

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2009年3月19日 (19.03.2009)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2009/034919 A1

(51) 国際特許分類:

A61K 8/20 (2006.01)

A61Q 11/00 (2006.01)

A61K 8/26 (2006.01)

(74) 代理人: 小島 隆司 (KOJIMA, Takashi); 〒1040061 東京都中央区銀座二丁目16番12号 銀座大塚ビル2階 Tokyo (JP).

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2008/066037

(22) 国際出願日:

2008年9月5日 (05.09.2008)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ:

特願2007-236244 2007年9月12日 (12.09.2007) JP

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): ライオン株式会社 (LION CORPORATION) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所一丁目3番7号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 荒井 将人 (ARAI, Masato) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP). 飯泉 刷太郎 (IIZUMI, Goutarou) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP). 宇野 大介 (UNO, Daisuke) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 國際調査報告書

(54) Title: ORAL COMPOSITION AND METHOD OF IMPROVING ASTRINGENCY OF ORAL COMPOSITION

(54) 発明の名称: 口腔用組成物及び口腔用組成物の収斂性向上方法

(57) Abstract: One or more aluminum compounds (a) selected among potassium aluminum sulfate, anhydrous potassium aluminum sulfate, and ammonium aluminum sulfate and sodium chloride (b) are incorporated into an oral composition, the amount of the ingredient (a) being 0.2-3 mass%. By the method of improving the astringency of an oral composition, an oral composition can be obtained which has a high astringent effect in the oral cavity at the time of use and retains therein the high astringent effect even after use. This oral composition does not have a metallic taste attributable to a polyvalent metal, and has excellent suitability for use and satisfactory safety.

(57) 要約: 口腔用組成物に、(a) 硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれる1種又は2種以上のアルミニウム化合物と、(b) 塩化ナトリウムとを配合し、(a) 成分の配合量を0.2~3質量%とする。本発明の口腔用組成物、及び口腔用組成物の収斂性向上方法によれば、口腔内で使用時に高い収斂効果を発揮し、使用後も高い収斂効果が持続すると共に、多価金属由来の金属味が感じられることなく、使用性にも優れ、しかも、安全面も良好な口腔用組成物を得ることができる。

WO 2009/034919 A1

明細書

口腔用組成物及び口腔用組成物の収斂性向上方法

技術分野

[0001] 本発明は、口腔内で使用時に高い収斂効果を発揮し、使用後の持続的収斂効果にも優れ、かつ多価金属由来の金属味が感じられることなく、使用性が良好であり、歯頸部の引き締め効果に優れ、歯周疾患の予防又は改善に有効な口腔用組成物、及び口腔用組成物の収斂性向上方法に関する。

背景技術

[0002] 近年増加している歯周病罹患者の症状として、ポルフィロモナス ジンジバリス(*P. gingivalis*)等の偏性嫌気性グラム陰性桿菌を主とした細菌感染による歯頸部の疼きや赤脹が挙げられる。従って、このような歯周疾患の予防、改善に有効な手段として、口腔内、特に歯頸部の引き締めが有用であると言われている。

[0003] 歯頸部を引き締める手段としては、酸化亜鉛や乳酸アルミニウム等の多価金属化合物や、ポリフェノールやタンニン等の天然収斂剤を口腔ケア製品に配合することが有効な手段となっている。口腔ケア製品に配合されるこれらの成分の中でも、特に多価金属化合物が高い収斂性を有することから口腔用組成物に配合され、上市されている。

[0004] しかしながら、多価金属化合物を配合した口腔用組成物は、多価金属由来の金属味などが生じることから口腔内での使用に耐え難く、かつその収斂性が一時性で、持続性に劣ることが課題であった。

[0005] このような課題を解決するため、例えば特許文献1(特開昭61-186307号公報)では、乳酸アルミニウムを含有する口腔用組成物にカルボキシメチルセルロースナトリウム又はアルギン酸ナトリウムを配合することで収斂性を増強する提案がなされているが、この場合は、使用中の金属味も増強され使用に耐え難い上に、優れた収斂性を持続的に発揮させることは困難であった。

[0006] このように収斂成分を口腔用組成物に配合することは歯周疾患の予防、改善の手段として有効であるが、口腔内で高い収斂性が持続的に発揮され、かつ使用感も良

好な口腔用組成物を得ることは、従来技術では難しかつた。

[0007] 特許文献1:特開昭61-186307号公報

特許文献2:特開昭59-157014号公報

特許文献3:特開平3-258724号公報

特許文献4:特開平5-58895号公報

特許文献5:特開2001-163742号公報

特許文献6:特開2003-212743号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、口腔内で高い収斂効果が発揮され、かつ使用後も収斂効果が持続し、かつ金属味を感じることがなく使用性に優れた口腔用組成物、及び口腔用組成物の収斂性向上方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 本発明者らは、上記目的を達成するため銳意研究を重ねた結果、(a)硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれる1種又は2種以上のアルミニウム化合物を0.2~3質量%と、(b)塩化ナトリウムとを併用し、好ましくは(a)成分に対して(b)成分を質量比で0.5~15の割合で組み合わせ配合することにより、口腔内で使用中に高い収斂効果が発揮される上、使用後も高い持続的収斂効果が発揮され、しかも、金属味が感じられることがなく使用性に優れた口腔用組成物が得られることが知見した。

[0010] なお、硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム(硫酸アルミニウムカリウムの無水物)、硫酸アルミニウムアンモニウムは、ミョウバンとして知られており、収斂作用や殺菌作用を有し、食品添加物として、更には、口腔用組成物への配合成分として公知であり、例えば特許文献2~6等が提案されている。特許文献2には、アズレン化合物を含有する歯磨がアルミニウム化合物を添加することで安定化されること、特許文献3には、亜鉛塩の知覚過敏抑制効果がミョウバン等のアルミニウム塩及び陰イオン界面活性剤を配合することで向上すること、引用文献4には、抗菌作用を発揮するピリドン又はその塩に硫酸アルミニウムカリウム(ミョウバン)等のアルミニウムを

構成成分とする金属化合物、ホウ砂及びアルカリ金属塩化物を加えることで溶液が安定化することが記載されている。引用文献5には、合成無定型チタニウム結合珪酸塩を研磨剤とし、アルミニウム塩を併用することで歯垢抑制効果を向上し得ること、引用文献6には、水溶性アルミニウム化合物とヒノキチオールのコンプレックスを形成させることで、高い知覚過敏予防又は治療効果が発揮されることが記載されている。

- [0011] これらに対して、本発明者らは、上記ミョウバンを単に口腔用組成物に配合した場合、満足な収斂効果が得難く、また使用性も劣ってしまい、実用化し難いものであったが、(a)硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれるアルミニウム化合物を特定配合量で配合し、(b)塩化ナトリウムを組み合わせ配合すること、特に上記(a)及び(b)成分を特定割合で併用することで、後述の実施例からも明らかのように、上記両成分が相乗的に作用し、口腔内で使用中に高い収斂効果が発揮され、使用後もこの収斂効果が持続する上、多価金属由来の金属味が抑制されて優れた使用感が得られることを見出した。
- [0012] このような本発明の作用効果は、乳酸アルミニウム等が単純なアルミニウム塩(单塩)であるのに対し、硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれるアルミニウム化合物は複塩であり、この複塩が口腔内での塩化ナトリウムとの可溶化のバランスによって、金属味を感じ難くなり、かつ特異的に使用中及び使用後の口腔内での蛋白変性能が高まり優れた収斂効果を発現したことで、達成できたものと考えられる。アルミニウム化合物であっても乳酸アルミニウム等の单塩を配合したのでは、本発明の作用効果は達成できない。
- [0013] 従って、本発明は、下記の口腔用組成物及び口腔用組成物への収斂性付与方法を提供する。
- [I] (a)硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれる1種又は2種以上のアルミニウム化合物と、(b)塩化ナトリウムとを含有し、前記(a)成分の配合量が0.2~3質量%であることを特徴とする口腔用組成物。
- [II] (a)成分に対して(b)成分を質量比で0.5~15の割合で含有する[I]記載の口腔用組成物。

[III]歯磨剤として調製される[I]又は[II]記載の口腔用組成物。

[IV]硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれる1種又は2種以上のアルミニウム化合物を含有する口腔用組成物の収斂性を向上させる方法であつて、前記口腔用組成物に前記アルミニウム化合物を0.2～3質量%配合すると共に、塩化ナトリウムを併用することを特徴とする前記口腔用組成物の収斂性向上方法。

[V] (a)成分に対して(b)成分を質量比で0.5～15の割合で配合する[IV]記載の収斂性向上方法。

[VI]歯磨剤組成物の収斂性を向上させるものである[IV]又は[V]記載の収斂性向上方法。

発明の効果

[0014] 本発明の口腔用組成物、及び口腔用組成物の収斂性向上方法によれば、口腔内で使用時に高い収斂効果を発揮し、使用後も高い収斂効果が持続すると共に、多価金属由来の金属味が感じられることもなく、使用性にも優れ、しかも、安全面も良好な口腔用組成物が得られるもので、各種剤型に調製して幅広く使用することができる。

発明を実施するための最良の形態

[0015] 本発明の口腔用組成物は、練歯磨、液体歯磨、液状歯磨、潤製歯磨等の歯磨剤、洗口剤等として、特に練歯磨として調製されるもので、(a)硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれる1種又は2種以上と、(b)塩化ナトリウムとを必須に含有する。

[0016] (a)成分の硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム(硫酸アルミニウムカリウムの無水物)、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれるアルミニウム化合物は、ミョウバンの名称で一般的に知られているもので、下記一般式(1)で示されるアルミニウムとカリウム又はアンモニウムとの硫酸塩(複塩)の水和物又は無水物である。



(式中、R¹はK又はNH₄である。)

- [0017] (a)成分としては、市販品を用いることができ、例えば硫酸アルミニウムカリウムとしてはカリヨウバン(大明化学工業(株)製)、乾燥硫酸アルミニウムカリウムとしては焼ミヨウバン(大明化学工業(株)製)、硫酸アルミニウムアンモニウムとしてはアンモニウムミヨウバン(大明化学工業(株)製)などを使用することができる。
- [0018] (a)成分のアルミニウム化合物は、1種を単独で使用しても2種以上を組み合わせて使用してもよいが、中でも硫酸アルミニウムカリウム又は乾燥硫酸アルミニウムカリウムの単独使用、又は両成分を組み合わせて配合することが好ましい。
- [0019] (a)成分の配合量は、組成物全量に対して0.2~3%(質量%、以下同様。)であり、好ましくは0.3~2%である。0.2%未満では十分な持続的収斂性が発揮されない場合があり、3%を超えると金属味が生じたり、口腔粘膜に対して刺激が生じることがある。
- [0020] (b)塩化ナトリウムは、市販品を用いることができ、例えば精選特級塩として日本海水(株)製の製品を使用することができる。塩化ナトリウムの配合量は、組成物全量に対して0.1~15%、特に0.2~10%、とりわけ5~10%が好ましい。配合量が0.1%未満では十分な持続的収斂感が発揮されない場合があり、15%を超えると塩味が生じ、十分な口腔清掃ができなかったり、口腔粘膜に対して刺激が生じるおそれがある。
- [0021] (a)成分のアルミニウム化合物に対する(b)成分の塩化ナトリウムの配合割合((b)/(a))は質量比で0.5~15、特に1~10、とりわけ5~10であることが好ましく、この範囲で配合することにより、使用時の収斂効果及び使用後の持続的収斂効果をより向上させることができる。
- [0022] 本発明の口腔用組成物は、剤型等に応じて、上記必須成分に加えて任意成分としてその他の公知の添加剤を、本発明の効果を妨げない範囲で配合できる。例えば練歯磨の場合は、研磨剤、粘稠剤、粘結剤、界面活性剤、及び必要に応じて甘味剤、防腐剤、有効成分、色素、香料等を配合でき、これら成分と水とを混合して通常の方法で製造できる。
- [0023] 研磨剤としては、無水ケイ酸、シリカゲル、アルミノシリケート、ジルコノシリケート、第2リン酸カルシウム2水和物、第2リン酸カルシウム無水和物、ピロリン酸カルシウム、

水酸化アルミニウム、アルミナ、二酸化チタン、結晶性ジルコニウムシリケート、ポリメチルメタアクリレート、不溶性メタリン酸カルシウム、軽質炭酸カルシウム、重質炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、第3リン酸マグネシウム、ゼオライト、ケイ酸ジルコニウム、第3リン酸カルシウム、ハイドロキシアパタイト、フルオロアパタイト、カルシウム欠損アパタイト、第3リン酸カルシウム、第4リン酸カルシウム、第8リン酸カルシウム、合成樹脂系研磨剤などが挙げられる(通常配合量2~50%、特に10~40%)。

- [0024] 粘稠剤としては、グリセリン、ソルビット、プロピレングリコール、分子量200~6000のポリエチレングリコール、エチレングリコール、還元でんぶん糖化物等の多価アルコール等の1種又は2種以上が使用できる(通常配合量5~50%)。
- [0025] 粘結剤としては、ポリアクリル酸ナトリウム、キサンタンガム、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル、カルボキシメチルセルロースナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、カーボポール、グアガム、ゼラチン、アビセル等の有機粘結剤、モンモリロナイト、カオリン、ベントナイト等の無機粘結剤等が挙げられる(通常配合量0~5%、特に0.1~3%)。
- [0026] 界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤として、例えばラウリル硫酸ナトリウム、ラウロイルサルコシンナトリウム、ポリオキシエチレンアルキル硫酸塩、N-ラウロイルタウリン塩、 α -オレフィンスルホン酸塩等、両性界面活性剤として、例えばN-アシルグルタメート、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン等、ノニオン性界面活性剤として、例えばアルキルグリコシド、ショ糖脂肪酸エステル、アルキロールアマイド、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリコール、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ラウリン酸デカグリセリル等が挙げられる(通常配合量0.1~3%、特に0.5~2%)。
- [0027] 甘味剤としては、サッカリンナトリウム、アスパラテーム、ステビオサイド、ステビアエキス、パラメタキシシンナミックアルデヒド、ネオヘスペリジルジヒドロカルコン、ペリラルチン等、防腐剤としては、ブチルパラベン、エチルパラベン等のパラベン(パラオキシ安息香酸エステル)、安息香酸ナトリウム等が挙げられる。
- [0028] 各種有効成分としては、フッ化ナトリウム、フッ化カリウム、フッ化第1錫、フッ化ストロ

ンチウム、モノフルオロリン酸ナトリウム等のフッ化物、正リン酸のカリウム塩、ナトリウム塩等の水溶性リン酸化合物、トラネキサム酸、イプシロンーアミノカプロン酸、アラントインクロルヒドロキシアルミニウム、ヒノキチオール、アスコルビン酸、酢酸dl-トコフェロール、ジヒドロコレステロール、 α -ベニサボロール、クロルヘキシジン塩類、アズレン、グリチルレチン、グリチルレチン酸、銅クロロフィリンナトリウム、クロロフィル、グリセロホスフェートなどのキレート性リン酸化合物、グルコン酸銅等の銅化合物、塩化ストロンチウム、硝酸カリウム、ヒドロキサム酸及びその誘導体、トリポリリン酸ナトリウム、ゼオライト、メタキシエチレン、エピジヒドロコレステリン、塩化ベンゼトニウム、ジヒドロコレステロール、トリクロロカルバニド、クエン酸亜鉛、トウキ軟エキス、オウバクエキス、カミツレ、チョウジ、ローズマリー、オウゴン、ベニバナ等の抽出物などが挙げられる。なお、これら有効成分の配合量は、本発明の効果を妨げない範囲で有効量とすることができる。

- [0029] 香料は、ペパーミント油、スペアミント油、アニス油、ユーカリ油、ウインターフリーン油、カシア油、クローブ油、タイム油、セージ油、レモン油、オレンジ油、ハッカ油、カルダモン油、コリアンダー油、マンダリン油、ライム油、ラベンダー油、ローズマリー油、ローレル油、カモミル油、キャラウェイ油、マジョラム油、ベイ油、レモングラス油、オリガナム油、パインニードル油、ネロリ油、ローズ油、ジャスミン油、イリスコンクリート、アブソリュートペパーミント、アブソリュートローズ、オレンジフラワー等の天然香料、及び、これら天然香料の加工処理(前溜部カット、後溜部カット、分留、液液抽出、エッセンス化、粉末香料化等)した香料、及び、メントール、カルボン、アнетール、シネオール、サリチル酸メチル、シンナミックアルデヒド、オイゲノール、3-1-メントキシプロパン-1,2-ジオール、チモール、リナロール、リナリールアセテート、リモネン、メントン、メンチルアセテート、N-置換-パラメンタン-3-カルボキサミド、ピネン、オクチルアルデヒド、シトラール、プレゴン、カルビールアセテート、アニスアルデヒド、エチルアセテート、エチルブチレート、アリルシクロヘキサンプロピオネート、メチルアンスラニレート、エチルメチルフェニルグリシデート、バニリン、ウンデカラクトン、ヘキサナール、プロピルアルコール、ブタノール、イソアミルアルコール、ヘキセノール、ジメチルサルファイド、シクロテン、フルフラール、トリメチルビラジン、エチルラクテート、メチ

ルラクテート、エチルチオアセテート等の単品香料、更に、ストロベリーフレーバー、アップルフレーバー、バナナフレーバー、パイナップルフレーバー、グレープフレーバー、マンゴーフレーバー、バターフレーバー、ミルクフレーバー、フルーツミックスフレーバー、トロピカルフルーツフレーバー等の調合香料等、口腔用組成物に用いられる公知の香料素材を使用することができる。

[0030] 香料の配合量も特に限定されないが、上記の香料素材は、製剤組成中に0.0000 01～1%使用するのが好ましい。また、上記香料素材を使用した賦香用香料は、製剤組成中に0.1～2.0%使用するのが好ましい。

[0031] 着色剤としては青色1号、黄色4号、緑色3号等が例示される。

[0032] 本発明の口腔用組成物を収容する容器の材質は特に制限されず、通常、口腔用組成物に使用される容器を使用できる。具体的には、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート、ナイロン等のプラスチック容器等が使用できる。

実施例

[0033] 以下、実験例、実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。なお、以下の例において配合量はいずれも質量%である。

[0034] [実験例]

表1に示す組成の歯磨剤組成物(練歯磨)を調製し、下記評価を行った。結果を表1に示す。

[0035] (1) 試験歯磨剤組成物の調製

表1に示す組成の歯磨剤組成物を下記方法で調製し、最内層が直鎖状低密度ポリエチレンからなる直径26mm、口径8mmのラミネートチューブ(低密度ポリエチレン72 μ m／エチレン・アクリル酸共重合体樹脂90 μ m／アルミニウム10 μ m／エチレン・アクリル酸共重合体樹脂35 μ m／直鎖状低密度ポリエチレン50 μ m、厚み257 μ m(大日本印刷社(株)製))に50g充填した。

[0036] 歯磨剤組成物の調製には、硫酸アルミニウムカリウム(カリヨウバン、大明化学工業(株))、乾燥硫酸アルミニウムカリウム(焼ヨウバン、大明化学工業(株))、硫酸アルミニウムアンモニウム(アンモニウムヨウバン、大明化学工業(株))、塩化ナトリウム(

精選特級塩、日本海水(株)を用いた。他成分については、乳酸アルミニウム、クエン酸一水和物、水酸化ナトリウム、リン酸水素ナトリウム、ラウリル硫酸ナトリウム、無水ケイ酸、酸化チタン、ポリエチレングリコール4000、カルボキシメチルセルロースナトリウム、ポリオキシエチレン(20)硬化ヒマシ油、サッカリンナトリウム、ソルビット液、プロピレングリコール、精製水は化粧品原料基準の規格品、モノフルオロリン酸ナトリウムは医薬部外品原料規格の規格品を用いた。

[0037] (i) 使用中の収斂感

被験者10名を用いてサンプル(試験歯磨剤組成物)約1gを市販の歯ブラシにのせて3分間ブラッシングを行い、使用中の収斂感を、「非常に感じる」、「感じる」、「やや感じる」、「全く感じない」の4段階で回答を得た。この回答のうち、「非常に感じる」を4点、「感じる」を3点、「やや感じる」を2点、「全く感じない」を1点とした。10名の平均点から以下の基準で評価した。

◎: 平均点3.5点以上4.0点以下

○: 平均点3.0点以上3.5点未満

△: 平均点2.0点以上3.0点未満

×: 平均点1.0点以上2.0点未満

[0038] (ii) 使用後5分経過時の収斂感

被験者10名を用いてサンプル(試験歯磨剤組成物)約1gを市販品歯ブラシにのせて3分間ブラッシングを行い、使用後5分経過時の収斂感を、「非常に感じる」、「感じる」、「やや感じる」、「全く感じない」の4段階で回答を得た。この回答のうち、「非常に感じる」を4点、「感じる」を3点、「やや感じる」を2点、「全く感じない」を1点とした。10名の平均点から以下の基準で評価した。

◎: 平均点3.5点以上4.0点以下

○: 平均点3.0点以上3.5点未満

△: 平均点2.0点以上3.0点未満

×: 平均点1.0点以上2.0点未満

[0039] (iii) 収斂効果の持続時間

被験者10名を用いてサンプル(試験歯磨剤組成物)約1gを市販品歯ブラシにのせ

て3分間ブラッシングを行い、使用後の収斂効果を感じる時間を計測し、平均時間を示した。

[0040] (iv) 使用中の金属味

被験者10名を用いてサンプル(試験歯磨剤組成物)約1gを市販品歯ブラシにのせて3分間ブラッシングを行い、使用中の金属味について、「非常に感じる」、「感じる」、「やや感じる」、「全く感じない」の4段階で回答を得た。この回答のうち、「全く感じない」を4点、「やや感じる」を3点、「感じる」を2点、「非常に感じる」を1点とした。10名の平均点から以下の基準で評価した。

◎: 平均点3.5点以上4.0点以下

○: 平均点3.0点以上3.5点未満

△: 平均点2.0点以上3.0点未満

×: 平均点1.0点以上2.0点未満

[0041] [表1]

| 組成 (%) | | 実施例 | | | | | | | 比較例 | | | | |
|-----------|---------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| (a) | 硫酸アルミニウムカリウム | 0.2 | 1 | 0.2 | 1 | — | 0.5 | 1 | — | 1 | 0.1 | 4 | — |
| | 乾燥硫酸アルミニウムカリウム | — | 1 | — | — | 1 | 0.5 | 1 | — | — | — | — | — |
| | 硫酸アルミニウムアノニウム | — | 0.5 | 0.2 | — | — | — | 0.5 | — | — | — | — | — |
| (b) | 塩化ナトリウム | 4 | 1 | 5 | 10 | 5 | 5 | 2 | 5 | — | 1 | 5 | — |
| (b) / (a) | | 20.0 | 0.4 | 12.5 | 10.0 | 5.0 | 5.0 | 0.8 | — | — | 10.0 | 1.3 | — |
| | 乳酸アルミニウム | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — | 1 |
| | クエン酸一水和物 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| | 水酸化ナトリウム | 0.05 | 0.07 | 0.03 | 0.05 | 0.06 | 0.07 | 0.05 | 0.01 | 0.05 | 0.02 | 0.15 | 0.05 |
| | ナトリウム硫酸ナトリウム | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| | 無水ケイ酸 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| | 酸化チタン | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| | ポリエチレングリコール4000 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| | カルボキシメチルロースナトリウム | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
| | ポリオキシエチレン(20)硬化ヒマシ油 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| | サッカリンナトリウム | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| | モノフルオロリン酸ナトリウム | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 | 0.73 |
| | 香料 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| | 70%アルビット | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 |
| | プロピレングリコール | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| | 精製水 | バラ ンス |
| | 計 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 収斂感 | 使用中 | ○ | ○ | ◎ | ○ | ○ | ○ | ○ | △ | × | × | ○ | ◎ |
| | 使用後5分経過時 | ○ | ○ | ◎ | ○ | ○ | ○ | ○ | × | △ | × | △ | × |
| | 収斂効果の持続時間(分) | 6.2 | 6.8 | 7.8 | 8.6 | 8.2 | 8.4 | 7.8 | 0.5 | 2.1 | 0.5 | 1.6 | 0.8 |
| | 使用中の金属味 | ◎ | ◎ | ○ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | × | ○ | × | × | × |

[0042] 表1の結果から、(a)、(b)成分のいずれかが無配合組成、あるいはこれら成分の配合量が本発明範囲外である組成では、使用中の収斂感やその持続性に劣ったり、使用中の金属味が強く、使用感に劣る。これらに対して、(a)及び(b)成分を併用した本発明の口腔用組成物は、使用中に高い収斂効果が発揮され、その効果の持続性にも優れ、かつ多価金属由来の金属味が感じられず使用性にも優れることが確認された。

[0043] 次に、下記組成の口腔用組成物を調製し、同様に評価したところ、いずれも、使用中に高い収斂効果を発揮し、使用後も高い持続的収斂効果を発揮すると共に、金属味が感じられず使用性に優れていることを確認した。

[0044] [表2]

| [実施例8] 練歯磨 | |
|---------------------------|---------|
| 硫酸アルミニウムカリウム | 1. 0 % |
| 塩化ナトリウム | 5. 0 |
| イソプロピルメチルフェノール | 0. 1 |
| ラウロイルサルコシンナトリウム | 0. 2 |
| 酢酸トコフェロール | 0. 1 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1. 0 |
| 香料 | 1. 2 |
| トリクロサン | 0. 03 |
| ポリオキシエチレン(20)硬化ヒマシ油 | 1. 8 |
| 無水ケイ酸 | 2.0 |
| ポリアクリル酸ナトリウム | 0. 8 |
| キサンタンガム | 0. 5 |
| ソルビット液(70%) | 3.5 |
| サッカリンナトリウム | 0. 2 |
| プロピレングリコール | 3. 0 |
| パラオキシ安息香酸メチル | 0. 05 |
| パラオキシ安息香酸ブチル | 0. 01 |
| 酸化チタン | 0. 4 |
| フッ化ナトリウム | 0. 21 |
| 水 | 残 |
| 計 | 100. 0% |
| 塩化ナトリウム/硫酸アルミニウムカリウムの質量比: | 5. 0 |

[0045] [表3]

[実施例9] 練歯磨

| | |
|---------------------|---------|
| 硫酸アルミニウムカリウム | 1. 0 % |
| 塩化ナトリウム | 1. 0 |
| イソプロピルメチルフェノール | 0. 1 |
| ラウロイルサルコシンナトリウム | 0. 2 |
| 酢酸トコフェロール | 0. 1 |
| アラントイン | 0. 05 |
| グリチルレチン酸 | 0. 02 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1. 0 |
| 香料 | 1. 2 |
| ポリオキシエチレン(20)硬化ヒマシ油 | 1. 5 |
| 無水ケイ酸 | 2. 0 |
| カルボキシメチルセルロースナトリウム | 1. 0 |
| キサンタンガム | 0. 2 |
| ソルビット液(70%) | 3. 5 |
| サッカリンナトリウム | 0. 2 |
| プロピレン glycole | 3. 0 |
| パラオキシ安息香酸メチル | 0. 05 |
| パラオキシ安息香酸ブチル | 0. 01 |
| 酸化チタン | 0. 4 |
| フッ化ナトリウム | 0. 21 |
| 水 | 残 |
| 計 | 100. 0% |

塩化ナトリウム／硫酸アルミニウムカリウムの質量比：10. 0

[0046] [表4]

[実施例10] 液状歯磨

| | |
|---------------------|---------|
| 硫酸アルミニウムカリウム | 2. 0 % |
| 塩化ナトリウム | 5. 0 |
| イソプロピルメチルフェノール | 0. 1 |
| 酢酸トコフェロール | 0. 1 |
| ゼオライト | 1. 0 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1. 5 |
| 香料 | 1. 2 |
| ポリオキシエチレン(20)硬化ヒマシ油 | 1. 2 |
| ポリアクリル酸ナトリウム | 0. 3 |
| アルギン酸ナトリウム | 0. 4 |
| ソルビット液(70%) | 5. 5 |
| サッカリンナトリウム | 0. 2 |
| プロピレン glycole | 3. 0 |
| パラオキシ安息香酸メチル | 0. 05 |
| パラオキシ安息香酸ブチル | 0. 01 |
| フッ化ナトリウム | 0. 21 |
| 水 | 残 |
| 計 | 100. 0% |

塩化ナトリウム／硫酸アルミニウムカリウムの質量比：2. 5

[0047] [表5]

| 〔実施例 11〕 洗口剤 | |
|--------------------------------|---------|
| 硫酸アルミニウムカリウム | 1. 0% |
| 塩化ナトリウム | 5. 0 |
| エタノール | 1 0 |
| グリセリン | 1 0 |
| ソルビット液（70%） | 5. 0 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 0. 2 |
| 香料 | 0. 3 |
| ポリオキシエチレン（60）硬化ヒマシ油 | 3. 0 |
| サッカリンナトリウム | 0. 05 |
| パラオキシ安息香酸メチル | 0. 15 |
| 水 | 残 |
| 計 | 100. 0% |
| 塩化ナトリウム／硫酸アルミニウムカリウムの質量比： 5. 0 | |

請求の範囲

- [1] (a)硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれる1種又は2種以上のアルミニウム化合物と、(b)塩化ナトリウムとを含有し、前記(a)成分の配合量が0.2～3質量%であることを特徴とする口腔用組成物。
- [2] (a)成分に対して(b)成分を質量比で0.5～15の割合で含有する請求項1記載の口腔用組成物。
- [3] 歯磨剤として調製される請求項1又は2記載の口腔用組成物。
- [4] 硫酸アルミニウムカリウム、乾燥硫酸アルミニウムカリウム、硫酸アルミニウムアンモニウムから選ばれる1種又は2種以上のアルミニウム化合物を含有する口腔用組成物の収斂性を向上させる方法であって、前記口腔用組成物に前記アルミニウム化合物を0.2～3質量%配合すると共に、塩化ナトリウムを併用することを特徴とする前記口腔用組成物の収斂性向上方法。
- [5] (a)成分に対して(b)成分を質量比で0.5～15の割合で配合する請求項4記載の収斂性向上方法。
- [6] 歯磨剤組成物の収斂性を向上させるものである請求項4又は5記載の収斂性向上方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/066037

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

A61K8/20 (2006.01) i, A61K8/26 (2006.01) i, A61Q11/00 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A61K8/20, A61K8/26, A61Q11/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

| | | | |
|----------------------------------|------------------|-----------------------------------|------------------|
| <i>Jitsuyo Shinan Koho</i> | <i>1922-1996</i> | <i>Jitsuyo Shinan Toroku Koho</i> | <i>1996-2008</i> |
| <i>Kokai Jitsuyo Shinan Koho</i> | <i>1971-2008</i> | <i>Toroku Jitsuyo Shinan Koho</i> | <i>1994-2008</i> |

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| A | JP 59-157014 A (Nippon Zeora Kabushiki Kaisha), 06 September, 1984 (06.09.84), Example 8 (Family: none) | 1-6 |
| A | JP 5-58895 A (Toyama Chemical Co., Ltd.), 09 March, 1993 (09.03.93), Claims 1, 3, 4; Par. Nos. [0017] to [0021] (Family: none) | 1-6 |
| A | JP 11-500726 A (Ultradent Products, Inc.), 19 January, 1999 (19.01.99), Claim 1; page 15, line 21 to page 16, line 1 & WO 1996/025915 A1 & US 5635162 A & EP 873110 A1 | 1-6 |

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
29 September, 2008 (29.09.08)

Date of mailing of the international search report
07 October, 2008 (07.10.08)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/066037

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| A | JP 2007-45786 A (Lion Corp.), 22 February, 2007 (22.02.07), Par. No. [0035] (Family: none) | 1-6 |

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int.Cl. A61K8/20(2006.01)i, A61K8/26(2006.01)i, A61Q11/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl. A61K8/20, A61K8/26, A61Q11/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

| | |
|-------------|------------|
| 日本国実用新案公報 | 1922-1996年 |
| 日本国公開実用新案公報 | 1971-2008年 |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2008年 |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2008年 |

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| A | JP 59-157014 A (日本ゼオラ株式会社) 1984.09.06, 実施例8 (ファミリーなし) | 1-6 |
| A | JP 5-58895 A (富山化学工業株式会社) 1993.03.09, 請求項1、3、4、段落【0017】～【0021】(ファミリーなし) | 1-6 |
| A | JP 11-500726 A (ウルトラデント プロダクツ インコーポレイテッド) 1999.01.19, 請求項1、第15頁第21行～第16頁第1行 & WO 1996/025915 A1 & US 5635162 A & EP 873110 A1 | 1-6 |

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す)
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

| | |
|--|--|
| 国際調査を完了した日 29.09.2008 | 国際調査報告の発送日 07.10.2008 |
| 国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 | 特許庁審査官(権限のある職員) 福井 美穂 電話番号 03-3581-1101 内線 3421 4D 3646 |

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
|-----------------------|--|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| A | JP 2007-45786 A (ライオン株式会社) 2007. 02. 22, 段落【0035】 (ファミリーなし) | 1-6 |