(19) **日本国特許庁(JP)** 

# (12) 公 開 特 許 公 報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2012-92065 (P2012-92065A)

(43) 公開日 平成24年5月17日(2012.5.17)

4C083

(51) Int.Cl.

 $\mathbf{F} \mathbf{I}$ 

テーマコード (参考)

A61K 8/73 A61Q 11/00 (2006.01) (2006.01) A61K 8/73 A61Q 11/00

審査請求 未請求 請求項の数 5 OL (全9頁)

(21) 出願番号 (22) 出願日 特願2010-241727 (P2010-241727) 平成22年10月28日 (2010.10.28) (71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1

0号

(74)代理人 110000084

特許業務法人アルガ特許事務所

(74)代理人 100068700

弁理士 有賀 三幸

(74)代理人 100077562

弁理士 高野 登志雄

(74) 代理人 100096736

弁理士 中嶋 俊夫

(74)代理人 100117156

弁理士 村田 正樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】歯磨剤

## (57)【要約】

【課題】歯肉や歯根等に過剰な刺激を与えることなく、歯の狭小な領域に付着した歯垢や 汚れを有効に除去することのできる歯磨剤を提供する。

【解決手段】成分(A)エーテル化度が 0 . 1 ~ 0 . 5 のカルボキシメチルセルロース又はその塩 0 . 1 ~ 2 5 質量%を含有し、かつ

成分(B)研磨剤1質量%未満含有する、又は成分(B)研磨剤を含有しない歯磨剤。 【選択図】なし

#### 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

成分(A)エーテル化度が0.1~0.5のカルボキシメチルセルロース又はその塩0 . 1 ~ 2 5 質量%を含有し、かつ

成分(B)研磨剤1質量%未満含有する、又は成分(B)研磨剤を含有しない歯磨剤。

#### 【請求項2】

更に水を含有する請求項1に記載の歯磨剤。

## 【請求項3】

歯磨剤全量 1 0 0 質量 % 中における水の含有量と成分 ( A ) の含有量との質量比 ( 水分 量 / A ) が、 1 . 5 ~ 1 5 0 である請求項 1 又は 2 に記載の歯磨剤。

【請求項4】

における粘度が、 2 0 0 0 ~ 4 0 0 0 d P a ・ s である請求項 1 ~ 3 の何れか 1 項に記載の歯磨剤。

## 【請求項5】

前記成分( A )が、平均粒径 5 ~ 1 5 0 μmの粒子からなる請求項 1 ~ 4 の何れか 1 項 に記載の歯磨剤。

【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

# [00001]

本発明は、歯磨剤に関する。

【背景技術】

#### [00002]

飲食や喫煙等を繰り返すことにより、歯には歯垢や歯石、色性沈着物等の種々の沈着物 が付着する。付着した歯垢を放置すると、虫歯や歯周病、口臭等の原因となり、付着した 色性沈着物等を放置すると着色による歯の汚れとして認識され、美観が損なわれることと なる。

## [00003]

従来より、こうした歯垢や汚れ等を除去する際、歯ブラシによる清掃作用を補強するた め、主要成分の1つとして研磨剤が配合された歯磨剤が用いられている。かかる研磨剤と して、炭酸カルシウム、第二リン酸カルシウム、無水ケイ酸、水酸化アルミニウム、ピロ リン酸カルシウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、炭酸マグネシウム等が広く用いられて おり、その研磨力により、歯に付着した歯垢や汚れ等を除去する効果がもたらされる(非 特許文献 1 参照)。

一方、研磨剤として水不溶性のセルロースパウダーを配合したものは、市販の歯磨剤と 比較して強い研磨力を有しないもので、ある一定の清掃効果を持つものではあるが、歯の 狭 小 な 領 域 に 付 着 し た 歯 垢 や 汚 れ を 有 効 に 除 去 す る 点 に つ い て は 依 然 検 討 の 余 地 が あ っ た (特許文献1参照)。

【先行技術文献】

## 【特許文献】

[0004]

【特許文献 1 】特開昭 5 5 - 9 8 1 1 1 号公報

【非特許文献】

[0005]

【 非 特 許 文 献 1 】 光 井 武 夫 編 、 「 新 化 粧 品 学 」 、 第 1 版 、 株 式 会 社 南 山 堂 、1993年1月12 日、p.503 - 504

## 【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

## [0006]

このように、研磨剤が配合された歯磨剤は、歯ブラシの接触が容易な比較的平滑な歯の 表面に付着した歯垢や、着色等の汚れを落とすのには有効であるものの、非常に狭小な領

10

20

30

40

域、例えば、歯と歯の隙間に存在する歯垢や汚れまで充分に落とすのは必ずしも容易ではない。また、研磨剤によって発揮される研磨力により、必要以上に歯肉や歯根等に刺激を与える可能性もあり、特に歯周病や知覚過敏症に罹患している場合には、症状が悪化するおそれがある。

## [0007]

従って、本発明の課題は、歯肉や歯根等に過剰な刺激を与えることなく、歯の狭小な領域に付着した歯垢や汚れを有効に除去することのできる歯磨剤を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

## [0008]

本発明者は上記課題を解決すべく種々検討した結果、特定のカルボキシメチルセルロース又はその塩を用いることで、歯肉や歯根等に研磨剤による刺激を与えることなく、歯と歯の隙間に付着した歯垢や汚れの除去能を強化させることが可能となることを見出し、本発明を完成させるに至った。

## [0009]

すなわち、本発明は、成分(A)エーテル化度が0.1~0.5のカルボキシメチルセ ルロース又はその塩0.1~25質量%を含有し、かつ

成分(B)研磨剤1質量%未満含有する、又は成分(B)研磨剤を含有しない歯磨剤を 提供するものである。

#### 【発明の効果】

## [0010]

本発明によれば、歯と歯の隙間のように非常に狭小な領域においても、その端部に至るまで有効に侵入しながら歯に付着した歯垢や汚れを有効に除去することができる。また、研磨剤を極めて微量で含有する、或いは全く含有しないため、歯肉や歯根等に与える刺激を有効に緩和することができる。

#### [0011]

したがって、歯ブラシで必要以上の負荷をかけることなく効果的な清掃を行うことが可能であり、特に歯周病や知覚過敏症に罹患している場合に用いる歯磨剤として、極めて有用である。

## 【発明を実施するための形態】

# [0012]

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明の歯磨剤は、(A)エーテル化度が0.1~0.5のカルボキシメチルセルロース又はその塩を含む。一般的に、歯磨剤には粘結剤としてカルボキシメチルセルロース又はその塩が配合されるが、粘結剤として配合されるカルボキシメチルセルロース又はその塩のエーテル化度は1.0~1.5であり、まれに用いられる低粘度のカルボキシメチルセルロース又はその塩でもそのエーテル化度は0.6~0.8である。なお、例えば、エーテル化度が0.2~0.3のカルボキシメチルセルロースナトリウムの1%水溶液の25 における粘度は、BM型粘度計 ロータNO.1 回転数60で測定した場合に30~100mPa・sであるため、粘結剤としての機能が極めて低く、歯磨剤に粘結剤として使用されない。

# [0013]

本発明で用いるエーテル化度が 0 . 1 ~ 0 . 5 のカルボキシメチルセルロース又はその塩は、良好な吸水性を有しており、水の存在下で膨潤し適度な粘弾性を発現することができるので、歯ブラシで必要以上の負荷をかけることなく歯と歯の隙間の端部に至るまで有効に侵入しつつ、通常歯ブラシだけでは落ちにくい歯垢や汚れを除去することが可能となる。

#### [0014]

カルボキシメチルセルロース又はその塩のより好ましいエーテル化度は 0 . 2 ~ 0 . 4 である。ここでエーテル化度とは、グルコース単位あたりのカルボキシメチル基の置換度をいう。エーテル化度は、例えば C M C 工業会分析法(灰化法)に従い得ることができる

10

20

30

40

。カルボキシメチルセルロースナトリウム1gを精秤し、磁性ルツボに入れて600 で灰化し、灰化によって生成した酸化ナトリウムをN/10硫酸でフェノールフタレインを指示薬として滴定し、カルボキシメチルセルロースナトリウム1gあたりの滴定量YmLを次式に入れて計算し、求めたエーテル化度を示すことができる。

エーテル化度 = (162×Y)/(10,000-80×Y)

## [0015]

カルボキシメチルセルロースの塩としては、ナトリウム、カリウムなどのアルカリ金属塩、アンモニウム塩などが挙げられ、安価な点、並びに入手容易性及び歯と歯の隙間除去性に優れている点から、カルボキシメチルセルロースナトリウムが好ましい。

## [0016]

本発明の歯磨剤は、歯磨剤全量100質量%中、上記特定のエーテル化度のカルボキシメチルセルロース又はその塩を0.1~30質量%含み、好ましくは1~25質量%含み、より好ましくは10~20質量%含む。上記特定のエーテル化度のカルボキシメチルセルロース又はその塩を上記範囲内の量で含むことにより、良好な吸水性を保持しつつ、後述する(B)研磨剤の含有量が1質量%未満、又は(B)研磨剤を含有しないにもかかわらず、歯と歯の隙間のように狭小な領域において優れた歯垢又は汚れ除去能を発揮することができる。

## [0017]

上記成分(A)カルボキシメチルセルロース又はその塩は、良好な吸水性を保持しながら狭小な歯の領域の端部まで容易に侵入する点から、平均粒径が好ましくは  $5~~1~5~0~\mu$  mであり、より好ましくは  $2~0~~1~2~0~\mu$  mであり、さらに好ましくは  $6~0~~1~0~0~\mu$  m の粒子からなるのが望ましい。

#### [0018]

本発明の歯磨剤は、歯磨剤全量100質量%中に、(B)研磨剤の含有量が1質量%未満であり、0.1質量%未満であることが好ましく、更に実質的に含まないのが好ましく、全く含まないのがより好ましい。かかる研磨剤としては、第二リン酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、シリカ(研磨性シリカ)、水酸化アルミニウム、リン酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、ゼオライト、複合アルミノケイ酸塩、炭酸マグネシウム、セルロース等が挙げられる。これら研磨剤とは、RDA値(Radioactive Dentine Abrasion values)50~200の研磨力を有するものである。

## [0019]

通常、歯の表面の汚れを除去するために研磨剤を配合した歯磨剤が用いられるが、歯ブラシである程度の負荷をかけないと、歯と歯の隙間や歯と歯肉との境目等における歯垢までは除去しにくい傾向にある。特に歯ブラシで過剰な力をかけながら清掃すると歯肉や歯根等を傷付ける可能性もあり、歯周病や知覚過敏症に罹患している場合には、症状を悪化させるおそれもある。しかしながら、本発明では、上記のように特定の成分(A)カルボキシメチルセルロース又はその塩を特定量で含むので、成分(B)研磨剤の含有量が1質量%未満であるにもかかわらず、歯と歯の隙間のように狭小な領域に付着した歯垢や汚れを極めて効果的に除去することができ、歯肉や歯根に研磨剤による刺激を与える程度が非常に低いため好ましい。

#### [0020]

本発明の歯磨剤には、更に粘結剤を含有してもよい。粘結剤として、例えば、アルギン酸ナトリウム、エーテル化度 0 .6 ~ 1 .5 のカルボキシメチルセルロース又はその塩、増粘性シリカ、カラギーナン、キサンタンガム、ポリアクリル酸ナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ペクチン、トラガントガム、アラビアガム、グアーガム、カラヤガム、ローカストビーンガム、ジェランガム、タマリンドガム、サイリウムシードガム、ポリビニルアルコール、コンドロイチン硫酸ナトリウム、メトキシエチレン無水マレイン酸共重合体が挙げられ、これらの群から選ばれる 1 種以上を含有することが好ましい。さらに、成分(A)カルボキシメチルセルロース又はその塩に

10

20

30

40

よる歯垢又は汚れ除去能の点から、エーテル化度 0 . 6 ~ 1 . 5 のカルボキシメチルセルロース又はその塩、増粘性シリカ、カラギーナン及びヒドロキシエチルセルロースからなる群から選ばれる少なくとも 1 種を含有するのが好ましい。

### [0021]

上記粘結剤の含有量は、上記効果を有効に発揮させる点から、歯磨剤全量100質量%中、通常0.05~15質量%、好ましくは0.1~10質量%である。

### [0022]

本発明の歯磨剤には、更に通常の歯磨剤に利用される他の成分を配合することができる。かかる成分として、例えば、湿潤剤、甘味剤、防腐剤、pH調整剤、界面活性剤、香料等が挙げられる。また薬用成分としてアラントイン、トラネキサム酸、ビタミンE、ビタミンC、塩化ナトリウム、フッ化ナトリウム、モノフルオロリン酸ナトリウム、ベンゼトニウム塩化物、グリチルレチン酸、グリチルリチン酸ジカリウム、クロルヘキシジン、塩化セチルピリジニウム、トリクロロヒドロキシフェニルエーテル(トリクロサン)等を用いてもよい。

## [0023]

湿潤剤としては、グリセリン、ソルビトール、エチレングリコール、分子量100~1000のポリエチレングリコール、プロピレングリコール、キシリトール、マルチット、ラクチット、トレハロース等が好適に用いられる。湿潤剤の含有量は、上記効果を有効に発揮させる点から、歯磨剤全量100質量%中に、好ましくは8~40質量%、特に好ましくは10~30質量%程度である。

#### [0024]

甘味剤としては、サッカリンナトリウム、アスパルテーム、ソーマチン、アセスルファムカリウム、ステビオサイド、ステビアエキス、パラメトキシシンナミックアルデヒド、ネオへスペリジルジヒドロカルコン、ペリラルチン等が挙げられる。

#### [0025]

また、界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤や非イオン性界面活性剤を配合することができる。アニオン性界面活性剤としては、例えばアシルグルタミン酸ナトリウム、アシルサルコシンナトリウム等のアシルアミノ酸塩、アルキルリン酸ナトリウム等のアルキルリン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、高級脂肪酸スルホン化モノグリセリド塩、イセチオン酸の脂肪酸エステル塩、N・メチル長鎖アシルタウリンナトリウム塩、ポリオキシエチレンモノアルキルリン酸塩等が挙げられる。これらのアニオン性界面活性剤における疎水基のアルキル基、アシル基は炭素数6~18、特に10~14のものが好ましい。また、その塩としてはナトリウム塩が好ましい。アニオン性界面活性剤としては、発泡性が良く、また、安価に入手可能な点からアルキル硫酸エステル塩が特に好ましい。

# [0026]

上記界面活性剤の含有量は、上記効果を有効に発揮させる点及び発泡性や泡質の点から、本発明の歯磨剤全量100質量%中に、好ましくは0.1~5質量%、より好ましくは 0.2~2質量%である。

## [0027]

香料としては、1・メントール、カルボン、アネトール、オイゲノール、リモネン、ペパーミント油、スペアミント油、オシメン、n・アミルアルコール、シトロネロール、・テルピネオール、サリチル酸メチル、メチルアセテート、シトロネオールアセテート、シネオール、リナロール、エチルリナロール、ワニリン、チモール、レモン油、オレンジ油、セージ油、ローズマリー油、桂皮油、ピメント油、シソ油、丁子油、ユーカリ油等が挙げられる。

# [0028]

水の含有量は、剤形などに応じて適宜設定することができるが、成分(A)を充分に膨潤させ、適度な粘弾性を呈させて上記効果を有効に発揮させる点から、歯磨剤全量100質量%中に、通常10~65質量%程度、好ましくは20~55質量%程度である。ただし、上記成分(A)カルボキシメチルセルロース又はその塩を充分に膨潤させ、適度な粘

10

20

30

40

弾性を良好に発現させる観点から、歯磨剤全量100質量%中における水の含有量と成分(A)の含有量との質量比(水分量/(A))は、好ましくは1.5~150であり、更に好ましくは2~100であり、特に好ましくは2.5~10である。

### [0029]

本発明の歯磨剤は、上記成分を常法に従って調製することによって得ることができる。得られる歯磨剤の25 における粘度(ヘリパス型粘度計、ロータC、2.5rpm、1分間)は、上記効果を有効に発揮させる点及び剤の安定性や使用時の分散性の点から、好ましくは1000~5000dPa・s、より好ましくは1500~4000dPa・s、さらに好ましくは2000~4000dPa・sである。歯磨剤の粘度が上記範囲内であると、歯ブラシで過大な力を負荷することなく、歯と歯の隙間のように狭小な領域へ充分に膨潤した成分(A)が有効に侵入しながら該領域に付着した歯垢や汚れを効果的に除去することができる。

10

#### 【実施例】

## [0030]

以下、本発明について、実施例に基づき具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

## [0031]

[実施例1~8、比較例1~7]

表 1 ~ 2 に示す処方に基づき、常法に従って歯磨剤を調製した。得られた歯磨剤について、以下に示す方法に従って各評価を行った。

20

## [0032]

[歯垢又は汚れ除去の評価]

歯垢又は汚れ除去の評価モデル及び歯垢又は汚れ除去率(%)の算出方法を下記に示す。

- (1) 4 mmのガラス管を 5 本並べて接着剤(長時間固化タイプ)で固定し、歯間モデルを作成した。
- (2)ガラス管の溝にモデル歯垢又は汚れとして赤い口紅(オーブ ルージュドレシャスRD305(花王))を塗り込む。
- (3)余分な塗布口紅を食器用洗浄剤(研磨剤を含まない)でブラッシング洗浄(歯ブ ラシ「毛先が球」レギュラーサイズ、ふつう(花王))を赤色が出なくなるまで行う。
  - (4)各歯磨剤2gを口紅の上に塗布する。
  - (5)口紅が落ちなくなるまでブラッシング(歯ブラシは(3)と同じ)する。
  - (6)洗水で歯磨剤と口紅を落とす。
- (7)エタノール100mLに歯間モデルを漬け、10分間超音波洗浄(モデル歯間部の奥より残存口紅溶出)する。
- (8)(7)で得られたエタノール溶液について、540nmにて吸光度(Abs)を 測定する。

なお、コントロール(初期値)は上記(3)の処理後、(7)(8)の処理を行ったものを用いた。評価モデルの歯垢又は汚れ除去率(%)は、コントロールの吸光度(A0)に対する各歯磨剤での評価後の吸光度(A)の減少率((A0-A)/A0)×100)から算出した。

40

30

#### [0033]

# [粘度測定]

各歯磨剤を粘度測定用の容器に詰め、25 の恒温器で24時間保存した後、ヘリパス型粘度計を用いて、ロータC、2.5rpm、1分間の条件で粘度(dPa・s)を測定した。

## [0034]

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8
ソルビトール水溶液(70%)	30	30	30	20	30	30	30	20
サッカリンナトリウム	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.7	0.7	2.0	2.0	0.7	0.7	0.7	0.7
ポリエチレングリコール(分子量600)	2	5	9	2	2	2	5	5
カルボキシメチルセルロースナトリウム*1	2	2	7	7	2	2	2	2
増粘性シリカ※2	8	8	4	1	8	8	4	l
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
カルボキシメチルセルロースナトリウム(X)*3	0.5	-	10	70		-		-
カルボキシメチルセルロースナトリウム(Y)**4	I		1	_	9.0	-	10	20
香料	-	<b></b>	1	l .	l	1	1	ļ
精製水	51.15	50.65	45.65	48.65	51.15	50.65	45.65	48.65
合計(水分量)	100(60.15)	100(59.65)	100(54.65)	100(59.65) 100(54.65) 100(54.65) 100(60.15)	100(60.15)	100(59.65)	100(59.65) 100(54.65) 100(54.65)	100(54.65)
上								
歯垢又は汚れ除去率(%)	12.2	16.3	43.5	56.7	17.6	25.2	9'09	70.6
粘度(dPa·s)	3300	3450	3200	4500	0008	3300	4000	4750
水分量/(角量比)	120.3	59.65	5.47	2.73	120.3	59.65	5.47	2.73
表中の数値の単位は、評価を除き質量%である	58.							
※1:エーテル化度=1.2								
※2:サイロピュア25(富士シリシア)								
※3:サンローズSLDーF1、エーテル化度=0.	က်	<u>1径50μ</u> μ	、日本製紙	平均粒径50μm、日本製紙ケミカル(株)製	<b>k</b> )製			
※4:サンローズSLDーF1、エーテル化度=0.	က်	平均粒径100 µ m、		日本製紙ケミカル(株)製	(株) 製			

10

20

30

# 【表2】

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
ソルビト―ル水溶液(70%)	30	30	30	30	30	30	20
サッカリンナトリウム	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
ポリエチレングリコール(分子量600)	5	5	5	5	5	5	5
カルボキシメチルセルロースナトリウム <sup>※1</sup>	2	2	2	2	2	2	2
増粘性シリカ <sup>※2</sup>	8	8	4	8	8	4	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
粉末セルロース(不溶解性) <sup>※5</sup>	0.5	1	10	1	_		-
カルボキシメチルセルロース(Z) <sup>※6</sup>	_	-	+	0.5	1	10	20
香料	1	1	1	1	1	1	1
精製水	51.15	50.65	45.65	51.15	50.65	45.65	48.65
合計(水分量)	100(60.15)	100(59.65)	100(54.65)	100(60.15)	100(59.65)	100(54.65)	100(54.65)
評価							
歯垢又は汚れ除去率(%)	1.0	1.4	4.0	0.5	0.1	0.8	-0.5
粘度(dPa•s)	2800	2780	3500	3500	3000	4500	4650

表中の数値の単位は、評価を除き質量%である。

※1~2:表1に同じ

%5: KCフロック、エーテル化度=0、平均粒径50 $\mu$ m、日本製紙ケミカル(株)製

※6: サンローズF10LC、エーテル化度=0.8、平均粒径40μm、 日本製紙ケミカル(株)製

## [0036]

表 1 ~ 2 の結果より、実施例 1 ~ 8 は、エーテル化度が上記範囲外のカルボキシメチルセルロース( Z )を用いた比較例 1 ~ 7 よりも歯垢又は汚れ除去率が非常に高いことがわかる。

10

# フロントページの続き

(74)代理人 100111028

弁理士 山本 博人

(72)発明者 吉田 秀徳

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社研究所内

Fターム(参考) 4C083 AB051 AB052 AB172 AC132 AC782 AC862 AC902 AD042 AD271 AD272

BB41 CC41 DD41 EE32 EE33 EE36 EE37