(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 318 056**

(51) Int. Cl.:
A61K 8/34 (2006.01)
A61Q 11/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **02787146 .6**
(96) Fecha de presentación : **09.07.2002**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1406579**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **14.04.2004**

(54) Título: **Procedimiento de fabricación de pasta dentífrica que emplea un jarabe de sorbitol particular y jarabe de sorbitol.**

(30) Prioridad: **18.07.2001 FR 01 09609**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2009

(73) Titular/es: **Roquette Frères**
62136 Lestrem, FR

(72) Inventor/es: **Francois, Alain**

(74) Agente: **Buceta Facorro, Luis**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de fabricación de pasta dentífrica que emplea un jarabe de sorbitol particular y jarabe de sorbitol.

Sector de la técnica

La invención se refiere a un nuevo procedimiento de preparación de pasta dentífrica.

Más precisamente, la invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de pasta dentífrica que comprende un jarabe de sorbitol particular como principal humectante.

Estado de la técnica

Las pastas dentífricas son productos bien conocidos en el estado de la técnica. Comprenden generalmente un abrasivo y un gelificante en un medio líquido que consiste en un humectante y diversos componentes tales como aromas, colorantes, conservantes, detergentes, agentes antisarro, antibacterianos, etc... Estos productos se presentan en forma de pastas, geles o líquidos, opacos, translúcidos o transparentes, y se usan con fines cosméticos o terapéuticos.

El humectante consiste normalmente en un jarabe de poliol tal como sorbitol, glicerina, xilitol, manitol y sus mezclas. Se usa para evitar el endurecimiento de las pastas dentífricas durante el almacenamiento y puede garantizar igualmente un papel de edulcorante.

El sorbitol se usa ampliamente en esta aplicación en forma de jarabe no cristalizable, a aproximadamente el 70% en seco de riqueza en sorbitol, que se encuentra en el mercado al 70% de materia seca especialmente como el NEOSORB® 70/70 comercializado por el solicitante. De manera general, se usa en proporciones de aproximadamente el 20 al 70% en peso de la pasta dentífrica.

Se han descrito numerosas fórmulas que comprenden sorbitol al 70% de materia seca especialmente en los documentos US-A-5.252.313, WO-A-95/22958, WO-A-96/38123.

Uno de los puntos críticos en la preparación de una pasta dentífrica se refiere a la dispersión del agente gelificante en el humectante. El agente gelificante consiste generalmente en polisacáridos tales como celulosas o sus derivados, pectinas, gelatinas, agar-agar, gomas vegetales como alginatos, carragenanos, xantanos o incluso compuestos gelificantes inorgánicos tales como sílices espesantes o poliacrilatos. Aunque es hidrófilo, el agente gelificante tiene tendencia a formar grumos y a aglomerarse. Algunos fabricantes evitan el problema equipándose con mezcladoras de cizallamiento muy alto, pero este material es muy costoso. Se ha propuesto una solución a este problema en la solicitud de patente EP-A-1.004.354 de la que es titular el solicitante, que describe composiciones de polioles cuya materia seca, comprendida entre el 83 y el 90%, se ha seleccionado para garantizar una buena dispersión de los agentes gelificantes.

Los fabricantes de dentífrico están interesados en la dispersión fácil de los agentes gelificantes en estas composiciones y en la posibilidad de disponer de más agua libre para poder disolver los principios activos y los otros componentes de la pasta dentífrica. No obstante, se ven frenados por la necesidad de calentar el conjunto de los materiales de almacenamiento, de manipulación y de producción con el fin de evitar los riesgos de cristalización. Además, durante la preparación de dentífricos, la elevada viscosidad de tales composiciones, que resulta de la excelente dispersión del gelificante, puede resultar demasiado elevada para el equipo de agitación empleado.

Buscando mejorar las soluciones comprendidas en el estado de la técnica, el solicitante ha constatado entonces que dentro de un intervalo muy particular de materia seca, específicamente seleccionado, un jarabe de sorbitol ofrecía la posibilidad de mejorar sensiblemente la dispersión de los abrasivos en la pasta y disminuir ventajosamente el tiempo de producción de los dentífricos, sin presentar los inconvenientes de los jarabes de sorbitol relacionados con la técnica anterior. Se entiende por abrasivos en el sentido de la presente invención compuestos tales como por ejemplo las sílices o derivados de sílice, los fosfatos de calcio, el carbonato de calcio.

Objeto de la invención

La presente invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de pasta dentífrica que comprende un jarabe de sorbitol como principal humectante, al menos un abrasivo y al menos un agente gelificante, caracterizado porque dicho jarabe de sorbitol presenta una materia seca comprendida entre el 73 y el 80%, preferentemente entre el 74 y el 80%, una riqueza en D-sorbitol comprendida entre el 72 y el 92% en peso en seco, y un contenido en azúcares reductores inferior a 500 ppm.

El uso de un jarabe de este tipo para la preparación de pastas dentífricas es nuevo. Su empleo en un procedimiento según la invención permite, de manera sorprendente e inesperada, una dispersión de los agentes abrasivos claramente mejorada que conlleva un ahorro de tiempo de producción ventajoso, y conduce a productos estables y perfectamente homogéneos. Se han observado resultados muy buenos en cuanto al ahorro de tiempo de mezclado cuando se usan por

ejemplo sílices como agente abrasivo. Por tanto, según la invención, la pasta dentífrica comprende preferentemente como agente abrasivo un compuesto elegido del grupo constituido por las sílices o derivados de sílice, el carbonato de calcio, los fosfatos de calcio. De manera aún más preferente, dicho abrasivo es una sílice o un derivado de sílice.

Por otro lado, el empleo del jarabe de sorbitol según la invención permite, para una misma concentración final en sorbitol en la pasta dentífrica, disponer de una cantidad más importante de agua libre para disolver todos los componentes que se desean incluir en la pasta. Se obtiene como resultado una mejor homogeneidad. El contenido total en agua de una pasta dentífrica preparada según el procedimiento de la invención está comprendido generalmente entre el 15 y el 60% en peso, según la textura de pasta deseada al final.

En un procedimiento según la invención se usa un jarabe de sorbitol que responde a la farmacopea europea (edición 2001, 0437), es decir un jarabe que comprende del 72 al 92% en seco de D-sorbitol. Ventajosamente, el jarabe de sorbitol según la invención no es cristalizable.

En la presente invención, dicho jarabe de sorbitol presenta ventajosamente un contenido en azúcares reductores inferior o igual a 500 ppm, preferentemente inferior a 300 ppm, lo que permite usarlo especialmente en pastas dentífricas que contienen compuestos de pH básico tales como por ejemplo los que contienen bicarbonato de sodio, en los que dicho jarabe presenta una excelente estabilidad, es decir, una ausencia de coloración en el tiempo. Este contenido en azúcares reductores puede determinarse mediante cualquier técnica conocida por un experto en la técnica y de sensibilidad adaptada a contenidos relativamente bajos. Ventajosamente, se usará la prueba S tal como describe el solicitante en los documentos EP-B1-0.711.743 o EP-A1-1.095.925.

Para preparar el jarabe de sorbitol según la invención, puede prepararse un jarabe a partir de sorbitol en polvo llevándolo a la riqueza y a la materia seca deseadas, o concentrar directamente un jarabe de sorbitol comercial hasta la materia seca deseada. Esta concentración puede realizarse con ayuda de dispositivos convencionales de evaporación.

Podrán usarse ventajosamente los jarabes de sorbitol tales como los descritos en la patente EP-B1-0.711.743 u obtenidos según el procedimiento descrito en la solicitud de patente EP-A1-1.095.925 que se concentrarán hasta la materia seca deseada.

Según otro modo de realización de la invención, la pasta dentífrica puede comprender un agente humectante adicional tal como por ejemplo glicerina, xilitol, propilenglicol, polietilenglicol. Preferentemente, la pasta dentífrica comprende hasta el 20% en peso de dicho humectante adicional.

En lo que se refiere a la preparación de la pasta dentífrica, se usarán los equipos y las fórmulas conocidos por un experto en la técnica. Según un modo general de realización del procedimiento según la invención, se mezcla en primer lugar el humectante con el agente gelificante. Este agente gelificante es generalmente una celulosa o un derivado de celulosa tal como por ejemplo una carboximetilcelulosa. A continuación se añaden tras la homogeneización los diversos componentes tales como aromas, edulcorantes, colorantes, sales de flúor, agentes antisarro, antibacterianos, agentes de blanqueamiento, detergentes y conservantes.

La invención tiene además por objeto un jarabe de sorbitol caracterizado porque presenta una riqueza en D-sorbitol comprendida entre el 72 y el 92%, una materia seca comprendida entre el 73 y el 80%, preferiblemente entre el 74 y el 80% y un contenido en azúcares reductores inferior a 500 ppm, preferiblemente inferior a 300 ppm. De manera preferente, dicho jarabe presenta un contenido en azúcares totales tras la hidrólisis total según el método de Bertrand comprendido entre el 3,5 y el 98%, preferentemente entre el 6 y el 92% y aún más preferentemente entre el 8 y el 90%. Puede comprender además del 0,01 al 95% de mono y/o de disacáridos hidrogenados, estando constituido el complemento hasta el 100% por oligo y polisacáridos. De manera aún más preferente, dicho jarabe no es cristalizable.

El solicitante ha constatado de hecho que estos jarabes, particularmente adaptados para una buena dispersión de los abrasivos y otros componentes en una pasta dentífrica, podían concentrarse ventajosamente a la materia seca seleccionada sin generar coloración, olores o sabores indeseables en la aplicación prevista. Únicamente la selección particular de tales jarabes conduce a productos estables, incoloros y exentos de sabores y olores desagradables, mientras que la concentración de jarabes de sorbitol clásicos es una operación delicada de realizar debido a que deben tomarse precauciones especialmente en cuanto a la temperatura.

La invención se entenderá mejor tras la lectura de los ejemplos siguientes, los cuales no son limitativos y únicamente establecen modos de realización ventajosos del procedimiento según la invención.

Descripción detallada de la invención

Ejemplo 1

Preparación de pastas dentífricas según la invención y comparación con la técnica anterior

A modo de humectante, se preparan diferentes jarabes de sorbitol que presentan materias secas (MS) del 70% y del 86,8% (técnica anterior) y el 74%, el 78% (invención) mediante concentración de un jarabe de sorbitol (NEOSORB®

70/70). Con ayuda de estos jarabes se preparan diferentes pastas dentífricas que contienen todas el mismo contenido en sorbitol.

La fórmula para cada dentífrico es la siguiente (porcentajes expresados en peso):

Sílice (TIXOSIL 73): 14%

Sílice (TIXOSIL 43): 9%

Detergente (SIPON LCSV95, 30% de MS): 4,16%

Aroma de menta Silesia: 0,80%

Monofluorofosfato de sodio: 0,76%

Carboximetilcelulosa (BLANOSE 7MXF): 0,7%

Colorante verde (0,5% de MS): 0,5%

Sacarinato de sodio: 0,2%

Conservante (metilparabeno): 0,18%

Conservante (propilparabeno): 0,02%

Pasta 1: NEOSORB 70/70 al 70% de MS: 64%

Agua: 5,68%

Pasta 2: NEOSORB al 74% de MS: 60,54%

Agua: 9,14%

Pasta 3: NEOSORB al 78% de MS: 57,44%

Agua: 12,24%

Pasta 4: NEOSORB al 86,8% de MS: 51,61%

Agua: 18,07%

Modo operatorio

En un vaso de precipitados, se disuelven los parabenos en agua a 92ºC (disolución S).

En un recipiente de acero inoxidable, se mezclan el jarabe de sorbitol y la carboximetilcelulosa durante 1 minuto.

Se añade la disolución S, se mezcla durante 2 min.

Se homogeneiza durante 3 min.

Se transvasa a un homogeneizador GUEDU (tipo 4.5N0) a 20ºC.

Se añade el sacarinato, el monofluorofosfato, el colorante y el aroma, se mezcla durante 1 min. 30 s a vacío.

Se añade la mitad de las sílices, se mezcla durante 3 min. a vacío.

Se añade la segunda mitad de las sílices, se mezcla durante 3 min. a vacío.

Se mezcla durante un tiempo T hasta la homogeneización.

Se añade el SIPON, se mezcla durante 1 min. 30 s a vacío.

Se miden para cada pasta preparada el tiempo total de fabricación, el tiempo T necesario para la dispersión de las sílices, la viscosidad tras la fabricación y la viscosidad tras 24 horas (aparato HELIPATH, viscosidad en centipoises).

Los resultados se recogen en la siguiente tabla.

	PASTA 1	PASTA 2	PASTA 3	PASTA 4
Tiempo total	30 min. 30 s	28 min. 30 s	21 min. 30 s	-
Tiempo T de mezclado de las sílices	21 min. 30 s	19 min. 30 s	12 min. 30 s	**
Viscosidad a To (cps)	360000	360000	460000	
Viscosidad a las 24 h (cps)	440000	460000	520000	
** en este caso la incorporación de la segunda mitad de las sílices es incompleta ya que la viscosidad de la mezcla es demasiado elevada para la mezcladora usada.				

Observaciones: los jarabes de sorbitol según la invención reducen considerablemente el tiempo necesario para una dispersión perfectamente homogénea de las sílices. Se constata a partir de las fórmulas según la invención que se aumenta la cantidad de agua disponible (hasta el 12% de agua) lo que mejora la dispersión y/o la solubilización de los otros componentes. Las viscosidades son mejores, lo que conlleva una textura de pasta mejorada y un tiempo de mezclado de las sílices menos largo.

En el caso de la pasta 4, preparada con un jarabe de sorbitol al 86,8% de materia seca, la dispersión de las sílices es insuficiente.

El empleo de jarabes de sorbitol según la invención para la preparación de pastas dentífricas es por tanto técnica y económicamente muy ventajoso (ahorro de tiempo importante, calidad de las pastas mejorada). Tales jarabes son además muy ventajosos en cuanto al ahorro de coste de transporte, disminución de los volúmenes que deben almacenarse, facilidad de puesta en práctica.

Ejemplo 2

Formulación de pastas dentífricas con carbonato de calcio

Se preparan pastas dentífricas según el ejemplo 1 sustituyendo las sílices abrasivas por carbonato de calcio.

Se preparan jarabes de sorbitol (NEOSORB®70/70) al 70, al 75 y al 80% de materia seca (pastas 1, 2 y 3). Los contenidos en sorbitol de cada pasta son idénticos.

La fórmula es la siguiente:

Carbonato de calcio (SOCAL 90A): 45%

Sipon LCSV95 (30% de MS): 5,66%

Blanose 7MXF: 1,2%

Aroma de menta de Silesia: 1%

Monofluorofosfato de sodio: 0,8%

Sacarinato de sodio: 0,2%

Metilparabeno: 0,18%

Propilparabeno: 0,02%

Pasta 1: NEOSORB 70/70 al 70% de MS: 35,7%

Agua: 10,29%

Pasta 2: NEOSORB al 75% de MS: 33,32%

Agua: 12,67%

Pasta 3: NEOSORB al 80% de MS: 31,24%

Agua: 14,75%

Modo operatorio

En un vaso de precipitados, se disuelven los parabenos en agua a 72ºC: disolución S

En un recipiente de acero inoxidable, se mezclan el jarabe de sorbitol y la carboximetilcelulosa durante 1 minuto.

Se añade la disolución S, se mezcla durante 2 min.

Se homogeneiza durante 3 min.

Se transvasa a la mezcladora GUEDU a 20ºC.

Se añade el sacarinato, el monofluorofosfato y el aroma, se mezcla durante 1 min. 30 s a vacío.

Se añade el carbonato, se mezcla durante 3 min. a vacío.

Se añade el Sipon, se mezcla durante 1 min. 30 s a vacío.

Se miden para cada pasta preparada el tiempo total de fabricación, el tiempo T necesario para la dispersión del carbonato.

Los resultados se recogen en la tabla siguiente.

	PASTA 1	PASTA 2	PASTA 3
Tiempo total de fabricación	15 min.	13 min. 30 s	12 min.
Tiempo T de mezclado del carbonato	6 min.	4 min. 30 s	3 min.

Estos resultados demuestran que los tiempos de mezclado del abrasivo se mejoran claramente cuando se emplean los jarabes de sorbitol según la invención.

El tiempo total de fabricación de las pastas dentífricas se acorta ventajosamente.

Ejemplo 3

Formulación de pastas dentífricas con bicarbonato de sodio

A modo de humectante, se preparan diferentes jarabes de sorbitol que presentan materias secas (MS) del 70% (técnica anterior) y del 74%, del 78% (invención) mediante concentración de un jarabe de sorbitol no cristalizable que presenta un contenido en azúcares reductores inferior a 500 ppm, un contenido en azúcares totales del 7% tras la hidrólisis total según el método de Bertrand, y que comprenden el 88% de mono y/o de disacáridos hidrogenados, estando constituido el complemento hasta el 100% por oligo y polisacáridos (NEOSORB® 70/70 SB).

Con ayuda de estos jarabes se preparan diferentes pastas dentífricas con bicarbonato de sodio que contienen todas el mismo contenido en sorbitol seco (31,5%).

La fórmula para cada dentífrico es la siguiente (porcentajes expresados en peso):

NEOSORB®70/70SB: 45,00%

Agua: 16,94%

Bicarbonato de sodio: 10,00%

Sílice espesante Tixosil 43: 10,00%

Sílice abrasiva Tixosil 73: 9,00%

Laurilsulfato de sodio Sipon LCSV95(30% de MS): 5,66%

Aroma de menta: 1,00%

Monofluorofosfato de sodio: 0,8%

Carboximetilcelulosa sódica Blanose 7MXF: 0,7%

Dióxido de titanio: 0,7%

Sacarinato de sodio: 0,2%

El modo operatorio para cada pasta difiere únicamente por la aplicación de un tiempo de mezclado suplementario o no. Este tiempo de mezclado suplementario tiene por objeto la eventual eliminación de granos residuales en la pasta.

Modo operatorio

- en un vaso de precipitados, se disuelve el monofluorofosfato y el sacarinato en el agua para obtener una disolución S;

- en el recipiente de acero inoxidable, se mezclan el NEOSORB® y la CMC durante 1 min. (motor + turbina);

- se añaden la disolución S y el óxido de titanio, se mezcla durante 2 min.;

- se homogeneiza durante 3 min.;

- se transvasa a una mezcladora GUEDU;

- se añade el aroma y se mezcla a vacío durante 1 min. 30 s;

- se añade la sílice espesante y se mezcla a vacío durante 3 min.;

- se añade la sílice abrasiva y se mezcla a vacío durante 3 min.;

- se añade el bicarbonato y se mezcla a vacío durante 3 min.;

- se mezcla durante T min. suplementarios (según el jarabe de sorbitol empleado);

- se añade el Sipon y se mezcla a vacío durante 1 min. 30 s.

Se miden para cada pasta preparada el tiempo total de fabricación, el tiempo T suplementario necesario para la dispersión de las sílices, la viscosidad tras la fabricación y la viscosidad tras el enfriamiento (aparato HELIPATH, viscosidad en centipoises).

Los resultados se recogen en la tabla siguiente:

Materia seca del jarabe de sorbitol (%)	70	74	78
Tiempo de mezclado suplementario (min.)	**9**	**6**	**3**
Tiempo de mezclado total (min.)	27	24	21
Viscosidad de pasta tras la fabricación (cP)	230000	310000	230000
Viscosidad de pasta tras el enfriamiento (cP)	380000	500000	580000

Comentarios: estos resultados demuestran, tal como en los ejemplos anteriores, que los jarabes de sorbitol según la invención permiten ventajosamente un tiempo de mezclado tanto más corto cuanto más elevada es su materia seca, y permiten una mejor dispersión de las sílices, así como una perfecta hidratación de la carboximetilcelulosa, lo que se traduce en una viscosidad de pasta más elevada tras la fabricación.

Referencias citadas en la memoria

Esta lista de referencias citadas por el solicitante se dirige únicamente a ayudar al lector y no forma parte del documento de patente europea. Incluso si se ha procurado el mayor cuidado en su concepción, no se pueden excluir errores u omisiones y el OEB declina toda responsabilidad a este respecto.

Documentos de patente mencionados en la memoria

- US 5252313 A (0006)
- WO 9522958 A (0006)
- WO 9638123 A (0006)
- EP 1004354 A (0007)
- EP 0711743 B1 (0014)(0016)
- EP 1095925 Al (0014)(0016)

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de pasta dentífrica que comprende un jarabe de sorbitol como principal humectante, al menos un abrasivo y al menos un agente gelificante, **caracterizado** porque se emplea a modo de humectante, un jarabe de sorbitol que presenta una riqueza en D-sorbitol comprendida entre el 72 y el 92% en peso en seco, una materia seca comprendida entre el 73 y el 80% y un contenido en azúcares reductores inferior a 500 ppm, preferentemente inferior a 300 ppm.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque dicho jarabe presenta una materia seca comprendida entre el 74 y el 80%.

3. Procedimiento según una u otra de las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado** porque dicho jarabe de sorbitol no es cristalizable.

4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque dicho jarabe de sorbitol presenta un contenido en azúcares reductores inferior o igual a 300 ppm.

5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque dicho abrasivo se selecciona del grupo constituido por las sílices, derivados de sílice, carbonato de calcio o fosfatos de calcio.

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque dicho abrasivo es una sílice o un derivado de sílice.

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque dicha pasta dentífrica comprende hasta el 20% en peso de un humectante adicional.

8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque dicho humectante adicional es glicerina.

9. Jarabe de sorbitol **caracterizado** porque presenta una riqueza en D-sorbitol comprendida entre el 72 y el 92% en peso en seco, una materia seca comprendida entre el 73 y el 80% y un contenido en azúcares reductores inferior a 500 ppm, preferiblemente inferior a 300 ppm.

10. Jarabe de sorbitol según la reivindicación 9, **caracterizado** porque dicho jarabe presenta una materia seca comprendida entre el 74 y el 80%.

11. Jarabe de sorbitol según una u otra de las reivindicaciones 9 y 10, **caracterizado** porque no es cristalizable.