau đây gọi là tỷ lệ làm sạch màng mỏng hoặc PCR) có thể được tính bằng công thức sau:

$$PCR = [(L^* \text{ được chải}) - (L^* \text{ được nhuộm}) / (L^* \text{ được đánh bóng}) - (L^* \text{ được nhuộm})] \times 100$$

Kết quả PCR sau khi chải 800 lần được thể hiện trong Bảng 4 dưới đây.

Bảng 4

Chế phẩm thử nghiệm	Trung bình 800 (s.d.)
Ví dụ A	8,22 (3,85)
Ví dụ 1	59,15 (5,31)
Ví dụ 2	64,99 (9,56)
Ví dụ 3	47,26 (6,53)
Ví dụ B	49,64 (4,57)
Ví dụ C	43,89 (8,26)
Ví dụ D	51,43 (9,11)
Ví dụ 4	64,61 (5,97)
Ví dụ 5	44,48 (4,13)
Ví dụ 6	70,24 (8,50)
Ví dụ E	35,47 (7,36)
Ví dụ F	36,27 (4,25)

Từ kết quả này cho thấy chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa (ví dụ A) bản thân nó có ít hoặc không có khả năng làm sạch. Tuy nhiên, khi nó được kết hợp với các hạt canxi cacbonat với kích thước hạt được yêu cầu bảo hộ (ví dụ 1 đến 3 và 4 đến 6), hiệu quả làm sạch được nâng cao đáng ngạc nhiên, so với các ví dụ đối chứng, sự kết hợp trong ví dụ 1, 2, 4 và 6 là đặc biệt hiệu quả. Tuy

nhiên, có thể thấy rằng các hạt canxi cacbonat kích thước nhỏ được sử dụng trong ví dụ E cho thấy không làm tăng khả năng làm sạch với chất xơ họ cam quýt khi so sánh với ví dụ so sánh F.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm chăm sóc răng miệng phù hợp để làm sạch bề mặt của khoang miệng, chế phẩm này chứa:

pha liên tục chứa nước chứa một hoặc nhiều rượu polyhydric với lượng ít nhất là 1% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm;

chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt với lượng từ 1 đến 70% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm, trong đó chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt có kích thước hạt trung bình (ESD trung bình) nằm trong khoảng từ 1 đến 15 micron và được phân tán trong pha liên tục chứa nước, đặc trưng ở pha liên tục chứa nước được kết cấu bằng chất nền chứa hạt chất xơ họ cam quýt được hoạt hóa.

2. Chế phẩm chăm sóc răng miệng theo điểm 1, trong đó chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt có kích thước hạt trung bình (ESD trung bình) nằm trong khoảng từ 2,5 đến 9 micron.

3. Chế phẩm chăm sóc răng miệng theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt được chọn từ đá vôi đất, đá phấn hoặc đá cẩm thạch.

4. Chế phẩm chăm sóc răng miệng theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chất mài mòn canxi cacbonat dạng hạt được lựa chọn từ canxi cacbonat kết tinh trong đó mỗi tinh thể đều ở dạng tinh thể bán đối xứng có 8 hoặc 12 mặt hình tam giác không cân.

5. Chế phẩm chăm sóc răng miệng theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này ở dạng kem đánh răng và chứa nước với lượng từ 10 đến 45% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của kem đánh răng và rượu

polyhydric với lượng từ 30 đến 70% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của kem đánh răng.

6. Chế phẩm chăm sóc răng miệng theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó lượng chất xơ quýt nằm trong khoảng từ 0,2 đến 3% tổng trọng lượng xơ cam quýt khô dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

7. Kem đánh răng chứa chế phẩm chăm sóc răng miệng theo điểm 4, trong đó còn chứa chất hoạt động bề mặt với lượng từ 0,2 đến 5% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của kem đánh răng.