

© EPODOC / EPO

PN - JP59219213 A 19841210  
PNFP - JP61003323 B B 19860131  
- JP1336019 C C 19860911  
OPD - 1983-05-30  
PA - (A)  
LION CORP  
IN - (A)  
OZAWA TOSHIYUKI; NAGANUMA TAKESHI; UOTANI OSAMU  
TI - (A)  
BASE MATERIAL FOR ORAL COMPOSITION  
AB - (A)  
PURPOSE: A base material for an oral composition, consisting of anhydrous spherical calcium hydrogenphosphate, having moderate polishing power and high cleaning effect on teeth and improved gloss imparting effect and comfortable feeling of use, and useful for dentifrice or prophylaxis pastes, etc.  
CONSTITUTION: A base material containing anhydrous spherical calcium hydrogenphosphate, having preferably 0.45-0.9, particularly 0.5-0.85 average roundness, 2-30 $\mu$ m, preferably 5-25 $\mu$ m average particle diameter measured by the laser scattering method and 2.5-20m<sup>2</sup>/g, particularly 3-15m<sup>2</sup>/g specific surface area (measured by the BET method) and further preferably consisting of at least  $\geq$  70% calcium hydrogenphosphate crystals by the X-ray diffractometry, and useful as a base material (polishing agent) of an oral composition. The above-mentioned base material has more improved cleaning power than other polishing agents having almost the same polishing power. Stains, plaques, residues after eating, etc. can be cleaned, and a mild taste is obtained.  
EC - A61K8/24; A61Q11/00  
ECI - A61K8/24; A61Q11/00  
FI - A61K7/16; C01B25/32&K  
FT - 4C083/AB032; 4C083/AB172; 4C083/AB282; 4C083/AB291; 4C083/AB292; 4C083/AB472; 4C083/AC122; 4C083/AC132; 4C083/AC352; 4C083/AC622; 4C083/AC662; 4C083/AC782; 4C083/AC862; 4C083/AD042; 4C083/AD072; 4C083/AD092; 4C083/AD272; 4C083/AD352; 4C083/AD392; 4C083/AD532; 4C083/CC41; 4C083/DD22; 4C083/EE35; 4C083/EE36; 4C083/EE37  
IC - (A)  
A61K7/16  
ICAI - (A B C)  
C01B25/32; A61K8/00; A61K8/24; A61Q11/00  
ICCI - (A B C)  
C01B25/00; A61K8/00; A61K8/19; A61Q11/00  
AP - JP19830093976 19830530  
PR - JP19830093976 19830530  
FAMN - 14097428  
PD - 1984-12-10

© WPI / Thomson

AN - 1985-137215 [23]  
OPD - 1983-05-30  
PD - 1984-12-10  
AP - JP19830093976 19830530  
PA - (LIOY ) LION CORP  
CPY - LIOY  
IN - NAGANUMA T; OZAWA T; UOTANI O  
TI - Dental substrate compsn. - prepd. from spherical calcium hydrogen phosphate giving prod. which prevents damage to tooth surface

- AB - Dental compsn. substrate is made of spherical calcium hydrogen phosphate (with average granular roundness in the range of 0.45-0.9 and average granular diameter of 2-30 microns and the specific area (by BET method) is 2.5-20m<sup>2</sup>/g) and their anhydrides.
- USE/ADVANTAGE :  
The compsn. does not have a proportionate relation between the polishing/cleansing functions. Even with its low polishing power, it has a high cleansing power. Compsn. prevents damage to the tooth surface.
- PN - JP59219213      A 19841210 DW198523  
JP61003323B      B 19860131 DW198609
- NC - 1
- IW - DENTAL SUBSTRATE COMPOSITION PREPARATION SPHERE CALCIUM HYDROGEN PHOSPHATE  
PRODUCT PREVENT DAMAGE TOOTH SURFACE
- IC - A61K7/16; C01B25/32
- MC - A10-E04L A12-V04 D08-B08
- DC - A96 D21
- DR - 1755-U
- A - [001] 014 04- 728
- KS - 0231 2761

## ⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—219213

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>

A 61 K 7/16

C 01 B 25/32

識別記号

庁内整理番号

6675—4C

7508—4G

④ 公開 昭和59年(1984)12月10日

発明の数 1

審査請求 有

(全 9 頁)

## ④ 口腔組成物用基材

小田原市飯田岡29—16

② 特 願 昭58—93976

② 出 願 昭58(1983)5月30日

⑦ 発 明 者 小沢利之

茅ヶ崎市下町屋1—30—204

⑦ 発 明 者 長沼健

⑦ 発 明 者 魚谷修

千葉市幕張町1丁目4949—6

⑦ 出 願 人 ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

⑦ 代 理 人 弁理士 小島隆司

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

口腔組成物用基材

## 2. 特許請求の範囲

1. 球状リン酸水素カルシウム・無水和物からなることを特徴とする口腔組成物用基材。

2. 球状リン酸水素カルシウム・無水和物の平均丸み度が0.45～0.9である特許請求の範囲第1項記載の口腔組成物用基材。

3. 球状リン酸水素カルシウム・無水和物の平均粒子径が2～30μである特許請求の範囲第1項又は第2項記載の口腔組成物用基材。

4. 球状リン酸水素カルシウム・無水和物の比表面積がBET法で2.5～2.0 m<sup>2</sup>/gである特許請求の範囲第1項乃至第3項いずれか記載の口腔組成物用基材。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は、歯磨、プロフィラキスペースト等々に使用される口腔組成物用基材に関し、更に詳述すると球状リン酸水素カルシウム・無水和物からな

る口腔組成物用基材に関する。

一般に、歯磨やプロフィラキスペースト等々に使用される口腔組成物用基材は、歯の清掃基材としてステイン、歯垢、食べかす等の歯に付着、沈着したものを物理的作用により効率よく除去する能力が高く、清掃能力が優れていると共に、歯面を損傷することがないマイルドな研磨性を有し、歯垢、歯石の沈着を防止し得るものが望まれる。

この場合、ステイン、歯垢、食べかす等の物理的除去の効率は、基材の研磨力を高くすることによって高めることができ、特に従来は研磨力を高めることで歯面の清掃効果を向上させることが行なわれていたが、研磨力を高めることと、歯面の損傷を防止することは一般に相反し、研磨力を高めれば高める程、歯面を削るおそれが生じ、特にブラッシング方法が適切でない場合は楔状欠損を引き起す可能性を高めると共に歯面を損傷させ、更に歯面の光沢を低下させるおそれがある。このため、従来より歯面を損傷させることがないと共に、適度の研磨力を有して清掃効果に優れた口腔

組成物用基材が求められていた。

本発明者らは、上記要望に応えるために鋭意研究を行なった結果、第1、2図に示すような球状リン酸水素カルシウム・無水和物が研磨剤、光沢剤として好適な物性を有し、この球状リン酸水素カルシウム・無水和物を口腔組成物用基材として用いると、口腔用組成物の研磨力を高めることなく消掃力を向上させることができ、歯面を損傷させることがない上、歯面に対する光沢向上効果に優れ、しかも口当りがマイルドで使用感が良いことを知見し、本発明をなすに至ったものである。

即ち、従来の研磨基材は、研磨力と消掃力とがほぼ比例関係にあり、消掃力を高めるためには研磨力を高める必要があった。また、研磨力と歯面に対する光沢付与力とは反比例し、消掃力を高めるため研磨力を高めると光沢付与力が低下する問題があり、従って高消掃力、低研磨力、高光沢付与力を同時に達成することは困難であった。これに対し、球状リン酸水素カルシウム・無水和物を用いた場合には、低研磨力であるにもかかわらず

消掃力が高く、例えば後述する実施例に示したようにその消掃力は1～5号程度の研磨力である場合、従来の20～30号程度の研磨力を有する研磨基材に匹敵し、また5～20号程度の研磨力である場合、従来の30～50号程度の研磨力を有する研磨基材に匹敵し、このように低研磨・高消掃という特異的な特性を有すると共に、優れた光沢付与効果を与え、球状リン酸水素カルシウム・無水和物を単独で用いるだけで十分に歯面に対して光沢を付与することができるものである。しかも、この球状リン酸水素カルシウムを用いた場合(板状、柱状及び針状結晶体の混合物からなる)には従来の板状角形リン酸水素カルシウム・無水和物に比べて口腔内でのざらつき感が少なく、マイルドな口当りを呈し、使用感も良好なもので、このように球状リン酸水素カルシウム・無水和物を用いた場合には高消掃力、低研磨力、高光沢付与力、良好な使用感という特性を同時に満足させることを知見したものである。

なお従来、リン酸水素カルシウム・無水和物が歯磨等の研磨剤として使用されることは知られて

いる。しかし、従来使用されている平均粒子径10～30μのリン酸水素カルシウム・無水和物は第3図に示すような丸み度が0.4程度でかつ比表面積(BET法)が1～2m<sup>2</sup>/g程度の板状角形のものであり、これは後述する比較例に示したように通常の粒径範囲のものでは研磨力が高いもので、これを単独の研磨剤として使用した場合には、ADA(American Dental Association)等で世界的に上限とされているRDA法(Radio Active Dentin Abrasion法)による研磨性の数値250を越え、長期間の使用では楔状欠損をまねくおそれもあった。このため、従来は他の研磨剤と併用していたものである。これに対し、本発明に係る球状リン酸水素カルシウム・無水和物は、上述したように研磨力が低いにもかかわらず高い消掃力を有し、しかも優れた光沢付与効果を有するもので、このことは本発明者らの新知見である。

以下、本発明につき詳しく説明する。

本発明に係る口腔組成物用基材は、球状リン酸水素カルシウム・無水和物からなるもので、これ

により上述したように歯牙に対する適度な研磨力と高い消掃力を付与し、しかも優れた光沢付与効果、快適な使用感を与えるものである。

ここで、球状リン酸水素カルシウム・無水和物としては、顕微鏡写真を用いて丸み度(丸み度 =  $\frac{r_1 + r_2 + r_3 + \dots + r_n}{RN}$ 、但しRは最大内接円の半径、 $r_n$ は粉体の角の曲率半径、Nはrを測定した数である。形が丸いほど丸み度の値は1に近くなる。なお、丸み度測定の場合のR、 $r_1$ 、 $r_2$ 、 $r_3$ 、 $r_4$ の一例を第4図に示す。〔Wadell, J. Geol., 40, 1932, 443-451〕参照)を測定した場合に、平均丸み度が0.45～0.9、特に0.5～0.85のものを使用することが好ましい。

また、球状リン酸水素カルシウム・無水和物は、レーザー光散乱法で測定した平均粒子径が2～30μ、特に5～25μのものを使用することが好ましい。

更に、球状リン酸水素カルシウムは比表面積(BET法)が2.5～20m<sup>2</sup>/g、特に3～15m<sup>2</sup>/gのものをを用いることが好ましい。

また、本発明の球状リン酸水素カルシウム・無

水和物としては、X線回折的に少なくとも70%以上がリン酸水素カルシウムの結晶からなるものを用いることが好ましい。

なお、本発明の球状リン酸水素カルシウム・無水和物を製造する方法としては、例えば米国特許第2287696(Monsanto, 1942)、同3012852号(Monsanto, 1961)、同3066056号(Victor, 1962)、同3169096号(Stauffer, 1965)、特公昭39-3272、3273(協化学工業)等に記載されたリン酸と石灰乳との中和反応などが挙げられ、その製造工程において反応条件のうちpH、反応温度、反応時間、攪拌速度、媒晶剤の量及びその添加時期等を適宜コントロールすることにより、種種のグレードの球状リン酸水素カルシウム・無水和物を得ることができる。例えば、カルシウム化合物とリン酸化合物をリン酸縮合物の存在下で50℃以上の温度で反応させることにより、球状のリン酸水素カルシウム・無水和物を好適に得ることができる。

本発明に係る口腔組成物用基材は、練歯磨、粉

材全体の5~100重量%、特に10~100重量%とすることが好ましい。

また、本発明口腔組成物用基材を使用して口腔組成物を調製する場合、更にカルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、アルギン酸塩、カラゲナン、アラビアガム、ポリビニルアルコール等の粘結剤、ポリエチレングリコール、ソルビトール、グリセリン、プロピレングリコール等の粘稠剤、ラウリル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、水素添加ココナツク脂肪酸モノグリセリドモノ硫酸ナトリウム、ラウリルスルホ酢酸ナトリウム、N-ラウロイルザルコシン酸ナトリウム、N-アシルグルタミン酸塩、ラウロイルジエタノールアמיד、シロ油脂肪酸エステル等の発泡剤、それにペパーミント、スペアミント等の精油、メントール、カルボン、オイゲノール、アネトール等の香料素材などの香料、サッカリンナトリウム、ステビオサイド、ネオヘスペリジルジヒドロカルボン、グリチルリチン、ペリラルチン、p-メトキシシンナミック

酸、調製歯磨等の歯磨剤やプロフィラクスペーストなどの口腔組成物の研磨剤として使用することができる。

この場合、本発明基材が配合される口腔組成物の成分としては、口腔組成物の種類等に応じた適宜な成分が使用され得る。

例えば、歯磨剤組成物の場合には、研磨剤として本発明基材を単独でもしくはこれと他の基材、例えばリン酸水素カルシウム・2水和物及び従来の板状角形リン酸水素カルシウム・無水和物、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、非晶質シリカ、結晶質シリカ、沈降性無定形シリカ、アルミノシリケート、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム、微結晶セルロース、レジソ、第3リン酸マグネシウム、炭酸マグネシウム等の基材の1種又は2種以上を混合して用いることができる。なお、本発明の球状リン酸水素カルシウム・無水和物を他の基材と併用する場合、本発明の球状リン酸水素カルシウムの使用量は、その効果を有効に発揮させる点から基

アルデヒド、ソーマチンなどの甘味剤、防腐剤、更に塩化リゾチーム、デキストラナーゼ、溶菌酵素、ムタナーゼ、クロルヘキシジン又はその塩、ソルビン酸、アレキシンジン、ヒノキチオール、セチルピリジニウムクロライド、アルキルグリシン、アルキルジアミノエチルグリシン塩、アラントイン、ε-アミノカプロン酸、トラネキサム酸、アズレン、ビタミンE、モノフルオロリン酸ナトリウム、フッ化ナトリウム、フッ化第1錫、水溶性第1もしくは第2リン酸塩、第四級アンモニウム化合物、塩化ナトリウムなどの有効成分等を配分し得る。なお、本発明基材を使用して口腔組成物を調製する場合、口腔組成物のpH低下、固化を防止して系の安定性を高めるために第3リン酸マグネシウムを配合することが好ましく、この場合0.1~3%、特に0.5~2%配合することが好ましい。

本発明に係る口腔組成物用基材は、上述したように球状リン酸水素カルシウム・無水和物からなるので、歯牙に対する適度な研磨力を有すると共

に、高い清掃力、優れた光沢付与効果を有し、更に口当たりがマイルドで使用感が良いものである。即ち、球状リン酸水素カルシウム・無水和物は、同程度の研磨力を有する他の研磨剤と比較してより優れた清掃力を有するため、歯面を傷つけず歯牙に付着したステイン、プラーク、食べかす等を清掃することができ、またマイルドな口当たりを呈するものである。このように、球状リン酸水素カルシウム・無水和物は、研磨力が従来の板状角形リン酸水素カルシウム・無水和物に比べて著しく少ないので、従来の板状角形リン酸水素カルシウム・無水和物のように必らずしも他の基材と併用しなくてもよく、球状リン酸水素カルシウム・無水和物を単独でも使用することができると共に、巾の広い粒径範囲のものを種々目的に合わせて好適に使用し得るものである。

次に、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に説明する。

#### 〔実施例1、比較例1〕

各種リン酸水素カルシウムの研磨力と清掃力を

を研磨容器にセットし、粉体（第1表に示す各種リン酸水素カルシウム）5gを0.3%カルボキシメチルセルローズ（ナトリウム）を含む60%グリセリン水溶液15gに懸濁してなるサスペンションを用い、荷重200gにおいて2000回ブラッシング（ブラッシングのブラシとしては研磨力測定の場合と同じものを使用した）し、研磨後タイルの煙草ヤニの除去率を肉眼にて評価した。

#### 評価基準

評点	1: 煙草ヤニ除去率	0 ~ 10%
2:	"	11 ~ 20%
3:	"	21 ~ 30%
4:	"	31 ~ 40%
5:	"	41 ~ 50%
6:	"	51 ~ 60%
7:	"	61 ~ 70%
8:	"	71 ~ 80%
9:	"	81 ~ 90%
10:	"	91 ~ 100%

下記方法により調べ、両者の関係を検討した。結果を第1表に示す。

#### 研磨力測定法

粉体（第1表に示す各種リン酸水素カルシウム）5gを0.3%カルボキシメチルセルローズナトリウムを含む60%グリセリン水溶液15gに懸濁してなるサスペンションを用い、荷重200gにおいてJIS H 3361の銅板（ビッカース硬度120）を水平型研磨試験機により2時間で2万回ブラッシングし、銅板摩耗量を測定した。

なお、ブラッシングのブラシとしては、毛束数44個、毛の太さ（1毛束当たり）8ミル（約0.2mm）、毛の長さ12mmのナイロン（62）材質で、材質の硬さが家庭用品品質表示法でMのものを使用した。

#### 清掃力測定法

喫煙機に煙草を喫煙させてヤニをガラスウールに付着させ、このヤニをエタノールで抽出して濃縮溶液状とし、タイル上に均一に塗布する。次に、これを一昼夜加熱乾燥した後、室温に戻す。これ

第1表 各種リン酸水素カルシウムの銅板摩耗量と清掃力

No.	サンプル	混合比 (重相比)	銅板摩耗 量(μg)	清掃力	
1	DCP - D ①	—	0.8	2.3	比較例
2	" ②	—	1.2	2.5	"
3	DCP - A ①	—	17.3	4.3	"
4	" ②	—	47.0	7.3	"
5	DCP-D②/DCP-A②	8/2	18.5	4.5	"
6	"	5/5	31.4	6.0	"
7	DCP - AS ①	—	1.2	4.4	実施例
8	" ②	—	2.1	5.2	"
9	" ③	—	16.4	6.3	"
10	" ④	—	19.0	5.8	"
11	DCP-D②/DCP-AS①	5/5	1.2	4.0	"
12	DCP-D②/DCP-AS③	8/2	7.1	4.9	"
13	"	5/5	14.9	6.0	"

注：第1表中の各種リン酸水素カルシウムの平均粒子径、比表面積、平均丸み度は第2～4表に示す通りである。

第2表 DCP-D:リン酸水素カルシウム・2水和物

	平均粒子径( $\mu$ )	比表面積( $m^2/g$ )	平均丸み度
①	9	1.2	0.38
②	14	1.1	0.36

第3表 DCP-A:板状角形リン酸水素カルシウム・無水和物

	平均粒子径( $\mu$ )	比表面積( $m^2/g$ )	平均丸み度	
①	2	4.4*	0.41	第3図
②	16	1.2	0.40	

\*:従来のDCP-Aをふるい分けして平均粒子径を2 $\mu$ にしたもの。

第4表 DCP-AS:球状リン酸水素カルシウム・無水和物

	平均粒子径( $\mu$ )	比表面積( $m^2/g$ )	平均丸み度	
①	17	15.0	0.85	第1図 第2図
②	22	9.1	0.70	
③	14	5.0	0.60	
④	8	3.6	0.51	

注:平均粒子径はLeed & Northrup社の粒度分布測定装置(商品名Microtrac)により測定し、比表面積はBET法により測定した。

が5~20 $\mu$ 程度の場合、従来の研磨力が30~50 $\mu$ 程度の研磨剤に匹敵し得る清掃力を有していることが知見された。また、リン酸水素カルシウム・2水和物と球状リン酸水素カルシウム・無水和物を5:5の割合で混合したものと同様の効果を示すことが認められた。

#### [実施例2, 比較例2]

ほぼ同程度の平均粒子径を有する各種リン酸水素カルシウムの研磨力と光沢向上度を調べた。なお、研磨力は実施例1と同様に測定し、光沢向上度は下記方法により測定した。結果を第5表に示す。

#### 光沢向上度測定法

5×5mmの大きさにカットした牛歯を樹脂に包埋し、牛歯エナメル表面を回転研磨機で平滑にし、次いで底1200のエメリー紙研磨、リン酸水素カルシウム・無水和物による研磨、パフ研磨により光沢計(日本電色工業社GLOSS METER VG-10)の光沢度で80.0±2.0にエナメル表面を処置した。

なお、第1~3図はリン酸水素カルシウム・無水和物の顕微鏡写真であり、第1, 2図は本発明に係る球状リン酸水素カルシウム・無水和物(第1図は1000倍、第2図は3000倍)、第3図は従来の板状角形リン酸水素カルシウム・無水和物(3000倍)である。

なお、第5図に銅板摩耗量と清掃力との関係を示す。ここで、図中の参照番号は第1表中の底である。また、丸で囲んだ参照番号のものは本発明品を示す。

第1表及び第5図の結果より、従来のリン酸水素カルシウム・2水和物や板状角形リン酸水素カルシウム・無水和物は、研磨力と清掃力とが比例関係にあり、清掃力を高めるためには研磨力を高くする必要があるものであったが、本発明に係る球状リン酸水素カルシウム・無水和物は、研磨力と清掃力とが比例関係になく、研磨力が低いにもかかわらず著しく清掃力が高く、研磨力が1~5 $\mu$ 程度の場合、従来の研磨力が20~30 $\mu$ 程度の研磨剤に匹敵し得る清掃力を有し、また研磨力

次に、粉体(第5表に示す各リン酸水素カルシウム)5gを0.3%カルギンメチルセルローズ(ナトリウム)を含む60%グリセリン水溶液15gに懸濁してなるサスペンションを上記牛歯をセットした研磨容器に注入し、水平型研磨試験機により荷重200g、7000ストローク/40分の条件でブラッシング(ブラッシングのブラシとしては研磨力測定の場合と同じものを使用した)し、前記光沢計により光沢度の増減を測定し、初期光沢度からの差を光沢向上度とした。

第5表

サンプル	平均粒子径( $\mu$ )	丸み度(平均)	銅板摩耗量( $\mu$ )	光沢向上度	
DCP-D ②	14	0.36	1.2	+4.0	比較例
DCP-AS ①	17	0.85	1.2	+11.5	実施例

第5表の結果より、本発明に係る球状リン酸水素カルシウム・無水和物はリン酸水素カルシウム・2水和物とほぼ同等の研磨力を有するにもかかわらず、光沢向上度が優れていることが知見された。

## 〔実施例3, 比較例3〕

下記処方練歯磨を調製し、パネル20名を用いて嗜好度を調べた。結果を第6表に示す。

## 処 方

プロピレングリコール	2.5 重量%
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1.2 %
グリセリン	25.0 %
サッカリン酸ナトリウム	0.1 %
コロイド状シリカ	2.0 %
香 料	1.0 %
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5 %
第3リン酸マグネシウム・8水塩	1.0 %
第6表に示す研磨剤	40.0 %
防腐剤	微量
水	残
合 計	100.0 重量%

第6表

使用した研磨剤 (第2~4表のものと同じ)	混合比 (重量比)	好き	きらい	不明	
DCP-D②/DCP-A②	5/5	6	7	7	比較例
DCP-D②/DCP-AS③	5/5	13	3	4	実施例

注：順序効果も考慮してあるので実験総数は40となる。

第6表の結果より、球状リン酸水素カルシウム・無水和物を使用した練歯磨の方が<sup>(従来の)</sup>リン酸水素カルシウム・無水和物を使用した練歯磨よりも好まれる割合が大きい事が知見された。また、20名のパネルのうち14名が球状リン酸水素カルシウム・無水和物を使用した練歯磨の方が口ざわりがよりマイルドであることを報告した。即ち、従来のリン酸水素カルシウム・無水和物に比べて低研磨力であるにもかかわらず、口腔内の清掃効果に優れ、その使用感も十分に良いと認められた。

以下、本発明基材を配合した口腔組成物の処方例を示す。なお、下記処方例の配合量において、

%はいずれも重量%である。

## 〔処方例1〕 練歯磨

プロピレングリコール	2.0 %
グリセリン	25.0
サッカリン酸ナトリウム	0.2
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1.3
香 料	1.0
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
コロイド状シリカ	2.0
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.76
第3リン酸マグネシウム・8水塩	1.0
球状リン酸水素カルシウム・無水和物	40.0
(平均粒子径: $1.73 \mu$ 比表面積: $11.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 平均丸み度: 0.85)	
防腐剤	微量
水	残
合 計	100.0 %

## 〔処方例2〕 練歯磨

プロピレングリコール	2.0 %
ソルビトール	10.0
グリセリン	10.0
サッカリン酸ナトリウム	0.1
カルボキシメチルセルロースナトリウム	0.7
カラギーナン	0.3
香 料	1.0
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
コロイド状シリカ	2.0
リン酸水素カルシウム・2水和物	35.0
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.76
第3リン酸マグネシウム・8水塩	1.0
球状リン酸水素カルシウム・無水和物	10.0
(平均粒子径: $1.40 \mu$ 比表面積: $5.8 \text{ m}^2/\text{g}$ 平均丸み度: 0.6)	
防腐剤	微量
水	残
合 計	100.0 %



## 〔処方例3〕 練歯磨

プロピレングリコール	2.0%
ソルビトール	25.0
サッカリン酸ナトリウム	0.1
カルボキシメチルセルロースナトリウム	0.9
キサンタンガム	0.2
香料	1.0
ラウリル硫酸ナトリウム	1.7
水酸化アルミニウム	25.0
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.76
第3リン酸マグネシウム・8水塩	1.0
球状リン酸水素カルシウム・無水和物	20.0

$$\left( \begin{array}{l} \text{平均粒子径: } 10.3 \mu \\ \text{比表面積: } 9.5 \text{ m}^2/\text{g} \\ \text{平均丸み度: } 0.75 \end{array} \right)$$

防腐剤	微量
水	残
合計	100.0%

## 〔処方例4〕 練歯磨

プロピレングリコール	2.0%
ソルビトール	25.0
サッカリン酸ナトリウム	0.1
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1.1
香料	1.0
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
コロイド状シリカ	1.5
無定形無水ケイ酸	10.0
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.76
第3リン酸マグネシウム・8水塩	1.0
球状リン酸水素カルシウム・無水和物	20.0

$$\left( \begin{array}{l} \text{平均粒子径: } 8.6 \mu \\ \text{比表面積: } 3.0 \text{ m}^2/\text{g} \\ \text{平均丸み度: } 0.55 \end{array} \right)$$

防腐剤	微量
水	残
合計	100.0%

## 〔処方例5〕 練歯磨

プロピレングリコール	2.0%
グリセリン	20.0
サッカリン酸ナトリウム	0.2
カルボキシメチルセルロースナトリウム	0.7
カラゲナン	0.3
コロイド状シリカ	1.5
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.76
第3リン酸マグネシウム・8水塩	1.0
香料	1.0
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
リン酸水素カルシウム・2水和物	40.0
球状リン酸水素カルシウム・無水和物	5.0

$$\left( \begin{array}{l} \text{平均粒子径: } 16.1 \mu \\ \text{比表面積: } 2.6 \text{ m}^2/\text{g} \\ \text{平均丸み度: } 0.50 \end{array} \right)$$

防腐剤	微量
水	残
合計	100.0%

## 〔処方例6〕 練歯磨

球状リン酸水素カルシウム・無水和物	40%
-------------------	-----

$$\left( \begin{array}{l} \text{平均粒子径: } 22.1 \mu \\ \text{比表面積: } 6.1 \text{ m}^2/\text{g} \\ \text{平均丸み度: } 0.7 \end{array} \right)$$

リン酸水素カルシウム・2水和物	10
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1.2
ソルビトール	10
グリセリン	15
ラウリル硫酸ナトリウム	1.2
ステビオサイド	0.1
グリチルリチン	0.1
香料	1.0
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.76
ピロリン酸ナトリウム	0.05
水	残

合計	100.0%
----	--------

## 〔処方例7〕 練歯磨

球状リン酸水素カルシウム・無水和物 25%

$$\left( \begin{array}{l} \text{平均粒子径: } 1.15 \mu \\ \text{比表面積: } 10.6 \text{ m}^2/\text{g} \\ \text{平均丸み度: } 0.75 \end{array} \right)$$

沈降性シリカ	8.0
カルボボール	0.5
ポリビニルピロリドン	0.1
ソルビトール	3.5
グリセリン	1.0
ラウリル硫酸ナトリウム	0.7
ラウロイルサルコシネート	0.5
サッカリン酸ナトリウム	0.1
香料	1.0
リン酸ナトリウム	0.2
トラネキサム酸	0.1
水	残
合 計	100.0%

## 〔処方例8〕 練歯磨

球状リン酸水素カルシウム・無水和物 30%

$$\left( \begin{array}{l} \text{平均粒子径: } 1.45 \mu \\ \text{比表面積: } 4.6 \text{ m}^2/\text{g} \\ \text{平均丸み度: } 0.60 \end{array} \right)$$

水酸化アルミニウム	1.0
キサンタンガム	1.0
ソルビトール	2.0
グリセリン	5
ポリエチレングリコール	5
ラウリル硫酸ナトリウム	1.2
サッカリン酸ナトリウム	0.1
グリチルリチン	0.1
香料	1.0
ラウリシジン	0.1
水	残
合 計	100.0%

なお、次に参考例として本発明の球状リン酸水素カルシウム・無水和物の製造の一例を示す。

## 〔参考例〕

70℃に加熱した5ℓの湯中へ約650gの生石灰を投入し、30分間攪拌を続け、酸化カルシウム換算で約130g/ℓの石灰乳を調整する。これを100メッシュの篩を用いて粗粒物を除去する。次に、ピロリン酸塩を添加した50%のリン酸水溶液1ℓを73℃に加熱し、攪拌下1ℓ/時の速度で前記石灰乳を添加する。反応終了後反応液を濾過し、水で洗浄したのち60℃で約24時間乾燥し、球状リン酸水素カルシウム・無水和物を得る。なお、例えばピロリン酸/塩の添加量を変えるなどのことにより、種々丸み度のものを得ることができる。

## 4. 図面の簡単な説明

第1図及び第2図はそれぞれ本発明基材として用いる球状リン酸水素カルシウム・無水和物の顕微鏡写真、第3図は従来の板状角形リン酸水素カルシウム・無水和物基材の顕微鏡写真、第4図は球状リン酸水素カルシウム・無水和物の説明図、第5図は各種リン酸水素カルシウムの研磨力と清掃力との関係を示すグラフである。

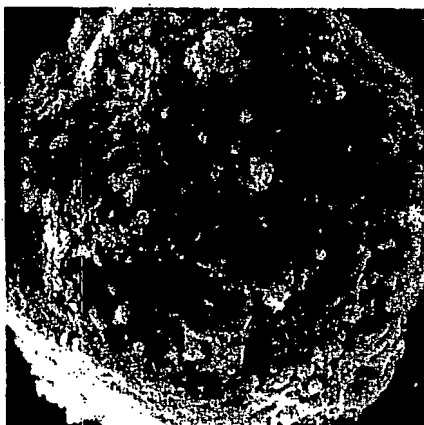
第1図



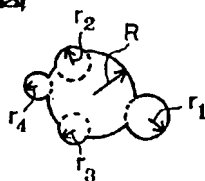
第3図



第2図



第4図



第5図

