

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 668 454**

51 Int. Cl.:

A61Q 11/00 (2006.01)

A61K 8/04 (2006.01)

B01J 13/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.10.2014 PCT/US2014/062142**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.05.2015 WO15065835**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.10.2014 E 14793739 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.02.2018 EP 3062885**

54 Título: **Adición de un modificador de la reología de etapa posterior**

30 Prioridad:

28.10.2013 US 201361896435 P
30.10.2013 US 201361897348 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
18.05.2018

73 Titular/es:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US

72 Inventor/es:

AGERTON, MARK, LEWIS;
ALEXANDER, STEVEN, ROBERT;
BLUM, GINA, LYNN;
CAGGIONI, MARCO;
DAWES, SUSAN, MARIE;
FARREN, DAVID, MICHAEL;
HEDIN, JUSTIN, THOMAS LYDON;
MILLER, CHARLES, PHILLIP;
NOVICKI, CHRISTA, MARIE;
PAYNE, MELISSA, CHERIE;
SCHOTTELKOTTE, MOLLY, ROSE;
WESNER, JOHN, CHRISTOPHER;
WOOD, RANDALL, LEE y
BERTA, JAMES ALBERT

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 668 454 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

Adición de un modificador de la reología de etapa posterior

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a métodos para fabricar composiciones de higiene personal, tales como dentífricos, especialmente métodos que implican la adición de modificadores de la reología en una etapa posterior del proceso formación de las composiciones de higiene personal.

10

Antecedentes de la invención

El dentífrico se fabrica normalmente en recipientes al vacío usando algún tipo de dispositivo mezclador de alta energía, para combinar los diversos componentes. Habitualmente, los líquidos se añaden al recipiente de vacío como primera etapa. Los sabores u otros aceites se pueden añadir en diferentes puntos dentro del lote durante el proceso de mezclado para minimizar pérdidas y maximizar las ventajas antiespumación dentro del lote. Las sales se añaden bien directamente al tanque de mezclado o se añaden a un tanque de suspensión acuosa primero y después se añaden al tanque de mezclado. Habitualmente, el abrasivo se añade directamente al tanque de mezclado, sin embargo, es posible que el abrasivo se pueda presuspender y suministrar al tanque de mezclado como una premezcla.

15

20

Los modificadores de la reología bien se añaden directamente al tanque de mezclado o se añaden fuera de línea en forma de presuspensión (en el tanque o en línea). La opción directa al tanque requiere un mezclado del lote significativo (típicamente, de alta energía) que puede requerir un tiempo de procesamiento significativo para completarse. La opción fuera de línea requiere mayor inversión de capital para financiar las diferentes formulaciones. De forma típica, la etapa final de los procesos actualmente utilizados es la adición del tensioactivo. El mantenimiento del tensioactivo hasta el final del lote facilita completar la desaireación del tanque. Incluso manteniendo el tensioactivo hasta el final del proceso, cuando se fabrica el lote de dentífrico sobre el residuo del lote anterior, el tensioactivo residual del primer lote puede suponer un desafío notable para la desaireación. Este desafío puede representar hasta el 30 % de la totalidad del tiempo de procesamiento para fabricar la pasta de dientes.

25

30

Los ingredientes se combinan típicamente entre sí en el tanque de mezclado recirculando los ingredientes a través de un dispositivo mezclador de alto cizallamiento para crear una composición de producto final homogéneo. A continuación se aplica vacío al tanque de mezclado para desairear el dentífrico hasta la densidad de acabado deseada. La adición de modificadores de la reología espesa la premezcla, dificultando la desaireación, ya que es más difícil extraer el aire de una premezcla espesa. Debido a la adición de los modificadores de la reología durante el proceso de mezclado, la premezcla tiene una viscosidad análoga a una pasta que se pega a las superficies internas del tanque de mezclado, evitando la eliminación completa de la premezcla cuando se extrae por bombeo del tanque de mezclado. Esto requiere que el tanque de mezclado se limpie antes de fabricar otra fórmula de producto. En la actualidad, se requiere una notable cantidad de tiempo (> 1 h) y grandes cantidades de agua para limpiar un tanque de mezclado. Esto da como resultado una capacidad de fabricación notablemente reducida debido a la pérdida de tiempo, ya que las nuevas fórmulas no se pueden preparar mientras el sistema se está limpiando. Por tanto, debido a la elevada viscosidad del producto terminado, el tiempo de procesamiento es lento y las pérdidas son altas.

35

40

Lo que se necesita es una metodología de fabricación de composiciones de higiene personal que tengan un reducido tiempo de inactividad debido a los periodos de limpieza entre lotes.

45

Sumario de la invención

Se proporciona un método para producir una composición de higiene personal que comprende la formación de una premezcla en un tanque de mezclado que tiene una viscosidad menor que una composición de higiene personal envasada; transferir la premezcla desde el tanque de mezclado; añadir el modificador de la reología a la premezcla; desairear la premezcla; y envasar la premezcla para producir una composición de higiene personal.

50

Se proporciona un método para producir una composición de higiene personal que comprende la formación de una premezcla en un tanque de mezclado que tiene una viscosidad menor que una composición de higiene personal envasada; transferir la premezcla desde el tanque de mezclado hasta un dispositivo de dispersión de alta energía; añadir el modificador de la reología a la premezcla; desairear la premezcla mediante un dispositivo de aireación en línea; y envasar la premezcla para producir una composición de higiene personal; en donde el dispositivo de desaireación en línea se coloca de tal forma que la caída de presión entre el dispositivo de dispersión de alta energía y el dispositivo de desaireación en línea es inferior a la presión de bombeo del dispositivo de dispersión de alta energía.

55

60

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un diagrama de proceso que muestra una realización de la presente invención.

65

La Fig. 2 es un diagrama de proceso que muestra una realización de la presente invención.

La Fig. 3 es una vista en perspectiva de un recipiente de mezclado de ensayo.

La Fig. 4 es una vista lateral de un propulsor de mezclado.

Descripción detallada de la invención

La presente invención implica la adición posterior de modificadores de la reología a una premezcla de dentífrico. Las pérdidas derivadas del lavado del tanque de mezclado, debido a una premezcla espesada, se minimizan y el rendimiento del proceso en el tanque de mezclado es más rápido debido a la menor reología. La baja reología de la premezcla también aumenta la eficacia y la velocidad de la desaireación, que se puede llevar a cabo antes de aumentar la viscosidad, tal como en línea, antes del bombeo a través de un molino de alta cizalla o en el tanque de mezclado. En determinadas realizaciones, la desaireación de la premezcla se realiza antes de la adición de tensioactivo para reducir la generación de micelas.

Todas las partes, porcentajes y proporciones a las que se hace referencia en la presente memoria y en las reivindicaciones son en peso de la composición oral total, salvo que se indique lo contrario. Todas las mediciones se llevan a cabo a 25 °C en la composición oral total, salvo que se indique lo contrario.

Como se utiliza en la presente memoria, la palabra “o” cuando se utiliza como un conector de dos o más elementos, significa la inclusión de los elementos individualmente y en combinación; por ejemplo X o Y, significa X o Y o ambos.

Por “composición de higiene personal” se entiende un producto que, durante el uso habitual, se aplica o se pone en contacto con una superficie corporal para proporcionar un efecto beneficioso. La superficie corporal incluye piel, por ejemplo, dérmica o mucosa; la superficie corporal también incluye estructuras asociadas con la superficie corporal, por ejemplo cabello, dientes, o uñas. Los ejemplos de composiciones de higiene personal incluyen un producto aplicado a un cuerpo humano para mejorar el aspecto, la limpieza, el control de olores o la estética en general. Los ejemplos no limitativos de composiciones de higiene personal incluyen composiciones colorantes del cabello, composiciones para el cuidado bucal, geles y cremas para después del afeitado, preparaciones para antes del afeitado, geles, cremas o espumas de afeitado, hidratantes y lociones, composiciones para la tos y el resfriado, lociones y cremas sin aclarado, champús, acondicionadores, geles de ducha, pastillas de jabón, pastillas para limpieza, antitranspirantes, desodorantes, depiladores, barras de labios, bases de maquillaje, rímel para pestañas, autobronceadores y lociones de protección solar.

La expresión “composición para el cuidado bucal” en la presente memoria significa un producto que durante el uso normal no se traga de forma intencionada para la administración sistémica de agentes terapéuticos particulares, sino que se retiene en la cavidad bucal durante el tiempo suficiente para que entre en contacto con las superficies dentales o tejidos bucales. Los ejemplos de composiciones para el cuidado bucal incluyen dentífricos, geles dentales, geles subgingivales, enjuagues bucales, mousse, espuma, pulverizador bucal, gominolas, pastillas masticables, goma de mascar, tiras de blanqueador dental, hilo dental y recubrimientos para hilo dental, tiras solubles refrescantes del aliento, o productos de cuidado o adhesivos para dentaduras postizas. La composición para el cuidado bucal también puede incorporarse sobre tiras o películas para su aplicación o unión directa a la superficie oral.

El término “dentífrico”, en la presente memoria, incluye formulaciones en pasta para dientes o subgingivales, gel o líquido, salvo que se indique lo contrario. La composición dentífrica puede ser una composición monofase o puede ser una combinación de dos o más composiciones dentífricas separadas. La composición dentífrica puede presentar cualquier forma deseada como, por ejemplo, con rayas profundas, con rayas superficiales, con múltiples capas, con gel alrededor de la pasta, o cualquier combinación de las mismas. Cada composición dentífrica de un dentífrico que comprende dos o más composiciones dentífricas separadas puede estar contenida en un compartimento físicamente separado de un dispensador para poder ser dispensadas una al lado de la otra.

Un diagrama de proceso ilustrativo de la presente invención se representa en la Fig. 1. El proceso de mezclado comienza con la adición de líquidos 4 al tanque 1 de mezclado. El tanque 1 de mezclado proporciona el medio de preparar una suspensión acuosa de baja viscosidad y los componentes sólidos de la mezcla. Los líquidos 4 se pueden añadir directamente al tanque 1 de mezclado, o se podrían añadir mediante un dispositivo de dispersión de alta energía, tal como un eductor, cuyos ejemplos incluirían un eductor Lobestar comercializado por Vortex Ventures, Houston, TX, que permite añadir polvo al mismo tiempo que los líquidos. Una vez que los líquidos principales (típicamente, humectantes, agua, regulador de pH, y potencialmente un sabor y emulsionante/tensioactivo) se han añadido al tanque, el polvo (o el polvo restante) 7 se puede añadir al tanque 1 de mezclado. En determinadas realizaciones, el polvo 7 se puede añadir usando un eductor 3, de forma que se maximice la dispersión durante la adición, lo que minimiza el tiempo de procesamiento total. El polvo se inicia típicamente con las sales del sistema, a continuación la adición de abrasivo(s). Ingredientes visuales, tales como mica, gránulos, y agentes estéticos, también se pueden añadir en este momento. Una vez que se han combinado todos los materiales, el lote se mezcla durante un tiempo para proporcionar homogeneidad (este tiempo es una función del tipo de dentífrico que se está fabricando). El mezclado se puede producir al vacío, por ejemplo, mediante el uso de una bomba 9 de vacío, o en condiciones atmosféricas. En determinadas realizaciones, se puede realizar el mezclado no al vacío debido a que la baja viscosidad del fluido permite la autodesaireación del

sistema. Ser capaz de producir en condiciones de no vacío reduce el consumo de energía del sistema mejorando la eficacia del proceso global. Por tanto, cuando es posible, el lote se mantiene en condiciones atmosféricas en el tanque de mezclado a una temperatura de aproximadamente 15 °C a aproximadamente 55 °C. La menor viscosidad permite acortar el tiempo de mezclado para aumentar la eficacia del proceso.

Por ejemplo, con referencia a la Fig. 1, en determinadas realizaciones, el tanque 1 de mezclado se puede cargar con sorbitol, agua, pigmento, colorante y polisorbato 80 a través del puerto principal y ajustarse el control del agitador para proporcionar suficiente agitación al tanque para mantener la homogeneidad. Para determinar el mezclado suficiente, se puede usar una relación entre la tasa de bombeo del sistema y la velocidad de sedimentación de la suspensión para calcular la relación de suspensión del sistema. Una relación de suspensión del sistema de aproximadamente uno o más garantiza que el sistema no sedimentará y mantendrá la homogeneidad. La relación de suspensión del sistema se puede determinar midiendo en primer lugar la velocidad de sedimentación de la suspensión. Una vez que se ha determinado la velocidad de sedimentación de la suspensión, se puede calcular la velocidad de bombeo del sistema. La relación de suspensión del sistema se calcula de la siguiente forma:

$$\frac{Q_p}{SR_f \times V_b} = SSR$$

donde: Qp – velocidad de bombeo del sistema (véase la discusión siguiente) (m3/s)

Vb – Volumen equivalente del lote (m3)

SRf – velocidad de sedimentación del fluido medida según el método adjunto (1/s)

SSR – Relación de suspensión del sistema

Qp se puede medir con un caudalímetro o un bucle de recirculación externo o mediante el siguiente cálculo aproximado para calcular la velocidad de bombeo del agitador en un tanque agitado; como se muestra en: Paul, Edward L. Atiemo-Obeng, Victor A. Kresta, Suzanne M. (2004). Handbook of Industrial Mixing - Science and Practice. John Wiley & Sons. págs. 358-360.

$$Q = N_Q \times N \times D^3$$

Donde

N_Q= Número de bombeo que depende del tipo de propulsor, relación D/τ ratio y número de Reynolds del propulsor

y el número de Reynolds del propulsor es:

$$Re = \frac{\rho \times N \times D^2}{\mu}$$

N = velocidad del propulsor

D = diámetro del propulsor

La Tabla siguiente proporciona valores para el número de bombeo de diferentes propulsores en condiciones turbulentas. En determinadas realizaciones, el número de bombeo está entre aproximadamente 0,4 N_Q y 0,8 N_Q.

Tabla 1

Tipo de propulsor	N _Q
Propulsor	0,4-0,6
Turbina de álabe inclinado	0,79
Propulsores de tipo Hydrofoil	0,55-0,73
Álabe de curva retraída	0,3
Turbina de álabe plano	0,7
Turbina de álabe plano discoidal (Rushton)	0,72
Turbina de álabe hueco (Smith)	0,76

La relación de suspensión del sistema calculada es una relación entre la velocidad de bombeo y la velocidad de suspensión y, en determinadas realizaciones, puede ser superior a 0,75 o superior a 1. En determinadas realizaciones como la mostrada en la Fig. 1, para producir una premezcla, un controlador de la bomba 11 de recirculación se puede configurar para proporcionar una relación de suspensión del sistema de aproximadamente dos veces o más y suele estar de forma típica entre aproximadamente 30 Hz y aproximadamente 60 Hz y la mezcla se puede recircular a través del eductor 3 durante aproximadamente 5 minutos o menos. A continuación se puede añadir un componente de sabor al tanque 1 de mezclado a través del puerto principal durante el mezclado y recircularse a través del eductor 3. Se puede

conectar una tolva de suministro de polvo al eductor 3 mediante un puerto de suministro de polvo y las sustancias pulverulentas menos importantes (edulcorante, fuente de fluoruro, fosfatos, etc.) se pueden añadir a continuación al tanque 1 de mezclado a través del eductor 3 mediante la tolva de suministro de polvo conectada al puerto de suministro de polvo. El lote se recircula a través del eductor 3 durante aproximadamente 5 minutos o menos, o hasta que se ha conseguido hacer pasar el 100 % del volumen del lote. A continuación se puede añadir hidróxido sódico al tanque 1 de mezclado mediante el puerto principal y hacer recircular el lote a través del eductor 3 durante aproximadamente 5 minutos o menos. A continuación se puede añadir sílice al tanque 1 de mezclado a través del eductor 3 mediante la tolva de suministro de polvo conectada al puerto de suministro de polvo y hacer recircular de nuevo el lote a través del eductor 3 durante aproximadamente 5 minutos o menos, o hasta que se ha conseguido hacer pasar el 100 % del volumen del lote. La recirculación a través del eductor 3 se puede apagar después continuando el mezclado mediante agitación a una velocidad de suspensión del sistema de aproximadamente 1,5 o más, hasta que el lote se transfiere a un tanque 20 de alimentación de reología de estado final (LSR) o alimentarse directamente al sistema LSR, como se muestra en la Fig. 2. A continuación se puede aplicar vacío al tanque 1 de mezclado para eliminar el material residual del lote de las líneas y transferirlo al tanque LSR 20. Es posible recubrir la cámara de mezclado del tanque de premezclado para reducir la adhesión de la premezcla a la superficie de la cámara de mezclado, por ejemplo, con una sustancia análoga a poli(tetrafluoroeteno), lo que podría reducir adicionalmente las pérdidas dentro del tanque.

En determinadas realizaciones, es posible añadir una pequeña cantidad de modificador de la reología a la premezcla mientras se encuentra aún en el tanque de mezclado, ya que un aspecto de la presente invención implica una baja viscosidad, de tal forma que cuando la viscosidad de la premezcla se mide a 0,1/s tras dejar reposar la muestra durante 30-60 minutos, la viscosidad debería permanecer por debajo de 150 Pa.s para minimizar los residuos en el sistema y mantener la eficacia del sistema mejorado.

El controlador del agitador del tanque LSR 20 se puede configurar para mantener la relación de suspensión del sistema en aproximadamente uno o superior. En determinadas realizaciones, se puede activar un sistema de recogida de polvo para minimizar el polvo en la zona de producción. Se confirman las cantidades suficientes (en peso) de modificadores de la reología y de aditivos y que están disponibles para usar en las tolvas 23 del alimentador, y las tolvas de alimentador se colocan dentro de un dispositivo 24 de dispersión de alta energía, tal como Quadro ZC1 24 (Quadro Engineering, Ontario, Canadá). Tras confirmar que el tanque 26 de tensioactivo contiene cantidad suficiente de material, se selecciona la receta deseada de la composición de higiene personal, tal como un dentífrico, por ejemplo, desde una Interfaz hombre-máquina (HMI) LSR, y los puntos de control se comparan con los de la tarjeta de fórmula y registro de producción (BPR). La velocidad del dispositivo 24 de dispersión de alta energía se puede configurar entre aproximadamente 40 Hz y aproximadamente 60 Hz, con la válvula de control del proceso (PCV) 25 configurada entre aproximadamente 10 % y aproximadamente 90 % de apertura, y un dispositivo 27 de desaireación en línea, tal como una bomba Yokota ASP-515 o ASP-610 (Yokota Manufacturing Co. Ltd., Hiroshima, Japón), que puede tener una velocidad de referencia entre aproximadamente 45 Hz y aproximadamente 60 Hz. El volumen interno relativamente pequeño, y la eficacia de bombeo de la bomba Yokota ASP-515 o ASP-610, proporcionan una ventaja frente a los dispositivos de desaireación en línea tradicionales.

El sistema LSR anterior se puede iniciar en modo recirculación. La temperatura típica de la premezcla dentro del proceso puede estar entre aproximadamente 10 °C y 60 °C, ya que, en determinadas realizaciones, una temperatura superior a aproximadamente 60 °C tiene el riesgo de afectar negativamente la presentación de sabor del sistema. Adicionalmente, en determinadas realizaciones, una temperatura inferior a 10 °C resulta muy cara desde el punto de vista energético para mantener/conseguir un fluido a dicha baja temperatura. Los caudales de alimentación de la bomba 28 de alimentación de LSR se pueden confirmar a valores de referencia entre aproximadamente 40 dm³/min y aproximadamente 250 dm³/min (entre aproximadamente 40 l/min y aproximadamente 250 l/min)). Las tolvas 23 del alimentador de modificador de la reología se controlan para que se produzca la dispensación en los porcentajes previstos definidos mediante la tarjeta de fórmula para producir una composición de higiene personal deseada.

Las viscosidades de la premezcla pueden estar comprendidas de aproximadamente 0,01 Pa.s a aproximadamente 10 Pa.s cuando se realiza el muestreo a 10 s⁻¹. En determinadas realizaciones, la viscosidad se puede medir con un reómetro AR2000 (TA instruments, New Castle, DE). El reómetro AR2000 utiliza la siguiente metodología cuando se mide la reología: Para la etapa de acondicionado, la temperatura se configura a 25 °C y el equilibrado se realiza durante 2 minutos. Se mide un caudal estacionario con la velocidad de cizallamiento creciente aumentando la velocidad de cizallamiento (1/s) de 0,001 a 120,0 y configurando en modo Log. Se adquirieron tres (3) puntos por década a 25 °C durante un periodo de muestreo de 3,0 segundos con una tolerancia de 5 % hasta que se encuentran dos (2) puntos consecutivos dentro de la tolerancia. El punto máximo se mide durante un periodo de 1,0 minutos. Se mide un caudal estacionario con la velocidad de cizallamiento decreciente aumentando la velocidad de cizallamiento (1/s) de 120,0 a 0,01 y configurando en modo Log. Se adquirieron tres puntos por década a 25 °C durante un periodo de muestreo de 10,0 segundos con una tolerancia de 5 % hasta que se encuentran dos puntos consecutivos dentro de la tolerancia. El punto máximo se mide durante un periodo de 1,0 minutos.

Una vez que la premezcla está suficientemente mezclada tal como se define mediante la relación de suspensión del sistema, como se ha definido anteriormente, se transfiere a continuación al tanque LSR 20 mediante una bomba y un caudalímetro a un dispositivo 24 de dispersión de alta energía (es decir, un molino de rotor-estator), tal como un

Quadro ZC1, en determinadas realizaciones, a un caudal de aproximadamente 10 Kg/min a aproximadamente 1000 Kg/ min o de aproximadamente 40 Kg/min a aproximadamente 400 Kg/min. El dispositivo de dispersión de alta energía garantiza una dispersión uniforme de los modificadores de la reología dentro de la corriente de mezclado principal. En determinadas realizaciones, los modificadores de la reología se añaden al dispositivo de dispersión de alta energía a una velocidad controlada, tal como comprendida entre aproximadamente 0,01 % y aproximadamente 4 % individualmente o entre aproximadamente 0,1 % y añade 10 % colectivamente, en peso de la composición de higiene personal, para garantizar que se proporcionan las relaciones correctas de la fórmula. Los modificadores de la reología se pueden añadir en forma de polvo seco, polvo aglomerado, polvo aglomerado con otros ingredientes, polvo premezclado con otros ingredientes secos, o polvo premezclado con ingredientes líquidos. Un recubrimiento, por ejemplo, aceite mineral, se puede añadir a un modificador de la reología afectando adicionalmente la forma en que el modificador de la reología se dispersa o se hidrata en el sistema.

Una realización de este sistema sería la pérdida en los alimentadores por peso que alimentan los modificadores de la reología individuales al dispositivo de dispersión de alta energía. De forma típica, poco después de añadir los modificadores de la reología, la reología de la premezcla comienza a aumentar. La velocidad de aumento de la viscosidad depende del tipo de modificador de la reología utilizado, la formulación, y las condiciones de procesamiento. Es también posible añadir ingredientes sólidos visuales también mediante el dispositivo de dispersión de alta energía. Este enfoque puede proporcionar otras ventajas de eficacia del procesamiento al reducir el número de veces que la premezcla debe cambiarse, y permitir una división eficaz de las premezclas en diferentes lotes de producto terminado. Ejemplos de modificadores de la reología que se pueden añadir según este enfoque son: goma xantano, carboximetilcelulosa, carragenato, carbómero, hidroxietilcelulosa, goma guar, o sílice de espesamiento. Los ejemplos de ingredientes sólidos visuales son dióxido de titanio, especies de polietileno, gránulos, sílices pigmentadas, o mica.

Tras salir del dispositivo de dispersión de alta energía, seguidamente la premezcla puede fluir a través de un dispositivo de desaireación en línea, tal como una bomba Yokota ASP-515 o ASP-610. El dispositivo de desaireación en línea puede eliminar hasta aproximadamente 0,001 % en volumen de la premezcla o menos de aire, tal como se determina por un método de detección con sonar, lo que está por debajo del nivel de aire que el consumidor puede apreciar de aproximadamente 0,5 % en volumen o más de aire, lo que permite una ventana de proceso sólida. En determinadas realizaciones, el dispositivo de desaireación en línea puede reducir el nivel de aire de la premezcla a aproximadamente 0,01 % o menos, en volumen de la premezcla. En otras realizaciones adicionales, el dispositivo de desaireación en línea puede suministrar un rendimiento de eliminación de aire con respecto al líquido de aproximadamente 0,15 l/kg a aproximadamente 0,6 l/kg o de aproximadamente 0,2 l/kg a aproximadamente 0,5 l/kg. Además del tamaño del dispositivo de desaireación en línea puede suministrar un cociente de pérdida (residuos en el desaireador)/rendimiento de aproximadamente 1 1/s a aproximadamente 8 1/s o de aproximadamente 2 1/s a aproximadamente 4 1/s. La desaireación en línea se puede producir después de que todos los ingredientes secos se hayan añadido a la corriente, de forma que se pueda maximizar el aire extraído. Dado que los modificadores de la reología comienzan a aumentar la reología tan pronto como se añaden a la premezcla (como se define por la velocidad de hidratación del sistema). La velocidad de hidratación de las formulaciones depende de numerosos componentes de la fórmula, tal como el tipo de modificador de la reología, nivel de agua, fuerza iónica, carga de sólidos y otros atributos. Además, la velocidad de hidratación está impulsada por las condiciones de proceso tales como la temperatura y la densidad de energía del dispositivo de dispersión de alta energía.

También es importante que la desaireación se produzca a una reología menor que la del producto terminado, tal como la pasta de dientes, para maximizar la eficacia (velocidad), ya que se necesitará menos energía para extraer el aire de un material que tenga una reología menor, en comparación con un material que tenga una reología mayor. Por consiguiente, el dispositivo de desaireación en línea se puede situar tan cerca como sea posible del dispositivo de dispersión de alta energía. El dispositivo de desaireación en línea se puede situar de tal forma que la caída de presión entre el dispositivo de dispersión de alta energía y el dispositivo de desaireación en línea es inferior a la presión de bombeo del dispositivo de dispersión de alta energía. En determinadas realizaciones, si esto no es posible, entonces la válvula de control de la presión se puede sustituir por una bomba de desplazamiento positivo para controlar la contrapresión del dispositivo de dispersión de alta energía y garantizar que la premezcla se puede alimentar al dispositivo de desaireación en línea. Esta relación se puede definir por el tiempo de residencia de los modificadores de la reología desde el punto de contacto de la premezcla a través del dispositivo de desaireación en línea y la velocidad de hidratación del sistema.

La eficacia de desaireación se puede mejorar reduciendo o eliminando los tensioactivos de espumación, tales como el laurilsulfato de sodio. Por lo tanto, en determinadas realizaciones, los tensioactivos de espumación del dentífrico se añaden después las etapas de desaireación. Se pueden utilizar tensioactivos emulsionantes, tales como polisorbato 80, antes de la etapa de desaireación sin impacto apreciable sobre la eficacia de desaireación.

La viscosidad de la corriente entre el dispositivo de dispersión de alta energía, y el dispositivo de aireación en línea, en determinadas realizaciones, está entre aproximadamente 0,01 Pa.s y aproximadamente 1000 Pa.s medida a 10 s⁻¹ y, en otras determinadas realizaciones, entre aproximadamente 0,01 Pa.s y aproximadamente 100 Pa.s medida a 10 s⁻¹ usando el protocolo de medición anteriormente descrito.

La densidad de energía, o cantidad de energía transferida a la premezcla por una pieza del equipo, del dispositivo de dispersión de alta energía se define mejor por la energía mecánica observada del dispositivo (medida de forma típica en la VFD o servomotor) y el caudal de premezcla a través del sistema. Se ha demostrado que esta cantidad de energía afecta

la textura de la composición de higiene personal y la velocidad global de hidratación del sistema. Una densidad de energía aceptable, como se ha descrito anteriormente, estaría comprendida entre aproximadamente 0,5 KW/Kg/s y aproximadamente 11 KW/Kg/s o de aproximadamente 3 KW/Kg/s a aproximadamente 9 KW/Kg/s. También se ha observado que la energía para conseguir una textura aceptable está inversamente relacionada con la velocidad de hidratación cuando el resto de condiciones se mantienen constantes, tal como la temperatura. La relación entre la velocidad de hidratación y la densidad de energía mínima está típicamente en el intervalo de aproximadamente 0,001 Kg/KWs² a aproximadamente 0,10 Kg/KWs². Los valores se calculan con la ecuación siguiente:

$$\frac{(\mu_{10s} - \mu_0)}{(\mu_0)(10s)} \bigg/ \frac{PD}{Q} = RHpmED$$

donde: μ_{10s} – viscosidad medida 10 segundos después de la adición del espesante dispersado (Pa.s)

μ_0 – viscosidad medida del sistema antes de añadir el polímero soluble en agua (Pa.s)

PD – arrastre de polvo (kW)

Q – caudal del sistema (Kg/s)

RHpmED – Velocidad de hidratación para una densidad de energía mínima [velocidad de hidratación con respecto a la densidad de energía del sistema comparada con la velocidad de hidratación por sí misma]; (Kg/ KWs²)

Sigue a continuación una descripción del método para determinar la velocidad de hidratación. Con el desarrollo de un recipiente de mezclado de ensayo y un propulsor de ensayo, es posible comprender la evolución de la reología mientras se combinan múltiples corrientes de fluido, líquidos y polvos, o combinaciones de materiales que utilizan un reómetro rotativo convencional que se correlaciona con procesos de fabricación a mayor escala. El reómetro rotativo convencional tiene la ventaja de un motor controlado con precisión y un sensor de par muy sensible. Se pueden crear combinaciones líquido/líquido y líquido/polvo utilizando un sistema de recipiente de mezclado y propulsor de ensayo. El recipiente de mezclado y propulsor de ensayo están diseñados para ayudar a dispersar los polvos y/o los líquidos en otros fluidos.

Equipo

Las dimensiones del recipiente de mezclado de ensayo se optimizan respecto del diseño del propulsor para proporcionar un mezclado líquido/líquido o líquido/sólido adecuado. Para los experimentos de velocidad de hidratación, un diseño de experimento típico se detalla a continuación para un tipo de propulsor y fue el diseño usado para respaldar los datos de velocidad de hidratación incluidos en esta solicitud. Para otros impulsores, el diámetro interno y la altura del recipiente de mezclado de ensayo, así como el diámetro del propulsor, huecos, etc., se optimizarán para dicho propulsor.

1. Recipiente de mezclado de ensayo:

a. El recipiente de mezclado de ensayo está diseñado para ser una versión en miniatura de un tanque de mezclado tradicional. El recipiente de mezclado de ensayo está construido de material plástico, típicamente, acrílico o poli(cloruro de vinilo) (PVC) transparente. Como se muestra en la Fig. 3 el recipiente de mezclado de ensayo tiene forma cilíndrica con un fondo plano y dos puertos de inyección para adición de material.

b. Dimensiones del recipiente de mezclado de ensayo:

i. Diámetro interno: 38,3 mm

ii. Diámetro externo: 42 mm

iii. Altura del recipiente: 65 mm

iv. Diámetro del puerto de inyección: 5 mm, redondo, separado 30 mm entre sí aproximadamente 35 mm desde el fondo del recipiente

2. Propulsor de mezclado:

a. Como se muestra en la Fig. 4, el propulsor de mezclado es un diseño de impulsor que combina una turbina de álabe inclinado tradicional con un diseño de propulsor de tipo hydrofoil. Las dimensiones del propulsor de mezclado correspondiente al recipiente de mezclado de ensayo anterior son las siguientes:

i. Diámetro del impulsor de álabe mixto (BD): 32,5 mm

ii. Anchura del impulsor de álabe mixto (BW): 13 mm

iii. Longitud del eje de mezclado (L): 55 mm

3. Reómetro:

a. Reómetro de esfuerzo controlado TA Instruments ARG2 o DHR3 (TA Instruments, New Castle, DE) provisto de un recipiente contenedor base peltier personalizado.

4. Metodología:

a. Determinar la densidad del fluido base del dentífrico mediante densímetro, pignómetro, etc.

b. Basándose en la densidad del fluido, pesar la cantidad adecuada de material base del dentífrico para proporcionar 28-30 ml de fluido al interior del recipiente de mezclado de ensayo.

c. Preparar suspensiones de polímero/aglutinante y prepesar las combinaciones adecuadas para satisfacer la tarjeta de fórmula del producto para dosificación

- i. Las suspensiones de aglutinante se pueden preparar en un sistema que permite que el polímero se disperse sin hinchamiento significativo. Por ejemplo, 40 % de goma xantano dispersada en PEG 300, 5 % de carbopol dispersado en agua acidificada, etc.
- d. Montar el recipiente de mezclado de ensayo sobre el soporte de base y alinear/centrar el propulsor de mezclado con el recipiente de mezclado de ensayo
- e. Bajar el propulsor de mezclado a la cámara de mezclado del recipiente de mezclado de ensayo. La separación típica lateral entre el propulsor de mezclado y el recipiente de mezclado de ensayo es de aproximadamente 5,5 mm. El hueco variará según los tipos de impulsores alternativo y las dimensiones del recipiente de mezclado de ensayo.
- f. Metodología del reómetro
- i. Se utiliza un diseño de experimento tradicional de máximo flujo donde la viscosidad y el par de fuerzas se vigilan en función de la velocidad de cizallamiento con el tiempo.
- ii. El reómetro se ajusta a la temperatura deseada
- iii. La velocidad del propulsor de mezclado se ajusta al rpm deseado para generar la velocidad de cizallamiento deseada de los propulsores. La velocidad de cizallamiento deseada está comprendida entre 1 y varios cientos s^{-1} .
- iv. La duración del experimento puede variar de 1 minuto a 10 minutos, dependiendo de la formulación a crear. Algunas formulaciones con menor necesidad de agua deben analizarse durante periodos de tiempo prolongados de hasta 1 hora.
- v. Los datos de tiempo, par de fuerzas y viscosidad se recogen durante el experimento a la velocidad de 0,5 a 1 segundo por punto de datos.
- g. Con el propulsor colocado, iniciar el programa de análisis a medida que se inyecta la suspensión de polvo o aglutinante en el recipiente de mezclado de ensayo a través de los puertos laterales en menos de dos segundos.
- h. Seguimiento de la viscosidad y el par de fuerzas durante el tiempo de medición con una tasa de muestreo inferior a una vez por segundo.
- i. Una vez que se ha completado el ciclo de ensayo definido (típicamente, un ciclo de 10 minutos), realizar las correcciones de Metilar-Otto sobre los datos brutos (Ait-kadi A., Marchal P., Choplin L., Chrissement, A., Bousmina M., "Quantitative Analysis of Mixer-Type Rheometers using the Couette Analogy", Canadian J. Chem Eng., 80 (6),1166-1174, 2002.).

Tras dejar el dispositivo de desaireación en línea, la premezcla puede fluir a continuación hasta un sistema de inyección de líquidos donde se pueden añadir los tensioactivos de la premezcla restantes para completar la fórmula. Puede ser deseable minimizar el tiempo de residencia entre el dispositivo de dispersión de alta energía y el sistema de inyección de líquidos para minimizar la caída de presión a través del sistema. Minimizar la caída de presión a través del sistema permite un equipo más pequeño y más eficaz y diámetros de tuberías más pequeños. Un equipo más pequeño suele tener menor coste de adquisición y funcionamiento; y las líneas más pequeñas suelen tener menos pérdidas. En determinadas realizaciones, el tiempo de residencia promedio entre el dispositivo de dispersión de alta energía y el sistema de inyección de líquidos es de aproximadamente 5 s a aproximadamente 30 s. La velocidad de hidratación y el rendimiento están relacionados mediante la siguiente ecuación:

$$\frac{(\mu_{30s} - \mu_0)}{(\mu_0)(30s)} / Q = RHpT$$

donde: μ_{30s} – viscosidad medida 30 segundos después de la adición del modificador de la reología (Pa.s)
 μ_0 – viscosidad medida del sistema antes de la adición del modificador de la reología (Pa.s)
 Q – caudal del sistema (Kg/s)
 RHpT – Velocidad de hidratación según rendimiento [relación de velocidad de hidratación respecto al rendimiento del sistema]; (Kg/s³)

Se ha observado que los valores de RHpT por debajo de 0,001 Kg/s³ y hasta 1 Kg/s³ proporcionan una caída de presión aceptable a través de un sistema de mezclado estático. Es posible que valores superiores a 1 Kg/s³ se pueden conseguir con opciones de mezclado dinámico, como se explica a continuación.

En determinadas realizaciones, los tensioactivos se incorporan a la corriente mediante la tecnología de mezclado en línea, tal como mediante el uso de mezcladores estáticos. En determinadas realizaciones, la mayoría del tensioactivo se añade después del dispositivo de desaireación en línea para maximizar la eficacia del proceso de desaireación en línea. Los mezcladores estáticos son bien conocidos en la técnica y suelen tener la forma de una serie de placas entrelazadas repetidas o aleatorias y, o aletas. Los mezcladores estáticos que se pueden utilizar en la presente invención incluyen el mezclador Chemineer SSC.75-4R-S (KMA 4 elementos 1,9 cm (3/4")) comercializado por Chemineer Inc., Dayton, OH 45401 y el mezclador Koch SMX 4 elementos (1,9 cm (3/4")) nominal) comercializados por Koch-Glitsch LP Mass Transfer Sales and Engineering, Cincinnati, OH. Otro tipo de mezclador que se puede utilizar es un mezclador dinámico. Un tipo de mezclador dinámico es un molino de alta cizalla, tales como los comercializados por IKA Works, Wilmington, NC. Adicionalmente, si se desea, los mezcladores estáticos u otros mezcladores en línea se pueden situar en o con uno o más de los tubos de entrada o aguas arriba de la región de confluencia. Adicionalmente, se pueden usar tanques de presión para proporcionar un flujo de materiales más constante combinados con el proceso descrito y reivindicado en la presente memoria. De forma adicional o alternativa, se puede usar una placa Zanker.

La selección del mezclador se puede ver afectada por la estructura de fases de la composición resultante y la optimización de la caída de presión a través del sistema, que se ve afectada por la velocidad de hidratación. Por ejemplo, para mezclar algunos materiales que se utilizan para producir una composición isotrópica, es suficiente un mezclador estático. Para mezclar otros materiales para producir una composición laminar, se puede usar más agitación para aumentar la viscosidad de la composición resultante. Por lo tanto, será adecuado un sistema de mezclado dinámico, tal como un molino de alta cizalla. Un sistema de mezclado dinámico tal como se utiliza en la presente memoria incluye sistemas de agitación discontinuos y continuos que utilizan un propulsor, boquilla mezcladora, un bucle de recirculación, percolación de gases, pantallas rotatorias o fijas o medios de agitación similares para combinar los materiales de la presente memoria.

Una composición de higiene personal acabada, tal como una pasta de dientes, en determinadas realizaciones, puede tener una viscosidad comprendida de aproximadamente 1 Pa.s a aproximadamente 200 Pa.s o de aproximadamente 1 Pa.s a aproximadamente 150 Pa.s medida a 1 s⁻¹. En determinadas realizaciones, la viscosidad se puede medir en un reómetro AR2000 (TA instruments, New Castle, DE). El reómetro AR2000 utiliza la siguiente metodología cuando se mide la reología: Para la etapa de acondicionado, la temperatura se configura a 25 °C y el equilibrado se realiza durante 10 minutos. Se mide un caudal estacionario con la velocidad de cizallamiento creciente aumentando la velocidad de cizallamiento (1/s) de 0,001 a 120,0 y configurando en modo Log. Se adquirieron tres (3) puntos por década a 25 °C durante un periodo de muestreo de 3,0 segundos con una tolerancia de 5 % hasta que se encuentran dos (2) puntos consecutivos dentro de la tolerancia. El punto máximo se mide durante un periodo de 1,0 minutos. Se mide un caudal estacionario con la velocidad de cizallamiento decreciente aumentando la velocidad de cizallamiento (1/s) de 120,0 a 0,01 y configurando en modo Log. Se adquirieron tres puntos por década a 25 °C durante un periodo de muestreo de 10,0 segundos con una tolerancia de 5 % hasta que se encuentran dos puntos consecutivos dentro de la tolerancia. El punto máximo se mide durante un periodo de 1,0 minutos. Tras dejar esta etapa, la premezcla se puede envasar, por ejemplo, en uno o más recipientes que tengan volúmenes iguales o diferentes. El uno o más recipientes que contienen el producto se pueden finalmente enviar y comercializar al consumidor, o se pueden utilizar para el transporte y almacenamiento de la muestra como producto intermedio. De este modo, el uno o más recipientes se pueden seleccionar entre un dispositivo de almacenamiento a granel, por ejemplo, un tanque, un contenedor para automóviles, o contenedor para ferrocarril, o un envase final, por ejemplo, un tubo, frasco y/o un envase invertido. El almacenamiento en recipientes intermedios durante un periodo de tiempo dado puede mejorar el comportamiento de llenado para la formación de tiras. El uno o más recipientes pueden estar provistos de un cierre que se puede romper o volver a cerrar como es bien conocido en la técnica, y pueden estar hechos de cualquier material adecuado para contener los materiales combinados según la presente invención.

En determinadas realizaciones, se pueden emplear uno o más de los métodos de procesamiento descritos en la presente memoria o junto con uno o más métodos de procesamiento adicionales y los productos producidos mediante el uso de múltiples métodos de procesamiento pueden descargarse en un recipiente común, formando de este modo, por ejemplo, un producto que tiene múltiples capas, fases, diseños etc. Dichas capas, fases y/o diseños pueden estar mezclados o no en el recipiente para formar un producto homogéneo. En determinadas realizaciones, el método de procesamiento para fabricar una primera fase de un producto puede estar en una ubicación diferente del método de procesamiento para producir una segunda o múltiples fases para rellenar el recipiente con la composición multifase final, tal como un dentífrico con una fase de pasta y una fase de gel.

En un aspecto, el método de procesamiento o los múltiples métodos se pueden acoplar en una línea de llenado para rellenar recipientes con una primera fase, una segunda fase, una fase combinada, y/o una composición multifásica. En un aspecto, cuando se pretende que las composiciones se combinen con otra composición para formar un producto multifásico, este se puede introducir en los recipientes de muchas formas. Por ejemplo, se pueden rellenar recipientes combinando tecnología para rellenar tubos de pasta de dientes con un diseño de placa rotatoria. De forma adicional, la presente invención puede introducirse en recipientes según el método y aparato descritos en US-6.213.166. El método y aparato permite que dos o más composiciones se introduzcan con una configuración en espiral en un único recipiente usando al menos dos boquillas para llenar un recipiente, que se coloca sobre una placa rotatoria y se hace girar a medida que la composición se introduce en el recipiente.

Los ejemplos de algunos de los componentes que se pueden usar para fabricar dentífrico según los métodos de la presente invención se relacionan a continuación.

Como edulcorante, sacarina sódica, sacarosa, maltosa, lactosa, esteviósidos, neohesperidildigidrocaona, glicirricina, perillartina, aldehído p-metoxicinámico y similares se pueden usar en una cantidad de 0,05 a 5 % en peso de la pasta de dientes. Aceites esenciales tales como aceite de hierbabuena, aceite de menta, aceite de salvia, aceite de eucalipto, aceite de limón, aceite de lima, aceite de gaulteria y aceite de canela, otras especias y sabores frutales también, así como materiales aromatizantes aislados y sintéticos tales como l-mentol, carvona, anetol, eugenol y similares se pueden utilizar como sabores. El sabor se puede combinar en una cantidad de 0,1 a 5 % en peso de la pasta de dientes. Paraoxibenzoato de etilo, paraoxibenzoato de butilo, etc. se pueden usar como conservante. El edulcorante se puede añadir junto con el abrasivo. El sabor y el conservante se pueden añadir cuando se prepara el líquido del modificador de la reología algo hinchado o mezclado con el modificador de la reología después de mezclarse con el humectante. Las enzimas tales como dextranasa, enzima lítica, lisozima, amilasa y agentes antiplasma tales como ácido ÉPSILON-aminocaproico y ácido tranexámico,

compuestos de flúor tales como monofluorofosfato sódico-fluoruro sódico y fluoruro estannoso, sales de chlorhexidina, sales de amonio cuaternario, aluminio clorohidroxil alantoína, ácido glicirretínico, clorofila, cloruro sódico y compuestos de fosfórico se pueden utilizar como el principio activo. Además, gel de sílice, gel de sílice aluminio, ácidos orgánicos y sus sales se pueden combinar según se desee. Un ingrediente orgánico eficaz de baja viscosidad se puede añadir cuando se prepara el líquido del modificador de la reología algo hinchado.

La mezcla debería tener una baja viscosidad suficiente mientras se mezcla en el tanque de mezclado, pero tener una alta viscosidad suficiente al finalizar el proceso de formulación del dentífrico para evitar que el producto rebose del cepillo tras su dispensación. Por tanto, el modificador de la reología deberá proporcionar a la mezcla un aumento de viscosidad mínima mientras está en la mezcla, pero un aumento de la viscosidad entre el tiempo en que la mezcla sale del tanque de mezclado y el dentífrico se introduce en el recipiente de dispensación.

De forma típica, los modificadores de la reología que aportan el nivel más alto de pseudoplasticidad son aquellos que forman estructuras por interacciones carga-carga o enlaces de hidrógeno, tales como sílices coloidales y arcillas del tipo hectorita. Desde un punto de vista relacionado con el caudal, estos materiales tienen unas características ideales, presentando una alta reducción de la viscosidad por cizallamiento. Los modificadores de la reología que forman redes reticuladas, tales como derivados de polisacáridos, que incluyen goma xantano o polímeros sintéticos, que incluyen carbómero, también dan un alto grado de pseudoplasticidad. Los modificadores de la reología que forman estructura por entrecruzamiento de cadenas únicamente, tal como la goma de celulosa, también son pseudoplásticos, pero tienden a tener un nivel más bajo de pseudoplasticidad que los que tienen un orden tridimensional.

Los modificadores de la reología pueden utilizarse solos, o en combinación para formar "sistemas espesantes". Algunos modificadores de la reología, tales como hectorita, permiten una separación de fases de las composiciones en las que se utilizan en ausencia de un segundo modificador de la reología. De manera similar, es posible que existan restricciones en el nivel en que se utiliza un modificador de la reología específico, requiriendo la incorporación de modificadores de la reología adicionales para obtener el perfil reológico necesario.

Para un modificador de la reología o combinación de modificadores de la reología específicos, la consecución de un perfil reológico correcto que permita a la premezcla tener un caudal adecuado durante el mezclado para formar un dentífrico útil dependerá del nivel de formulación en el que se utiliza el modificador de la reología o la combinación de modificadores de la reología. De forma típica, aumentar el nivel de un modificador de la reología llevará a un aumento de la viscosidad. Por tanto, existe una ventana de niveles de modificador de la reología que permite la mezcla hasta prácticamente la salida del tanque de mezclado y para producir un dentífrico que quede retenido en las cerdas. El nivel o niveles óptimos de modificador de la reología o de una combinación de modificadores de la reología también estarán determinados por el grado de material utilizado, de forma típica, en función del peso molecular o de la longitud de la cadena del polímero, donde longitudes de cadena más largas resultan en una viscosidad más alta. El modificador de la reología también puede presentar una interacción sinérgica con otros ingredientes de la formulación, de modo que se altera el nivel requerido para obtener las viscosidades correctas durante el mezclado y el uso del dentífrico. Muchos otros factores pueden gobernar la selección de un modificador de la reología específico en una formulación específica. Una carga específica de modificador de la reología puede ser necesaria, por ejemplo, para evitar interacciones no deseadas con otros ingredientes.

Los modificadores de la reología adecuados para su uso en la presente invención incluyen modificadores de la reología orgánicos e inorgánicos, y mezclas de los mismos. Los modificadores de la reología inorgánicos incluyen hectorita y derivados, sílice hidratada, derivados de tipo silicato de magnesio ternarios y cuaternarios, bentonita y mezclas de los mismos. Los modificadores de la reología inorgánicos preferidos son hectorita y derivados, sílices hidratadas, y mezclas de los mismos. Los modificadores de la reología orgánicos incluyen goma xantano, carragenina y derivados, goma gellan, hidroxipropil metilcelulosa, goma de esclerocio y derivados, pululano, goma ramsano, goma welan, konjak, curdlano, carbómero, algina, ácido algínico, alginatos y derivados, hidroxietilcelulosa y derivados, hidroxipropil celulosa y derivados, derivados de fosfato de almidón, goma guar y derivados, almidón y derivados, copolímeros de anhídrido maleico con alquenos y derivados, goma de celulosa y derivados, copolímeros de etilenglicol/propilenglicol, poloxámeros y derivados, poliacrilatos y derivados, metilcelulosa y derivados, etilcelulosa y derivados, agar y derivados, goma arábica y derivados, pectina y derivados, quitosana y derivados, polietilenglicoles resinosos tales como PEG-XM donde X es ≥ 1 , goma karaya, goma de algarrobo, goma de natto, copolímeros de vinilpirrolidona con alquenos, goma tragacanto, poliacrilamidas, derivados de quitina, gelatina, betaglucano, dextrina, dextrano, ciclodextrina, metacrilatos, celulosa microcristalina, polyquaturniums, goma furcellaran, goma ghatti, goma de psyllium, goma de membrillo, goma de tamarindo, goma de alerce, goma de tara, y mezclas de los mismos. Se prefieren goma xantano, carragenina y derivados, goma gellan, hidroxipropil metilcelulosa, goma de esclerocio y derivados, pululano, goma ramsano, goma welan, konjak, curdlano, carbómero, algina, ácido algínico, alginatos y derivados, hidroxietilcelulosa y derivados, hidroxipropil celulosa y derivados, derivados de fosfato de almidón, goma guar y derivados, almidón y derivados, copolímeros de anhídrido maleico con alquenos y derivados, goma de celulosa y derivados, copolímeros de etilenglicol/propilenglicol, poloxámeros y derivados y mezclas de los mismos. Los más preferidos son goma xantano, carragenato y derivados, goma gellan, hidroxipropilmetilcelulosa, goma de esclerocio y derivados, pululano, goma ramsano, goma welan, konjak, curdlano y mezclas de los mismos.

Las cantidades de modificadores de la reología pueden estar comprendidas de 0,5 % a 4 %, superior a 0,5 % hasta 3 %, o superior a 0,5 %, hasta 2 % en peso de la composición total.

Las pastas de dientes producidas por los métodos de la presente invención pueden comprender más de aproximadamente 0,1 % en peso de un tensioactivo o mezcla de tensioactivos. Los niveles de tensioactivos mencionados en la presente invención son en una base activa al 100 %, aunque las materias primas comunes, como laurilsulfato de sodio, sean suministradas como soluciones acuosas de menor actividad. Los niveles adecuados de estos tensioactivos son de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 15 %, de aproximadamente 0,25 % a aproximadamente 10 %, y de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 5 % en peso de la composición. Los tensioactivos adecuados para usar en la presente memoria incluyen tensioactivos aniónicos, anfóteros, no iónicos, de ion híbrido y catiónicos, aunque son preferibles los tensioactivos aniónicos, anfóteros, no iónicos y de ion híbrido (y mezclas de los mismos).

Los tensioactivos aniónicos útiles en la presente memoria incluyen sales solubles en agua de alquilsulfatos y alquil éter sulfatos que tienen de 10 a 18 átomos de carbono en el radical alquilo, y sales solubles en agua de monoglicéridos sulfonados de ácidos grasos que tienen de 10 a 18 átomos de carbono. El laurilsulfato de sodio y los sulfonatos de sodio de monoglicérido de coco son ejemplos de tensioactivos aniónicos de este tipo. En algunas realizaciones, una pasta de dientes comprende al menos aproximadamente 0,125 %, al menos aproximadamente 0,5 %, o al menos aproximadamente 2 %.

Los tensioactivos catiónicos adecuados útiles en la presente invención se pueden definir en líneas generales como derivados de compuestos alifáticos de amonio cuaternario que tienen una cadena alquílica larga que contiene de aproximadamente 8 a 18 átomos de carbono tales como cloruro de lauril trimetilamonio; cloruro de cetil piridinio; cloruro de benzalconio; bromuro de cetil trimetilamonio; cloruro de di-isobutilfenoxietil-dimetilbencilamonio; nitrito de coco alquiltrimetilamonio; fluoruro de cetil piridinio; etc. Algunos tensioactivos catiónicos pueden también actuar como germicidas en las composiciones descritas en la presente memoria.

Los tensioactivos no iónicos adecuados que pueden ser utilizados en las composiciones de la presente invención pueden definirse ampliamente como compuestos producidos por la condensación de grupos de óxido de alqueno (hidrófilos por naturaleza) con un compuesto hidrófobo orgánico, que puede ser alifático y/o aromático por naturaleza. Los ejemplos de tensioactivos no iónicos adecuados incluyen los poloxámeros; derivados de sorbitán, tal como diisosteato de sorbitán; condensados de óxido de etileno con aceite de ricino hidrogenado, tal como el aceite de ricino hidrogenado PEG-30; condensados de óxido de etileno con alcoholes alifáticos o alquilfenoles; productos derivados de la condensación de óxido de etileno con el producto de la reacción de óxido de propileno y etilendiamina; óxidos de amina terciaria de cadena larga; óxidos de fosfina terciaria de cadena larga; sulfóxidos de dialquilo de cadena larga y mezclas de dichos materiales. Estos materiales son útiles para estabilizar espumas sin contribuir a la formación de viscosidad excesiva en la composición oral.

Los tensioactivos de ion híbrido pueden describirse ampliamente como derivados de compuestos de amonio, fosfonio y sulfonio cuaternario alifático, en los que los radicales alifáticos pueden ser una cadena lineal o ramificada, y en donde uno de los sustituyentes alifáticos contiene de aproximadamente 8 a 18 átomos de carbono, y otro contiene un grupo aniónico solubilizante en agua, p. ej., carboxi, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato.

Los dentífricos producidos por los métodos de la presente invención pueden comprender más de aproximadamente 50 % de materiales de vehículos líquidos. El agua está habitualmente presente. El agua utilizada en la preparación de un dentífrico adecuado comercial debe estar desionizada y exenta de impurezas orgánicas. El agua generalmente comprende al menos 10 %, preferiblemente de 20 % a 70 % en peso de las composiciones de dentífrico líquidas de la presente memoria. Más preferiblemente, las composiciones incluyen al menos aproximadamente 30 % de agua, de forma adecuada de aproximadamente 30 % a aproximadamente 50 % de agua. Estas cantidades de agua incluyen el agua pura que se añade más la que se incorpora con otros materiales, como sorbitol y soluciones tensioactivas.

Por lo general, el vehículo líquido incluirá además uno o más humectantes. Los humectantes adecuados incluyen glicerina, sorbitol, y otros alcoholes polihidroxiados comestibles, tales como polietilenglicoles de bajo peso molecular, en niveles de aproximadamente 15 % a aproximadamente 50 %. Para proporcionar el equilibrio óptimo entre propiedades de espumación y resistencia al secado, la relación de agua total a humectante total es preferiblemente de aproximadamente 0,65:1 a 1,5:1, preferiblemente de aproximadamente 0,85:1 a 1,3:1.

Las viscosidades de las composiciones orales de la presente memoria pueden verse afectadas en gran medida por la viscosidad de los líquidos newtonianos presentes en la composición. Estos pueden ser líquidos puros, como glicerina o agua, o una solución de un soluto en un disolvente, como una solución de sorbitol en agua. El nivel de contribución del líquido Newtoniano a la viscosidad de la composición oral no Newtoniana dependerá del nivel en el que se incorpora el líquido newtoniano. De forma típica, en una composición oral, el agua está presente en una cantidad significativa, y tiene una viscosidad newtoniana de aproximadamente 1 mPa·s a 25 °C. Los humectantes, como las soluciones de glicerina y sorbitol, tienen, de forma típica, una viscosidad newtoniana significativamente superior a la del agua. En consecuencia, el nivel total de humectantes, la relación entre el agua y los humectantes y la selección de los humectantes son esenciales para determinar la viscosidad a velocidades de cizallamiento altas de las composiciones orales.

- Pueden utilizarse humectantes comunes, como sorbitol, glicerina, polietilenglicoles, propilenglicoles y mezclas de los mismos, pero los niveles y relaciones específicos utilizados variarán dependiendo de la selección del humectante. Se puede utilizar sorbitol, pero, debido a su viscosidad newtoniana relativamente alta, de forma típica no puede ser incorporado en niveles superiores a 45 % en peso de la composición, ya que favorece significativamente la viscosidad a velocidades de cizallamiento altas de la composición oral. A la inversa, el propilenglicol puede ser utilizado en niveles más altos, ya que tiene una viscosidad newtoniana inferior a la del sorbitol y, por lo tanto, no contribuye tanto a la viscosidad a velocidades de cizallamiento altas de la composición oral. La glicerina tiene una viscosidad newtoniana intermedia entre la del sorbitol y la del polietilenglicol.
- El etanol también puede estar presente en las composiciones orales. Las cantidades en peso pueden variar del 0,5 al 5 %, de manera óptima, del 1,5 al 3,5 % en peso de la composición total. El etanol puede ser un disolvente útil, y también puede servir para mejorar la percepción de un sabor, aunque para este último aspecto normalmente solo se utilizan niveles bajos. También se pueden utilizar disolventes no etanólicos, como propilenglicol. En la presente invención, también son útiles los polietilenglicoles de bajo peso molecular.
- La composición oral de la presente memoria comprenderá, de forma típica, una variedad de otros componentes, tales como abrasivos, fuentes de ion fluoruro, agentes quelantes, agentes antimicrobianos, modificadores de la reología, aceites de silicona y otros adyuvantes, tales como agentes conservantes y colorantes.
- Los dentífricos producidos por los métodos de la presente invención pueden comprender un abrasivo dental. Los abrasivos sirven para pulir los dientes, retirar depósitos superficiales, o ambos. El material abrasivo contemplado para su uso en la presente invención puede ser cualquier material que no desgaste excesivamente la dentina. Abrasivos adecuados incluyen agentes de pulido de tipo fosfato insoluble, tal como, por ejemplo, fosfato dicálcico, fosfato tricálcico, pirofosfato de calcio, pirofosfato de calcio de fase beta, fosfato dicálcico dihidratado, fosfato cálcico anhidro, metafosfato sódico insoluble y similares. También son adecuados materiales abrasivos de tipo tiza tales como carbonatos de calcio y de magnesio, sílices que incluyen xerogeles, hidrogeles, aerogeles y precipitados, alúmina y productos hidratados de la misma, tales como alfa-alúmina trihidratada, aluminosilicatos tales como silicato de aluminio calcinado y silicato de aluminio, silicatos de magnesio y circonio tales como trisilicato de magnesio y resinas polimerizadas termoendurecibles tales como productos de condensación en forma de partículas de urea y formaldehído, polimetilmetacrilato, polietileno en polvo y otros, tal como se describe en US-3.070.510. También pueden utilizarse mezclas de materiales abrasivos. Los materiales de pulido abrasivos tienen generalmente un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 30 μm , preferiblemente de aproximadamente 1 a 15 μm .
- Las composiciones orales descritas en la presente memoria pueden tener valores de abrasión de dentina radioactiva (RDA) de aproximadamente 70 a aproximadamente 200, de aproximadamente 70 a aproximadamente 140, o de aproximadamente 80 a aproximadamente 125. Los valores RDA se determinan según el método expuesto por Hefferen, "Journal of Dental Research", julio-agosto de 1976, págs. 563-573, y descrito en Wason, US-4.340.583, US-4.420.312 y US-4.421.527.
- Los materiales no abrasivos, como los polifosfatos, también pueden contribuir al valor de la RDA. No obstante, un valor de la RDA de un abrasivo se puede medir en ausencia de estos materiales. En las composiciones de la presente invención, es preferible que los propios abrasivos tengan una RDA de aproximadamente 70 a aproximadamente 140, o de aproximadamente 80 a aproximadamente 125, al ser utilizados con una carga de 5 %.
- Los abrasivos dentales de sílice de diversos tipos ofrecen un rendimiento de limpieza y de pulido dental excepcional sin desgastar de forma innecesaria el esmalte dental o la dentina. El abrasivo de sílice puede ser sílice precipitada o geles de sílice tales como los xerogeles de sílice descritos en Pader y col. US-3.538.230, concedida el 2 de marzo de 1970, y en DiGiulio, US-3.862.307, 21 junio de 1975, por ejemplo los xerogeles de sílice comercializados con el nombre comercial "Syloid" por W. R. Grace & Company, Davison Chemical Division. Las sílices precipitadas adecuadas incluyen las comercializadas por INEOS con los nombres comerciales Sorbosil AC 43 y AC 33. Se pueden usar sílices que tienen una absorción de aceite de 30 g por 100 g a 100 g por 100 g de sílice. Se ha descubierto que las sílices con niveles de absorción de aceite bajos son menos estructurantes y, por tanto, no aumentan la viscosidad de la composición oral en la misma medida que las sílices que son más altamente estructurantes y, por lo tanto, tienen unos niveles de absorción de aceite superiores. En la presente memoria, la absorción de aceite se mide midiendo la cantidad máxima de aceite de linaza que la sílice es capaz de absorber a 25 °C.
- Los niveles de abrasivos adecuados pueden ser de aproximadamente 0 % a aproximadamente 20 % en peso de la composición total, en algunas realizaciones, inferior a 10 %, tal como de 1 % a 10 %. En determinadas realizaciones, se pueden usar niveles de abrasivo de 3 % a 5 % en peso de la composición total.
- Normalmente, para la protección contra la caries, una fuente de ión fluoruro estará presente en la composición oral. Las fuentes de fluoruro incluyen fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, fluoruro de calcio, fluoruro estannoso, monofluorofosfato estannoso y monofluorofosfato de sodio. Niveles adecuados proporcionan de 25 a 2500 ppm de ión de fluoruro disponible en peso del dentífrico líquido.

Otro agente opcional es un agente quelante, que tiene valor como agente anticálculos. Los agentes quelantes adecuados incluyen ácidos orgánicos y sus sales, tales como ácido tartárico y sales farmacéuticamente aceptables del mismo, ácido cítrico y citratos de metales alcalinos y mezclas de los mismos. Los agentes quelantes pueden formar complejos con el calcio que se encuentra en las paredes celulares de las bacterias. Los agentes quelantes también pueden atacar la placa eliminando calcio de los puentes de calcio, lo que ayuda a mantener esta biomasa intacta. No obstante, es posible utilizar un agente quelante que tiene una afinidad con el calcio que es demasiado alta, dando como resultado la desmineralización de los dientes. En determinadas realizaciones, los agentes quelantes tienen una constante de unión al calcio de aproximadamente 101 a 105 para proporcionar limpieza mejorada con reducida formación de placa y sarro. Las cantidades de quelante que se pueden usar en las formulaciones de la presente invención son de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 2,5 %, de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 2,5 % o de aproximadamente 1,0 % a aproximadamente 2,5 %. El agente quelante de tipo sal de ácido tartárico se puede utilizar de forma individual o junto con otros agentes quelantes opcionales.

Otro grupo de agentes especialmente adecuados para su uso como agentes quelantes en la presente invención son los polifosfatos solubles en agua, polifosfonatos y pirofosfatos, que son útiles como agentes anticálculos. Las sales de pirofosfato utilizadas en las presentes composiciones pueden ser cualquiera de las sales de pirofosfato de metal alcalino. Una cantidad eficaz de sal de pirofosfato útil en la presente composición es normalmente suficiente para proporcionar al menos el 1,0 % de iones pirofosfato, o de aproximadamente 1,5 % a aproximadamente 6 % de dichos iones. Las sales de pirofosfato se describen más detalladamente en Kirk & Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, segunda edición, volumen 15, Interscience Publishers (1968).

Se pueden usar polifosfatos solubles en agua tales como tripolifosfato de sodio, tripolifosfato de potasio y hexametáfosfato de sodio. Otros agentes anticálculos de cadena larga de este tipo se describen en WO98/22079. También se prefieren los difosfonatos solubles en agua. Los difosfonatos solubles adecuados incluyen etano-1-hidroxi-1,1-difosfonato (EHDP) y azacicloheptano-disfosfonato (AHP). Los tripolifosfatos y difosfonatos son especialmente preferibles, ya que proporcionan una acción antisarro y una acción de eliminación de manchas sin aumentar la viscosidad en la misma medida que agentes de eliminación de manchas químicos menos solubles en agua, y son estables con respecto a la hidrólisis en agua. Los polifosfatos y difosfonatos solubles son ventajosos como principios activos contra las manchas. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que estos ingredientes eliminan manchas desorbiendo las películas de manchas de la superficie del esmalte dental. Los niveles adecuados de polifosfatos y difosfonatos solubles en agua son de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 10 %, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 5 %, o de aproximadamente 1,5 % a aproximadamente 3 % en peso de la composición oral.

Otro posible grupo de agentes quelantes adecuados para su uso en la presente invención son los policarboxilatos poliméricos aniónicos. Estos materiales son bien conocidos en la técnica, utilizándose en forma de sus ácidos libres o de sales de metal alcalino (por ejemplo, potasio y, preferiblemente, sodio) o sales de amonio solubles en agua, parcialmente neutralizadas o, preferiblemente, totalmente neutralizadas. Se describen policarboxilatos poliméricos adicionales en US-4.138.477 y en US-4.183.914, e incluyen copolímeros de anhídrido maleico con estireno, isobutileno o etilvinil éter, ácidos poliacrílico, poliitacónico y polimaleico, y oligómeros sulfoacrílicos con un PMP tan bajo como 1000, disponible como Uniroyal ND-2.

Los agentes antimicrobianos son también de utilidad en la presente invención. Se puede usar una amplia variedad de agentes antimicrobianos, incluidas las sales estannosas tales como el pirofosfato estannoso y el gluconato estannoso; sal de cinc, tales como lactato de cinc y citrato de cinc; sales de cobre, tales como bisglicinato de cobre; sales de amonio cuaternario, tales como cloruro de cetilpiridinio y cloruro de tetradecilpiridinio; sales de bis-biguanida; y agentes antimicrobianos no iónicos tales como triclosán. Algunos aceites esenciales, tal como el timol, también pueden tener acción antimicrobiana. Dichos agentes se describen en US-2.946.725 y US-4.051.234. El clorito de sodio, descrito en el documento WO 99/43290, también es útil.

Los agentes antimicrobianos, si están presentes, se incluyen de forma típica en cantidades de aproximadamente 0,01 % a aproximadamente 10 %. Los niveles de agentes antimicrobianos de ion estannoso y catiónicos se puede mantener a menos de 5 % o menos de 1 % de evitar problemas de manchado.

En algunas realizaciones los agentes antimicrobianos son agentes antimicrobianos, no catiónicos, tal como se describe en US-5.037.637. Un agente antimicrobiano especialmente eficaz es 2',4,4'- triclora-2-hidroxi-difenil éter (triclosán).

Un ingrediente opcional de las presentes composiciones es el aceite de silicona. Los aceites de silicona pueden ser útiles como barreras de placa, como se describe en WO 96/19191. Las clases de aceites de silicona adecuadas incluyen, aunque no de forma limitativa, dimeticonas, dimeticonoles, copoliol dimeticonas y aminoalquilsiliconas. Los aceites de silicona normalmente están presentes en un nivel de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 15 %, de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 5 %, o de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 3 % en peso.

Agentes edulcorantes, como sacarina de sodio, ciclamato de sodio, acesulfamo K, aspartamo, sacarosa y similares, pueden incluirse en niveles de aproximadamente 0,1 a 5 % en peso. Otros aditivos también se pueden incorporar, incluidos los sabores, conservantes, opacificantes y colorantes. Los colorantes habituales son D&C

Yellow n.º 10, FD&C Blue n.º 1, FD&C Red n.º 40, D&C Red n.º 33 y combinaciones de los mismos. Los niveles del colorante pueden variar del 0,0001 al 0,1 %.

Ejemplos

Para determinar la generación de viscosidad mediante el uso de la adición de modificadores de la reología de etapa final, se prepararon varias formulaciones de pasta de dientes; véase la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2

Premezcla de componentes	Muestra con alto contenido de sorbitol (peso en gramos)	Muestra con alto contenido de agua (peso en gramos)	Muestra con bajo contenido de agua (peso en gramos)
Fluoruro sódico	0,093	0,101	0,104
Glicerina			13,754
Propilenglicol			4,039
Polietilenglicol 600			0,852
Sorbitol	29,791	10,145	2,046
Agua	0,840	16,177	2,100
Sílice	6,633	6,222	10,011
Pirofosfato tetrasódico			2,369
Fosfato sódico	0,588		
Pirofosfato de sodio		1,323	
Hidróxido sódico		0,705	0,741
Bicarbonato sódico			3,834
Aceite de hierbabuena	0,402	0,415	0,447
Sacarina sódica	0,111	0,166	0,173
Colorante FD&C Amarillo n.º 5	0,044		
Colorante FD&C Blue n.º 1	0,022		0,426
Dióxido de titanio		0,104	
Poloxámero 407			0,170
Polisorbato 80	0,004	0,004	
Totales de adición de la premezcla	38,529	35,362	41,066
Componentes de la premezcla 1 de adición tardía			
Polietilenglicol 300	0,829	1,504	1,500
Goma xantano		0,104	0,400
Carboximetilcelulosa sódica	0,332	0,498	0,200
Componentes de la premezcla 2 de adición tardía			
Agua	1,946	2,489	
Carbopol	0,097	0,124	
Totales	40,904	38,576	41,666

Cada una de las muestras (muestra con alto contenido de sorbitol, muestra con alto contenido de agua, muestra con bajo contenido de agua) se preparó usando la adición del modificador de la reología posterior de la presente invención y la velocidad de hidratación se midió según la metodología detallada a continuación, y anteriormente descrita. La velocidad de hidratación se midió como medio de describir la viscosidad del sistema en relación con tiempos de proceso cortos. Medir la viscosidad del producto es práctica común en procesamiento de fluidos. La adición posterior del modificador de la reología hace que el tiempo relativo de impacto de la viscosidad sea crítico para entenderlo, y obliga a que la comprensión se realce en escalas temporales omitidas históricamente en el procesamiento por lotes.

Equipo:

El recipiente de mezclado de ensayo usado para preparar las muestras de premezcla tiene un diámetro interno de 38,3 mm, un diámetro externo de 42 mm, una altura de recipiente de 65 mm, y dos puertos de inyección con un diámetro de 5 mm, estaban separadas entre sí 30 mm y situadas a 35 mm de la parte inferior del recipiente. El propulsor de mezclado usado para mezclar la premezcla en el recipiente de mezclado de ensayo tiene un diámetro de álabe de 32,5 mm de diámetro, una anchura de álabe de 13 mm, y la longitud del árbol del propulsor

de mezclado era de 55 mm. El reómetro era un reómetro de esfuerzo controlado TA Instruments ARG2 (TA Instruments, New Castle, DE) provisto de un recipiente contenedor base peltier personalizado.

Metodología:

5 Para cada muestra, los componentes de la premezcla se añadieron al recipiente de mezclado de ensayo en las cantidades mostradas en la Tabla 2. Los componentes de la premezcla 1 y 2 de adición posterior se mezclaron en un recipiente fuera de línea hasta que se mezclaron visualmente y quedaron exentas de grumos, para su adición posterior a la premezcla. El recipiente de mezclado de ensayo se montó en un soporte base, y el propulsor de mezclado se alineó con el recipiente de mezclado de ensayo y se bajó a la cámara del recipiente de mezclado de ensayo hasta una separación de 5,5 mm. El reómetro se ajustó a 25 °C. El parámetro del reómetro de ensayo se ajustó para una curva de flujo máxima con un punto de consigna de la velocidad de cizallamiento de 25 s⁻¹ y los datos se recogieron durante 10 minutos a 1 punto por segundo. Con el propulsor de mezclado instalado, se inició el programa TA Rheology Advantage (TA Instruments, New Castle, DE) y a los 5 segundos se inyectó puntualmente, con una jeringa de 5 ml o 10 ml, la premezcla 1 y 2 de adición posterior en menos de tres segundos mediante los dos puertos de inyección. Con el reómetro se determinaron la viscosidad, el esfuerzo de cizallamiento, la velocidad de cizallamiento, y la temperatura. La velocidad de cizallamiento se ajustó a 64 s⁻¹ usando el reómetro y la relación de Metzner Otto. Los datos de viscosidad antes de la adición de la Premezcla 1 y 2 de adición posterior se usó a μ_0 , los datos de viscosidad a 10 segundos después de añadir la Premezcla 1 y 2 de adición posterior se usaron a μ_{10} , y los datos de viscosidad a 30 segundos después de añadir la Premezcla 1 y 2 de adición posterior se utilizó como μ_{30} y así sucesivamente. La velocidad de hidratación de cada muestra se determinó utilizando las siguientes ecuaciones:

$$\frac{(\mu_{10s} - \mu_0)}{(\mu_0)(10s)} = RH_{10s}$$

$$\frac{(\mu_{30s} - \mu_0)}{(\mu_0)(30s)} = RH_{30s}$$

25 μ_{30} s – viscosidad medida 30 segundos después de añadir la Premezcla 1 y 2 de adición posterior (Pa.s)
 μ_{10} s – viscosidad medida 10 segundos después de añadir la Premezcla 1 y 2 de adición posterior (Pa.s)
 μ_0 – viscosidad medida del sistema antes de la adición del modificador de la reología (Pa.s)

Tabla 3

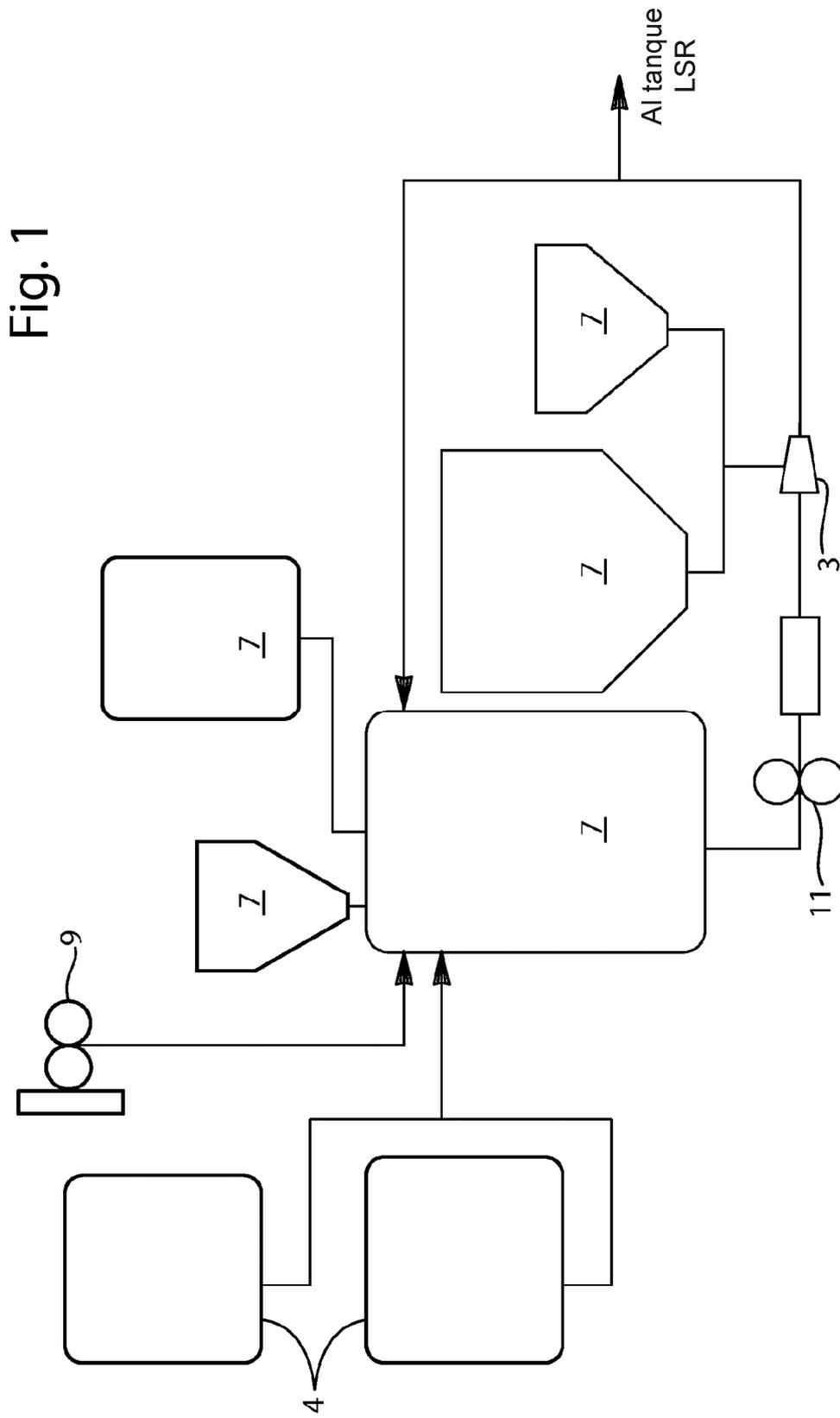
Muestras	Velocidad de hidratación a 10 s (1/s)	Velocidad de hidratación a 30 s (1/s)
Muestra con alto contenido de agua	(0,45 Pa.s-0,11 Pa.s)/ ((0,11 Pa.s)(10 s))= 0,309	(1,98 Pa.s-0,11 Pa.s)/ ((0,11 Pa.s)(30 s))= 0,567
Muestra con alto contenido de sorbitol	(0,63 Pa.s-0,59 Pa.s)/ ((0,59 Pa.s)(10 s))= 0,007	(0,81 Pa.s-0,59 Pa.s)/ ((0,59 Pa.s)(30 s))= 0,012
Muestra con bajo contenido de agua	(3,52 Pa.s-3,52 Pa.s)/ ((3,52 Pa.s)(10 s))= 0,000	(3,58 Pa.s-3,52 Pa.s)/ ((3,52 Pa.s)(30 s))= 0,001

35 La Tabla 3 muestra los datos de velocidad de hidratación de las muestras generadas con el método anterior. Los datos respaldan que las composiciones de higiene personal con amplios intervalos de velocidades de hidratación se pueden producir con esta metodología de reología posterior, de tal forma que la mayor parte de la reología se consigue después de salir del equipo de proceso. Al tener un tiempo de residencia promedio relativamente corto en el proceso (de aproximadamente 60 segundos) y velocidades de hidratación en el intervalo descrito anteriormente, se pueden conseguir eficacias del proceso, tal como una reducción en las paradas entre los diferentes lotes.

40 En general, los datos de velocidad de hidratación pueden diferenciarse en fórmulas con alto contenido de agua, alto contenido de sorbitol, y bajo contenido de agua. El ensayo puede mostrar claramente cómo cada sistema de disolvente y de modificador de la reología interactúan en escalas de tiempo cortas, dando lugar a cambios de viscosidad. Esta velocidad de hidratación (generación de viscosidad) afecta significativamente la eficacia y los requisitos de energía de un sistema de procesamiento. Para un sistema de hidratación rápida, se debe minimizar el tiempo dentro del sistema de procesamiento para mejorar la eficacia. En teoría, si un sistema se hidrata demasiado lentamente, el producto no alcanzará una viscosidad aceptable para el consumidor desde el punto de vista del uso.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir una composición de higiene personal que comprende:
- 5 a) conformar, en un tanque de mezclado, premezcla que tiene una viscosidad menor que una composición de higiene personal envasada, en donde la viscosidad de la premezcla en el tanque de mezclado está en el intervalo de 0,01 Pa.s a 10 Pa.s medida a 10 s⁻¹;
- b) transferir la premezcla desde el tanque de mezclado hasta un dispositivo de dispersión de alta energía adecuado para transferir una densidad de energía entre 0,5 KW/Kg/s a 11 KW/Kg/s;
- 10 c) añadir modificador de la reología a la premezcla;
- d) desairear la premezcla;
- e) añadir un tensioactivo a la premezcla después de la desaireación para completar la fórmula; y
- f) envasar la premezcla para producir una composición de higiene personal.
- 15 2. El método de la reivindicación 1, en donde a medida que la premezcla se transfiere desde el tanque de mezclado tiene una velocidad de hidratación a 30 segundos (RH30s) de 0,1 1/s a 60 1/s, en donde la RH30s se determina mediante la siguiente ecuación
- $$\frac{(\mu_{30s} - \mu_0)}{(\mu_0)(30s)} = RH_{30s}$$
- 20 En donde μ_0 es la viscosidad del sistema antes de la adición del modificador de la reología (Pa.s) y μ_{30s} es la viscosidad medida 30 segundos después de añadir el modificador de la reología (Pa.s) al tanque de mezclado.
3. El método de la reivindicación 1 o 2, en donde la transferencia se realiza mediante un dispositivo de dispersión de alta energía.
- 25 4. El método de la reivindicación 3, en donde la desaireación se realiza mediante un dispositivo de desaireación en línea.
- 30 5. El método de la reivindicación 4, en donde la viscosidad de la premezcla entre el dispositivo de dispersión de alta energía y el dispositivo de desaireación en línea está entre 0,01 Pa.s y 1000 Pa.s medida a 10 s⁻¹ o entre 0,01 Pa.s y 100 Pa.s medida a 10 s⁻¹.
6. El método de la reivindicación 4 o 5, en donde el dispositivo de desaireación en línea reduce el nivel de aire de la premezcla a 0,01 % o menos, en volumen de la premezcla.
- 35 7. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el modificador de la reología se añade en una cantidad de 0,1 % a 10 % en peso de la premezcla.
- 40 8. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde el modificador de la reología es al menos uno de goma xantano, carboximetilcelulosa, carragenato, carbómero, hidroxietilcelulosa, goma guar, o sílice espesante.
9. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la viscosidad de la composición de higiene personal terminada, preferiblemente una pasta de dientes es de 1 Pa.s a 200 Pa.s o de 1 Pa.s a 150 Pa.s medida a 1 s⁻¹.
- 45 10. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde los niveles de tensioactivo son de 0,1 % a 15 %, en peso de la premezcla.
- 50 11. El método de la reivindicación 10, en donde un tensioactivo es al menos uno de tensioactivos aniónicos, anfóteros, no iónicos, de ion híbrido o catiónicos.



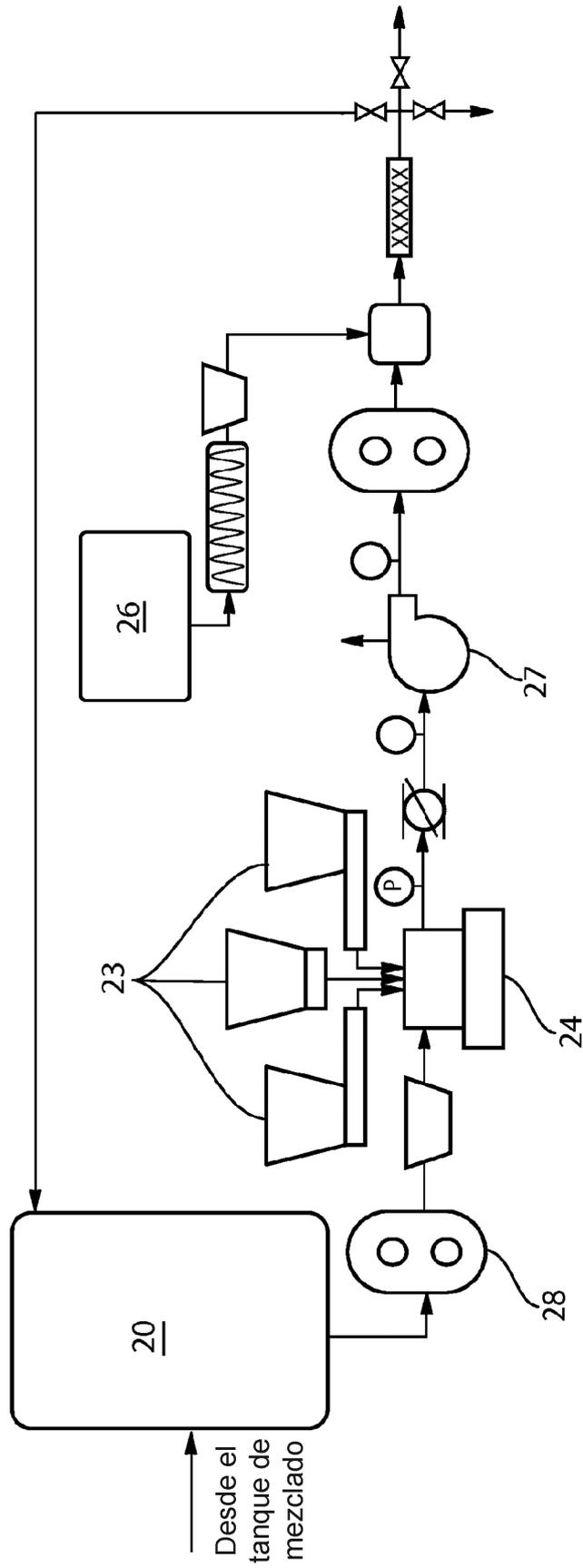


Fig. 2

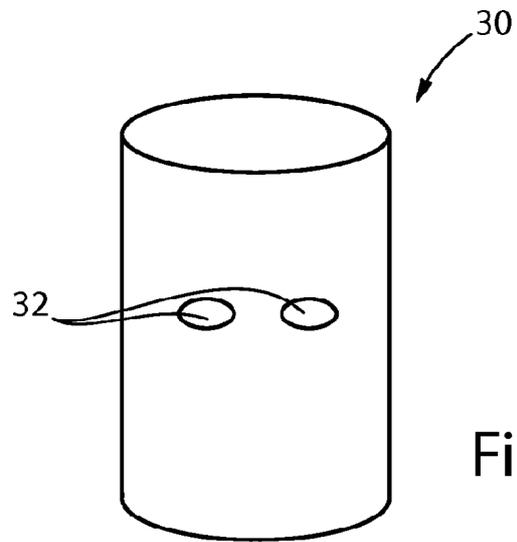


Fig. 3

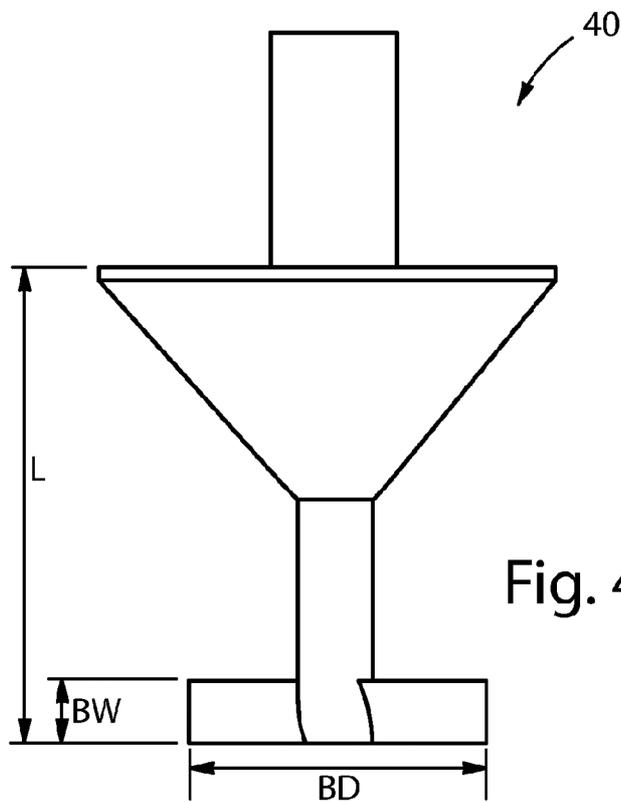


Fig. 4