

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 380 187**

51 Int. Cl.:
A61Q 11/00 (2006.01)
A61K 8/25 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **02780598 .5**
96 Fecha de presentación: **08.11.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1465837**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.10.2004**

54 Título: **Sílices precipitadas adecuadas para dentífricos transparentes**

30 Prioridad:
10.12.2001 US 16550

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
09.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
09.05.2012

73 Titular/es:
J.M. Huber Corporation
3100 Cumberland Boulevard Suite 600
Atlanta, GA 30339, US

72 Inventor/es:
KARPE, Rajeev;
NADKAMI, Sunil S.;
RAMAKRISHNAN, Ramanathan y
KOSTINKO, John, A.

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

ES 2 380 187 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Sílices precipitadas adecuadas para dentífricos transparentes

Técnica anterior

5 Las sílices precipitadas encuentran uso en una amplia gama de productos fabricados, que varían desde cosméticos y productos alimentarios hasta revestimientos industriales y materiales elastoméricos, tales como neumáticos. Las sílices son particularmente útiles en productos dentífricos (tales como pastas de dientes), donde funcionan como cargas, abrasivos, y espesantes. Debido a esta versatilidad funcional, y también debido a que las sílices tienen una compatibilidad relativamente alta con ingredientes activos como fluoruro, en comparación con otros abrasivos de dentífrico (en particular alúmina y carbonato de calcio), hay un fuerte deseo entre los formuladores de pasta de
10 dientes y dentífricos de incluirlas en sus productos.

Sin embargo, puede ser difícil incorporar sílices abrasivas en productos dentífricos transparentes, que se han hecho cada vez más populares en los últimos años debido a su mayor atractivo para algunos consumidores, y debido a que permiten a los fabricantes conferir una mayor distintividad a su producto. Esta dificultad de formulación surge porque para producir una pasta de dientes transparente que contiene sílice, es necesario asegurar que el índice de refracción de la sílice coincide en gran medida con el índice de refracción de la matriz de la pasta de dientes, que la sílice tiene un alto grado de transmitancia de luz, y que la sílice tiene una abrasividad suficiente para proporcionar la
15 limpieza de las superficies de los dientes, cuando se incorpora en un dentífrico.

El requisito de que el índice de refracción de la sílice coincida con el índice de refracción de la pasta de dientes generalmente significa que la concentración de agua en la pasta de dientes debe mantenerse a niveles
20 relativamente bajos. El agua generalmente tiene un índice de refracción mucho menor que la sílice (las sílices disponibles en el mercado tienen un índice de refracción de 1,438 a 1,451, mientras que el agua tiene un índice de refracción de 1,332) y, por lo tanto, a medida que la concentración de agua en la pasta de dientes aumenta, el índice de refracción de la pasta de dientes disminuye. Por consiguiente, para que el índice de refracción de la sílice coincida con el índice de refracción de la pasta de dientes, la concentración de agua en la pasta de dientes debe
25 minimizarse. Esto es indeseable porque el agua generalmente es el componente más barato de una pasta de dientes, y las reducciones en la concentración de agua normalmente están compensadas por un aumento en la concentración de humectante (que es bastante caro). Por lo tanto, reducir la concentración de agua provocará un aumento correspondiente en el coste unitario de la pasta de dientes.

Por lo tanto, un formulador de pasta de dientes que se esfuerce en producir una pasta de dientes en gel
30 transparente debe equilibrar diversos factores. La sílice es un ingrediente indispensable para producir una pasta de dientes que sea eficaz para limpiar los dientes, pero añadir sílice puede reducir la transparencia global del producto de pasta de dientes, debido a su bajo grado de transmitancia y su alto índice de refracción. Por tanto, mientras que añadir sílice proporciona beneficios de limpieza, el alto índice de refracción de la sílice requiere una reducción en la concentración de agua y un aumento concomitante en la concentración de humectante, dando como resultado un
35 aumento significativo en el coste del producto. Dado lo anterior, hay una necesidad continua de una composición de sílice que no solo proporcione un excelente rendimiento abrasivo, sino que también tenga un grado de transmitancia relativamente alto, y un índice de refracción que sea suficientemente bajo, de manera que la sílice pueda incluirse en una composición de pasta de dientes transparente, que tenga una concentración de agua relativamente alta.

40 El documento US-A-5 354 550 describe una composición de dentífrico transparente que comprende Zeodent 113 como un abrasivo, sílice precipitada.

La invención incluye un dentífrico transparente que comprende una sílice que tiene un índice de refracción de menos de 1,4387, una transmitancia de luz mayor que 48%; y un valor de abrasión de latón Einlehner mayor que 5 mg de pérdida/100.000 rev.

45 La invención también incluye un dentífrico que comprende una premezcla que no contiene sílice, teniendo la premezcla un índice de refracción de menos de 1,442. El dentífrico también comprende de 0,01% en peso a 10% en peso de la sílice abrasiva de la reivindicación 1, y tiene una RDA mayor que 50.

La invención también incluye un método para preparar un dentífrico que comprende las etapas de preparar una premezcla, que no contiene sílice, y tiene un índice de refracción de menos de 1,442, y mezclar la sílice abrasiva de la reivindicación 1 con la premezcla, para formar un dentífrico que tiene una RDA mayor que 50.

50 El resumen anterior, así como la siguiente descripción detallada de las realizaciones preferidas de la invención, se entenderán mejor cuando se lean junto con el dibujo adjunto. Debe entenderse, sin embargo, que la invención no se limita a las relaciones físicas precisas mostradas en los dibujos.

La Fig. 1 es una curva que representa la relación entre el grado de transmitancia de luz ("% de Transmitancia") frente al índice de refracción para sílice precipitada, preparada de acuerdo con la presente invención.

Todas las partes, porcentajes y proporciones usados en la presente memoria se expresan en peso, a menos que se especifique otra cosa. Lo siguiente describe realizaciones preferidas de la presente invención, que proporcionan sílice para su uso en dentífricos, tales como pastas de dientes. Aunque el uso óptimo de esta sílice es en dentífricos, esta sílice puede usarse también en una diversidad de otros productos de consumo.

5 Por "mezcla" se entiende cualquier combinación de dos o más sustancias, por ejemplo en forma de, sin que ello pretenda ser limitante, una mezcla heterogénea, una suspensión, una disolución, un sol, un gel, una dispersión, o una emulsión.

Por "transparente", se entiende que transmite la luz de manera que las imágenes pueden verse como si no hubiera un material interpuesto.

10 Por "dentífricos" se entiende productos para el cuidado bucal tales como, sin que ello pretenda ser limitante, pastas de dientes, polvos dentales y cremas para dentadura postiza.

Por "sílice de baja estructura" se entiende que el material de sílice tiene una absorción de aceite de entre aproximadamente 70 ml/100 g y 90 ml/100 g.

15 La presente invención se refiere a composiciones de sílice precipitada, de baja estructura, amorfa, conocida también como dióxido de silicio, o SiO₂, que confiere características mejoradas de limpieza y abrasividad cuando se incluye en una pasta de dientes o dentífrico. Estas sílices abrasivas no solo limpian los dientes, retirando residuos y manchas residuales, sino que funcionan también para pulir la superficie de los dientes. Debido a que tienen un menor índice de refracción que las sílices amorfas más comparables disponibles en el mercado, y también debido a su alto grado de transmitancia de luz, las sílices de la presente invención son particularmente útiles para formular
20 una pasta de dientes transparente, de bajo coste, que tiene una concentración de agua relativamente alta.

Debería añadirse una cantidad suficiente de sílice abrasiva a una composición de pasta de dientes, de manera que el valor de abrasión de la dentina radiactiva ("RDA") de la pasta de dientes esté entre 50 y 200. A una RDA de menos de 50, los beneficios de limpieza de la pasta de dientes serán mínimos, mientras que a una RDA mayor que 200, hay riesgo grave de que la pasta de dientes sea tan abrasiva que puede dañar la dentina de los dientes a lo largo de la línea de las encías. Los productos de pasta de dientes más comerciales tienen hoy una RDA en el
25 intervalo de 50 a 150, estando la media exactamente en la mitad, aproximadamente 100. Preferiblemente, el dentífrico debería tener un valor de RDA de al menos 50, tal como entre 70 y 120, tal como entre 90 y 110.

La RDA de una pasta de dientes depende tanto de la dureza (abrasividad) del abrasivo como de la concentración del abrasivo en la pasta de dientes. La RDA se mide por el método descrito en el artículo "A Laboratory Method for Assessment of Dentifrice Abrasivity", John J. Hefferren, en Journal of Dental Research. Vol. 55, no. 4 (1976), pág. 563-573. La abrasividad de la sílice puede medirse por un método Einlehner, que se describe con mayor quetalle a continuación. Se ha determinado una correlación entre los valores de Einlehner de la sílice, el nivel de carga de la sílice en la pasta de dientes y los valores de RDA a partir de datos históricos, y se resume en la ecuación (I) a continuación:

35
$$RDA = (0,099003 \times E) + (0,773864 \times L) + (0,994414 \times E \times L) +$$

(I)

$$(-0,002875 E^2) + (-0,094783 \times L^2) + (3,417937)$$

donde E es la pérdida de latón Einlehner en mg para una suspensión de sílice acuosa al 10%

L es el % en peso de carga de sílice en la pasta de dientes

40 Por ejemplo, si una pasta de dientes contiene 20% en peso de una sílice que tiene un valor de abrasión de Einlehner (una medida de la dureza, descrita con mayor quetalle a continuación) de aproximadamente 6,0, entonces la pasta de dientes tendrá una RDA de aproximadamente 100. Una pasta de dientes que tiene el mismo valor de RDA de aproximadamente 100 podría obtenerse a un nivel de concentración de sílice de aproximadamente 6,5% en peso con una sílice más abrasiva, tal como una sílice que tiene un valor de abrasión de Einlehner de 15. Incluso, esta
45 misma sílice que tiene un valor de abrasión de Einlehner a un nivel de concentración de 15 a 20% en peso, produciría una pasta de dientes que tiene una RDA de aproximadamente 280.

Debido a que estas dos sílices que tienen valores abrasivos diferentes tienen un coste proporcionado, es más rentable usar las sílices más abrasivas a menores concentraciones. Desafortunadamente, aunque las sílices poco abrasivas (por ejemplo, las sílices que tienen valores de Einlehner de aproximadamente 4,0) generalmente tienen
50 buenas propiedades de transparencia (viz., alto índice de refracción y un alto grado de transmitancia de luz), las sílices más abrasivas generalmente han sido malos candidatos para su inclusión en un dentífrico transparente.

5 Sin embargo, mediante la presente invención, las sílices abrasivas amorfas que se han desarrollado no solo tienen un excelente rendimiento de abrasión, sino que también son adecuadas para su inclusión en una pasta de dientes transparente. Controlando las rpm del agitador, el tiempo de digestión, la velocidad de adición, el pH del lote (final), y el pH de la suspensión, puede producirse un abrasivo de sílice que tenga un índice de refracción relativamente bajo, un alto grado de transmitancia de luz, y que sea suficientemente abrasivo.

10 Las composiciones de sílice de la presente invención se preparan de acuerdo con el siguiente proceso. En este proceso, una disolución acuosa de un silicato alcalino, tal como silicato sódico, se carga en un reactor, tal como un reactor equipado con medios de mezcla adecuados para asegurar una mezcla homogénea, y la disolución acuosa de un silicato alcalino en el reactor se precalienta a una temperatura de entre aproximadamente 65°C y aproximadamente 100°C. Preferiblemente, la disolución acuosa de silicato alcalino tiene una concentración de silicato alcalino de aproximadamente 8,0 a 35% en peso, tal como de aproximadamente 8,0 a aproximadamente 15% en peso. Preferiblemente, el silicato alcalino es un silicato sódico con una proporción SiO₂:Na₂O de aproximadamente 1 a aproximadamente 3,5, tal como de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 3,4.

15 Al reactor se le añade después, simultáneamente: (1) una disolución acuosa de un agente acidulante o ácido, tal como ácido sulfúrico, y (2) cantidades adicionales de una disolución acuosa que contiene la misma especie de silicato alcalino que en el reactor, precalentándose la disolución acuosa a una temperatura de aproximadamente 65°C a aproximadamente 85°C. La disolución acuosa de agente acidulante preferiblemente tiene una concentración de agente acidulante de aproximadamente 6 a 35% en peso, tal como aproximadamente 9,0 a aproximadamente 15% en peso. La adición simultánea continúa hasta que el pH del lote en el reactor cae a entre aproximadamente 5,4 a aproximadamente 6,4.

20 Después de que el flujo de entrada del agente acidulante y el silicato alcalino se hayan detenido, el lote en el reactor se calienta a una temperatura de entre aproximadamente 85°C y 100°C, y se deja que el lote en el reactor envejezca o "se digiera" entre 5 minutos a 60 minutos, manteniendo el lote en el reactor a un pH constante. Después de completarse la digestión, el lote de reacción se filtra y se lava con agua, para retirar el exceso de sales inorgánicas, hasta que el agua de lavado de la torta de filtrado de la sílice obtiene una conductividad de menos de aproximadamente 2000 µmhos. Debido a que la conductividad del filtrado de sílice es proporcional a la concentración de sub-producto de sal inorgánica en la torta de filtrado, entonces manteniendo la conductividad del filtrado a menos de 2000 µmhos, puede obtenerse la baja concentración deseada de sales inorgánicas, tales como Na₂SO₄, en la torta de filtrado.

25 La torta de filtrado de la sílice se suspende en agua, y después se seca por cualquier técnica de secado convencional, tal como secado por pulverización, para producir una sílice precipitada que contiene de aproximadamente 3% en peso a aproximadamente 50% en peso de humedad. La sílice precipitada puede molerse después para obtener el tamaño de partícula deseado de entre aproximadamente 5 µm a 25 µm, tal como de aproximadamente 5 µm a aproximadamente 15 µm.

30 Esta sílice precipitada amorfa, abrasiva, puede incorporarse después en una composición de dentífrico, por ejemplo, una pasta de dientes.

Además del componente abrasivo, el dentífrico puede contener también otros varios ingredientes, tales como humectantes, agentes espesantes, (conocidos en ocasiones también como aglutinantes, gomas, o agentes estabilizadores), agentes antibacterianos, fluoruros, edulcorantes, y co-tensioactivos.

35 Los humectantes sirven para dar cuerpo o "textura en la boca" a un dentífrico, así como para evitar que el dentífrico se seque. Los humectantes adecuados incluyen polietilenglicol (a una diversidad de pesos moleculares diferentes), propilenglicol, glicerina (glicerol), eritritol, xilitol, sorbitol, manitol, lactitol, e hidrolizados de almidón hidrogenados, así como mezclas de estos compuestos.

40 Los agentes espesantes son útiles en las composiciones de dentífrico de la presente invención para proporcionar una estructura gelatinosa que estabilice la pasta de dientes frente a la separación de fases. Los agentes espesantes adecuados incluyen espesante de sílice, almidón, glicerito de almidón, goma karaya (goma esterculia), goma de tragacanto, goma arábica, goma ghatti, goma acacia, goma de xantano, goma guar, veegum, carragenina, alginato sódico, agar-agar, pectina, gelatina, celulosa, goma de celulosa, carboximetil celulosa, hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, hidroximetilo, hidroximetil carboxipropil celulosa, metil celulosa, etil celulosa, celulosa sulfatada, así como mezclas de estos compuestos. Los niveles típicos de aglutinantes son de aproximadamente 0% en peso a aproximadamente 15% en peso de una composición de pasta de dientes.

45 Los agentes antibacterianos pueden incluirse para reducir la presencia de microorganismos por debajo de niveles que se sabe que son dañinos. Los agentes antibacterianos adecuados incluyen ácido benzoico, benzoato sódico, benzoato potásico, ácido bórico, compuestos fenólicos, tales como betanaftol, clorotimol, timol, anetol, eucaliptol, carvacrol, mentol, fenol, amilfenol, hexilfenol, heptilfenol, octilfenol, hexilresorcinol, cloruro de laurilpiridinio, cloruro de miristilpiridinio, fluoruro de cetilpiridinio, cloruro de cetilpiridinio, bromuro de cetilpiridinio. Si está presente, el nivel

de agente antibacteriano es preferiblemente de aproximadamente 0,1% en peso a aproximadamente 5% en peso de la composición de pasta de dientes.

5 Pueden añadirse edulcorantes a la composición de pasta de dientes para conferir un sabor agradable al producto. Los edulcorantes adecuados incluyen sacarina (tal como sacarina de sodio, potasio o calcio), ciclamato (en forma de una sal de sodio, potasio o calcio), acesulfamo-K, taumatina, neohisiperidina dihidrochalcona, glicirricina amoniacal, dextrosa, levulosa, sacarosa, manosa, y glucosa.

10 La pasta de dientes contendrá también, preferiblemente, sales fluoruro para prevenir el desarrollo y progreso de la caries dental. Las sales fluoruro adecuadas incluyen fluoruro sódico, fluoruro potásico, fluoruro de calcio, fluoruro de cinc, fluoruro estannoso, fluoruro de cinc y amonio, monofluorofosfato sódico, monofluorofosfato potásico, fluorhidrato de laurilamina, fluorhidrato de dietilaminoetiloctilamida, fluoruro de didecildimetilamonio, fluoruro de cetilpiridinio, fluoruro de dilaurilmorfolinio, fluoruro estannoso de sarcosina, fluoruro potásico de glicina, fluorhidrato de glicina, y monofluorofosfato sódico. Los niveles típicos de sales fluoruro son de aproximadamente 0,1% en peso a aproximadamente 5% en peso.

15 Los tensioactivos pueden incluirse también como agentes de limpieza y formación de espuma adicionales, y pueden seleccionarse entre tensioactivos aniónicos, tensioactivos zwitteriónicos, tensioactivos no iónicos, tensioactivos anfóteros, y tensioactivos catiónicos. Los tensioactivos aniónicos son los preferidos, tales como sales de sulfato metálico, tales como lauril sulfato sódico.

20 Los dentífricos descritos en la presente memoria pueden contener también una diversidad de ingredientes adicionales, tales como agentes desensibilizantes, agentes curativos, otros agentes de prevención de la caries, agentes quelantes/secuestrantes, vitaminas, aminoácidos, proteínas, otros agentes anti-placa/anti-cálculo, opacificantes, antibióticos, anti-enzimas, enzimas, agentes de control de pH, agentes oxidantes, antioxidantes, agentes blanqueadores y conservantes.

25 Finalmente, el agua supone el resto de la composición, además de los aditivos mencionados. El agua es preferiblemente desionizada y libre de impurezas. El dentífrico comprenderá de 13% en peso a 20% en peso de agua.

La invención se describirá ahora con más detalle con respecto a los siguientes ejemplos específicos, no limitantes.

Ejemplos 1-4

30 En los Ejemplos 1-4, las sílices adecuadas para su uso en dentífricos, así como otros productos, se prepararon de acuerdo con la presente invención. En primer lugar, 900 kg de una disolución acuosa que contenía 14,36% en peso de silicato sódico (que tenía una proporción molar 3,3 de $\text{SiO}_2\text{Na}_2\text{O}$) se cargó en un reactor, se calentó a 82 °C, y se mantuvo a esa misma temperatura durante la etapa de digestión, mientras el reactor se agitaba a 83 rpm. Se añadieron después simultáneamente una disolución acuosa de ácido sulfúrico (a una concentración de 12,06% en peso) y una disolución acuosa de silicato sódico (a una concentración de 14,36% en peso, teniendo el silicato sódico una proporción molar de 3,3, disolución calentada a 75 °C), a velocidades de 113 litros/minuto y 377 litros/minuto, respectivamente. La adición de silicato se detuvo después de 47 minutos y la adición de ácido continuó hasta que el pH del lote en el reactor cayó a 5,8-6,0. La temperatura del lote se mantuvo entonces a 93 °C durante 10 minutos, al mismo pH. El lote de sílice se filtró y lavó después para formar una torta de filtrado que tenía una conductividad de no más de aproximadamente 2000 μmhos . La torta de filtrado se suspendió después con agua, de manera que el contenido de sólidos era del 32,4% y el pH se ajustó a 7,20. La torta de filtrado se secó entonces por pulverización a una temperatura de entrada del secador por pulverización de 650°C y una temperatura de salida de 78°C, y el producto secado por pulverización se molió a entre 8-10 μm .

45 En los Ejemplos 2-3 se prepararon sílices, adecuadas para su uso en dentífricos así como en otros productos, de acuerdo con la presente invención. En primer lugar, se cargaron 27 l de una disolución acuosa que contenía 14,5% en peso de silicato sódico (que tenía una proporción molar 3,3) en un reactor de 1,5 m³ (400 galones), equipado con un impulsor de turbina A-200 de cuatro paletas separadas (45 grados), se calentó a 82°C, y se mantuvo a esta temperatura hasta la etapa de digestión. Los contenidos del reactor se agitaron a las velocidades indicadas en la Tabla I, a continuación. Se añaden después simultáneamente una disolución acuosa que comprendía 12,4% en peso de ácido sulfúrico, y una disolución acuosa que comprendía 14,5% en peso silicato sódico (que tenía una proporción molar 3,3 y calentada a 75 °C) a las velocidades dadas en la Tabla I, a continuación. La adición de silicato se detuvo después de 47 minutos y la adición de ácido continuó a la misma velocidad hasta que el pH del lote cayó a 7,5. La velocidad de adición de ácido se reduce después a 1,0 a 1,5 litros/minuto, hasta que el pH del lote se aproxima al pH final. El pH final del lote se ajusta manualmente a una diana. El lote entra entonces en la etapa de digestión, donde la temperatura se aumenta a 93°C, mientras que el pH del lote se mantiene al pH final a lo largo de la etapa de digestión. La temporización de la etapa de digestión en cada ejemplo se da en la Tabla I a continuación.

Después de la digestión, el lote de sílice se filtra en un filtro-prensa y se lava hasta que el filtrado tuvo una conductividad de no más de 2000 μ mhos. La torta de filtrado se suspende entonces con agua y se mezcla durante 5 minutos con un agitador Cowles para formar una suspensión de torta, que tiene el contenido de sólidos mostrado en la Tabla I, a continuación. El pH de la suspensión de torta puede ajustarse después adicionalmente mediante la adición opcional de sosa cáustica para llegar al pH indicado en la columna de "pH de la Suspensión" en la Tabla I, a continuación. La suspensión de torta se seca por pulverización después (a la temperatura de entrada y salida mostrada en la Tabla I, a continuación) y se muele para formar una composición de sílice en forma de partículas que tiene un tamaño de partícula medio de aproximadamente 8,7 μ m a aproximadamente 9,7 μ m.

Ejemplos 1-2 Comparativos

Los Ejemplos 1-2 Comparativos se prepararon usando el mismo método como se ha descrito anteriormente con respecto a los ejemplos 2-3, pero de acuerdo con los parámetros de procesamiento expuestos en la Tabla I, a continuación.

Tabla I

	Agitador rpm	Velocidad Silicato LPM	Velocidad Ácido LPM	Tiempo Digestión, min	pH Final del Lote	% Sólidos de la Suspensión	pH de la Suspensión	Temp. Entrada °C	Temp. Salida °C
Ejemplo 2	50	12,6	3,8	10	5,8-6,0	33,1	6,6	440	76
Ejemplo 3	50	12,6	3,8	10	5,8-6,0	36,8	6,97	390	88
Ejemplo 1 Comparativo	50	12,6	3,8	10	6,5-6,7	20,8	8,8	420	76
Ejemplo 2 Comparativo	50	12,6	3,8	40	5,8-6,0	22,7	7,1	440	76

Después de prepararla como se ha expuesto anteriormente, se midieron entonces varias propiedades de la sílice en forma de partículas, incluyendo abrasión Einlehner, absorción de aceite, tamaño de partícula de la sílice, índice de refracción, el grado de transmisión de luz ("% de Transmitancia"), y el brillo. Como una primera etapa en la medición del índice de refracción ("IR") y el grado de transmisión de luz, se preparó una gama de soluciones madre de sorbitol/agua (aproximadamente 10), de manera que el índice de refracción de estas soluciones está situado entre 1,426 y 1,440. Las proporciones exactas de sorbitol/agua necesarias dependían del sorbitol exacto usado y son determinadas por el técnico que realiza la medición. Típicamente, estas soluciones madre cubrirán el intervalo de 49 a 70% en peso de sorbitol en agua. Para determinar el Índice de Refracción, una o dos gotas de cada disolución patrón se ponen por separado sobre la placa fija del refractómetro (refractómetro Abbe 60, modelo 10450). La placa de revestimiento se fija y bloquea en su sitio. La fuente de luz y el refractómetro se conectan y el índice de refracción de cada disolución patrón se lee. En frascos separados de 20 cm³, se pesan con precisión 0,5 g + 0,01 de sílice, y se añaden 12,0 g + 0,01 de cada disolución madre de sorbitol/agua respectiva. Los frascos se agitaron después vigorosamente para formar dispersiones de sílice, los tapones se quitaron de los frascos, y los frascos se pusieron en un desecador, que después se evacuó con una bomba de vacío.

Las dispersiones se des-airearon durante 30 minutos y se inspeccionaron visualmente para la des-aireación completa. El % de Transmitancia ("%T") a 589 nm (Spectronic 20 D+) se mide inmediatamente, de acuerdo con las instrucciones de uso del fabricante. Específicamente, el % de Transmitancia se mide sobre las dispersiones de sílice/sorbitol/agua poniendo una alícuota de cada dispersión en una cubeta de cuarzo, y leyendo el %T a una longitud de onda de 589 nm para cada muestra en una escala de 0 a 100. El % de Transmitancia frente al IR de las soluciones madre usadas se dibuja sobre una curva, como se muestra en la Figura 1, para el Ejemplo 1 y el Ejemplo 2. El Índice de Refracción de la sílice se define como la posición (la ordenada o valor X) del pico máximo dibujado en la curva de % de Transmitancia frente a IR. El valor del eje Y (la abscisa) del pico máximo es el % de Transmitancia de la sílice.

El valor de abrasión de latón Einlehner (BE) se midió mediante el uso de un abrasímetro Einlehner AT-1000. En este ensayo, se pesa una rejilla de alambre de latón Fourdrinier, y se expone a la acción de una suspensión acuosa de sílice al 10% durante un número fijo de revoluciones, y la cantidad de abrasión se determina entonces como miligramos de latón perdido de la rejilla de alambre Fourdrinier por 100.000 revoluciones. Los suministros desechables requeridos para este ensayo (rejillas de latón, placas de desgaste y tubos de PVC) están disponibles

en Duncan Associates, Rutland, Vermont y se comercializan como un "Kit de Ensayo Einlehner". Específicamente, las rejillas de latón (Phosphos Bronze PM.) se prepararon por lavado en agua jabonosa caliente (Alconox al 0,5%) en un baño de ultrasonidos durante 5 minutos, después se aclararon en agua corriente y se aclararon de nuevo en un vaso de precipitados que contenía 150 ml de agua, colocado en un baño de ultrasonidos. La rejilla se aclaró de nuevo en agua corriente, se secó en un horno ajustado a 105 °C durante 20 minutos, se enfrió en un desecador y se pesó. Las rejillas se manipularon con pinzas para evitar que la grasa cutánea contaminara las rejillas. El cilindro de ensayo Einlehner se ensambla con una placa de desgaste y una rejilla pesada (el lado con la línea roja hacia abajo - el lado no erosionado) y se sujeta en su sitio. La placa de desgaste se usa durante aproximadamente 25 ensayos o hasta que se desgasta del todo; la rejilla pesada se usa solo una vez.

Una suspensión de sílice al 10%, preparada mezclando 100 g sílice con 900 g de agua desionizada, se vertió en el cilindro de ensayo Einlehner. Los tubos Einlehner de PVC se pusieron sobre el eje de agitación. Los tubos de PVC tienen 5 posiciones numeradas. Para cada ensayo, la posición de los tubos de PVC se aumenta hasta que se ha usado cinco veces, después se desecha. El instrumento de abrasión Einlehner se vuelve a ensamblar y el instrumento se ajusta para que funcione a 87.000 revoluciones. Cada ensayo tarda aproximadamente 49 minutos. Después de completarse el ciclo, la rejilla se retira aclarada en agua corriente, se pone en un vaso de precipitados que contiene agua y se introduce en un baño de ultrasonidos durante 2 minutos, se aclara con agua desionizada y se seca en un horno ajustado a 105 °C durante 20 minutos. La rejilla secada se enfría en un desecador y se vuelve a pesar. Se realizan dos ensayos para cada muestra y los resultados se promedian y expresan en mg perdidos por 100.000 revoluciones. El resultado, medido en unidades de mg perdidos por 100.000 revoluciones, para una suspensión al 10% puede caracterizarse como el valor de abrasión de latón Einlehner (BE) al 10%.

El Tamaño de Partícula Medio se determina usando un Leeds y Northrup Microtrac II. Se proyecta un rayo láser a través de una celda transparente, que contiene una corriente de partículas móviles suspendidas en un líquido. Los rayos de luz que golpean las partículas se dispersan a ángulos que son inversamente proporcionales a sus tamaños. El conjunto de fotodetector mide la cantidad de luz a varios ángulos predeterminados. Las señales eléctricas proporcionales a los valores medidos de flujo luminoso son procesadas entonces por un sistema microinformático para formar un histograma multi-canal de la distribución del tamaño de partícula.

Para medir los valores de brillo, se presionan materiales en polvo fino hasta un gránulo de superficie suave, y se evalúan usando un brillómetro Technidyne S-5/BC. Este instrumento tiene un sistema óptico de doble rayo, donde la muestra se ilumina a un ángulo de 45°, y la luz reflejada se ve a 0°. Se adapta a los métodos de ensayo TAPPI T452 y T646, y la Norma ASTM D985. Los materiales en polvo se presionan hasta un gránulo de aproximadamente a 1 cm de espesor, con suficiente presión para dar una superficie de gránulo que sea suave y plana, sin partículas sueltas o brillo.

La absorción de aceite se midió usando aceite de semilla de lino por el método de frotado. En este ensayo, el aceite se mezcla con una sílice y se frota con una espátula sobre una superficie suave, hasta que se forma una pasta de tipo masilla compacta. Midiendo la cantidad de aceite requerida para tener una mezcla de pasta, que se riza al extenderla, puede calcularse el valor de absorción de aceite de la sílice - el valor que representa el volumen de aceite requerido por peso unitario de sílice para saturar completamente la capacidad de adsorción de la sílice. El cálculo del valor de absorción de aceite se realizó como sigue:

$$\text{Absorción de aceite} = \frac{\text{ml de aceite absorbidos}}{\text{peso de sílice, gramos}} \times 100 \quad (\text{II})$$

$$= \text{ml aceite}/100 \text{ gramos de sílice}$$

Los resultados de estas mediciones y ensayos se dan a continuación en la Tabla II.

Tabla II

	Abrasión de Einlehner (mg)	Absorción de aceite (ml/100)	Índice de Refracción	% Transmiancia	Brillo	Tamaño de Partícula Medio (µm)
Ejemplo 1	5,7	90	1,4343	78	95,7	9,5
Ejemplo 2	9,7	71	1,4350	63	98,1	9,0
Ejemplo 3	7,3	75	1,4387	58	97,4	9,7
Ejemplo Comparativo 1	13,2	75	1,4334	45	96,9	9,0

ES 2 380 187 T3

Ejemplo Comparativo	2	18,2	71	1,4358	48	97,8	9,7
---------------------	---	------	----	--------	----	------	-----

5 Como puede verse en la tabla II, las sílices preparadas en los Ejemplos 1-3 satisfacen todos los criterios para producir una pasta de dientes transparente (*viz.*, cada una de las cuales tenía un bajo índice de refracción y un alto grado de transmitancia de luz) mientras que también era suficientemente duras o abrasivas para producir una pasta de dientes con un rendimiento de limpieza aceptable o bueno. En contraste, los Ejemplos 1 y 2 Comparativos son altamente abrasivos, como se indica por sus altos valores de abrasión de Einlehner, tienen un bajo índice de refracción, pero también tienen un grado de transmitancia de luz indeseablemente bajo.

10 Para demostrar su eficacia en productos de consumo, los abrasivos de sílice de los Ejemplos 1-3 se incorporaron en forma de polvos en cuatro composiciones de pasta de dientes diferentes (números 1-4), que se exponen en la Tabla III, a continuación. El rendimiento de estas composiciones se comparó después con el rendimiento de las siguientes composiciones de pasta de dientes: composiciones 5-6, que contienen abrasivos de sílice preparados de acuerdo con los ejemplos 1 y 2 comparativos; composición 7 de pasta de dientes, que contiene un abrasivo de sílice de la técnica anterior (Zeodent® 115 de J.M. Huber Corporation, Edison, N.J.); y la composición de pasta de dientes 8, que no contiene abrasivo de sílice. Estas muestras de pasta de dientes se prepararon como sigue. Una primera
15 mezcla se formó combinando los siguientes componentes: glicerina y/o sorbitol, polietilenglicol (CARBOWAX 1450, de Union Carbide Corporation, Danbury, CT), carboximetilcelulosa (CMC-9M31XF, de la división Aqualon de Hercules Corporation, Wilmington, DE), y después la primera mezcla se agitó hasta que los componentes se disolvieron. Se formó una segunda mezcla combinando los siguientes componentes: agua desionizada, sacarina sódica, fluoruro sódico, y después se agitó hasta que los componentes se disolvieron. La primera y segunda
20 mezclas se combinaron después mientras se agitaban para formar una premezcla.

La premezcla se colocó en una mezcladora Ross (modelo 130LDM, Charles Ross & Co., Haupeauge, NY), añadiendo espesante de sílice y abrasivo de sílice a la premezcla, y la premezcla se mezcló sin vacío. Después se provocó un vacío de 76,2 cm (30 pulgadas) y cada muestra se mezcló durante 15 minutos, y después se añadió lauril sulfato sódico y aroma. La mezcla resultante se agitó durante 5 minutos a una velocidad de mezcla reducida.
25 Las ocho composiciones de pasta de dientes diferentes se prepararon de acuerdo con las siguientes formulaciones, en las que las cantidades están en unidades de gramos:

Tabla III

Ingredientes	Número de Composición							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Sorbitol, 70%	59,707	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Glicerina, 99,5%	0,00	59,743	60,870	59,296	59,030	60,568	47,556	58,055
Agua Desionizada	19,177	19,914	20,287	19,765	19,327	20,189	15,851	19,352
Carbowax 1450	4,000	4,000	4,000	4,000	4,000	4,000	4,000	4,000
CMC-9M31F	0,700	1,250	1,350	1,146	1,050	1,350	0,00	0,00
Benzoato Sódico	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200
Sacarina Sódica	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200
Fluoruro Sódico	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243
Espesante de sílice Zeodent®167	8,000	8,000	8,500	8,000	8,000	8,000	0,00	16,000
Abrasivo del Ejemplo 1	8,000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Abrasivo del Ejemplo 2	0,00	4,500	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Abrasivo del Ejemplo 3	0,00	0,00	2,400	5,200	0,00	0,00	0,00	0,00
Abrasivo del Ejemplo 1 Comparativo	0,00	0,00	0,00	0,00	6,000	0,00	0,00	0,00

ES 2 380 187 T3

Abrasivo del Ejemplo 2 Comparativo	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	3,300	0,00	0,00
Abrasivo Zeodent®115	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	30,000	0,00
Rojo F&DC N° 2 2,0%	0,100	0,100	0,100	0,100	0,100	0,100	0,100	0,100
Lauril Sulfato Sódico	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200
Aroma	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650
Total	100	100	100	100	100	100	100	100

Después de que las composiciones de pasta de dientes 1-8 se prepararan como en el caso anterior, las propiedades relacionadas con la claridad de la pasta de dientes en gel, tal como el índice de refracción, claridad y turbidez se determinaron como sigue.

- 5 El índice de refracción de la pasta de dientes se midió tomando una gota de pasta de dientes y poniéndola sobre un refractómetro Abbe 60 modelo 10450, y el índice de refracción se lee directamente.

- 10 La claridad es una medición subjetiva, en la que una perla de pasta de dientes se estruja sobre una lámina de papel blanco que contiene texto mecanografiado. Se da una puntuación de 10 si el texto puede leerse perfectamente, una puntuación de 1 cuando el texto no puede verse, y puntuaciones intermedias de 2 a 9 para una mejor claridad progresiva del texto. Una puntuación de 8 o mejor se considera una buena pasta de dientes en gel clara, indicando que el abrasivo de sílice es transparente. Típicamente, una claridad de pasta de dientes con una puntuación de 10 tendrá un valor de turbidez correspondiente (descrito más adelante) de menos de 40; una puntuación de claridad de 9, un valor de turbidez de aproximadamente 50-60; y una puntuación de claridad de 8, un valor de turbidez de aproximadamente 60-70.

- 15 El "valor de turbidez" de la pasta de dientes en gel clara se mide por transmisión de luz utilizando un colorímetro Gardner XL-835. El instrumento se calibra en primer lugar de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Después, dos portaobjetos de microscopio, que tienen dimensiones de 38 x 75 mm, y un espesor de 0,96 a 1,06 mm, se ponen sobre una superficie plana. Un portaobjetos se cubre con un separador de plexiglass, (38 x 75 mm, 3 mm de espesor, con un área abierta de 24 x 47 mm). La pasta de dientes en gel se estruja en el área abierta del separador de plexiglass. El segundo portaobjetos se pone sobre la pasta de dientes y se aplica presión, a mano, para eliminar el exceso de pasta de dientes y aire. La muestra se pone sobre el rayo de luz de transmisión del medidor calibrado previamente, y el valor de turbidez se registra a partir de tres localizaciones de muestra diferentes y se promedia.
- 20 Cuanto menores sean los valores descritos las pastas de dientes transparentes serán más claras.

- 25 Los resultados de las mediciones de índice de refracción, claridad, y valor de turbidez se exponen en tabla IV, a continuación.

Tabla IV

	1	2	3	4	5	6	7	8
Índice de Refracción de la Premezcla	1,4418	1,4408	1,4401	1,4418	1,4409	1,4395	1,4402	1,4400
Índice de Refracción de la pasta de dientes	1,4461	1,4448	1,4441	1,4448	1,4453	1,4423	1,4417	1,4426
RDA Esperada	50	50	50	100	50	50	100	10
Puntuación Claridad	10	8	9	8	6	7	1	8
Turbidez	39	64	53	68	74	69	95	71

Las composiciones 7 y 8 de pasta de dientes eran composiciones de control. La composición 7 de pasta de dientes contenía una sílice abrasiva de la técnica anterior (Zeodent® 115), mientras que la composición de pasta de dientes

5 8 contenía una sílice espesante, pero no una sílice abrasiva. Como puede verse en la Tabla IV, la composición 7 de pasta de dientes tenía un excelente rendimiento abrasivo, pero malas propiedades de transparencia, que la hacen inadecuada para su uso en una formulación de pasta de dientes de alto contenido de agua, transparente. Estas malas propiedades de transparencia se deben a su alto índice de refracción (1,4510). En contraste, la composición de pasta de dientes 8 tenía un buen rendimiento de transparencia, aunque su carencia de sílice abrasiva provocaba que tuviera un rendimiento de limpieza totalmente inadecuado.

10 Las composiciones de pasta de dientes 1-4 contenían sílices preparadas en los Ejemplos 1-3, que se prepararon de acuerdo con la presente invención, y (como se ha analizado anteriormente) tenían un rendimiento abrasivo adecuado o bueno, y satisfacían todos los criterios para producir una pasta de dientes transparente (*viz.*, cada una de las cuales tenía un bajo índice de refracción y un alto grado de transmitancia de luz). Como resultado, las composiciones de pasta de dientes 1-4 tenían todas excelentes características de transparencia y un rendimiento de limpieza aceptable o bueno.

15 Las composiciones de pasta de dientes 5-6 contenían sílices preparadas en los ejemplos 1 y 2 comparativos. Estas sílices (como se ha analizado anteriormente) son altamente abrasivas, como se indica por sus altos valores de abrasión de Einlehner, pero también tienen un bajo grado de transmitancia de luz. Como resultado, las composiciones de pasta de dientes 5-6 tenían un rendimiento abrasivo aceptable, pero mala transparencia.

20 Se apreciará por los expertos en la materia que pueden hacerse cambios a las realizaciones descritas anteriormente, sin alejarse del amplio concepto inventivo de la misma como se define por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un dentífrico transparente que comprende:
de 13% en peso a 20% en peso de agua;
una sílice precipitada, abrasiva, que tiene:
- 5 un índice de refracción de menos de 1,4387;
una transmitancia de luz mayor que 48%;
un valor de abrasión de latón Einlehner mayor que 5 mg de pérdida/100.000 rev;
en el que el dentífrico tiene:
un valor de turbidez de menos de 70; y
- 10 una RDA de 50-150.
2. Un dentífrico de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sílice precipitada, abrasiva, tiene un valor de abrasión de latón Einlehner mayor que 5,5 mg de pérdida/100.000 revoluciones.
3. Un dentífrico de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2 en el que el dentífrico comprende de 0,01% en peso a 10% en peso de sílice abrasiva.
- 15 4. Un dentífrico de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el dentífrico tiene un valor de turbidez de menos de 55.
5. Un dentífrico que comprende:
- a) una premezcla que consiste esencialmente en:
- i) un agente espesante distinto de sílice,
- 20 ii) agua desionizada, y
- iii) un humectante seleccionado entre el grupo que consiste en glicerina, sorbitol, y polietilenglicol;
- en el que la premezcla tiene un índice de refracción de menos de 1,442; y
- b) del 0,01% en peso al 10% en peso de la sílice precipitada, abrasiva, referida en la reivindicación 1;
- 25 en el que el dentífrico tiene una RDA mayor que 50 y un valor de turbidez de menos de 70, y comprende de 13% en peso a 20% en peso agua.
6. El dentífrico de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el dentífrico es transparente, y tiene un valor de turbidez de menos de 55.
7. Un método de preparación de un dentífrico que comprende las etapas de:
- 30 a) preparar una premezcla, premezcla que no contiene sílice, y que tiene un índice de refracción de menos de 1,442; y
- b) mezclar la premezcla con la sílice abrasiva de la reivindicación 1, para formar un dentífrico que tiene una RDA mayor que 50 y un valor de turbidez de menos de 70 y que comprende de 13% en peso a 20% en peso agua.

Figura 1

