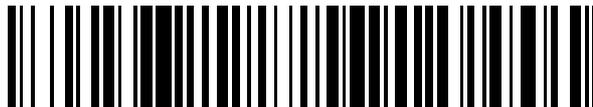


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 710 201**

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/US2014/062143**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.05.2015 WO15065836**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.10.2014 E 14796625 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.11.2018 EP 3062886**

54 Título: **Proceso para fabricar una composición de higiene personal utilizando modificadores de la reología compactados**

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:

**23.04.2019**

73 Titular/es:

**THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)  
One Procter & Gamble Plaza  
Cincinnati , 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 2 710 201 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

Proceso para fabricar una composición de higiene personal utilizando modificadores de la reología compactados

### 5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a métodos de fabricación de composiciones de higiene personal, específicamente a métodos que comprenden la adición de modificadores de la reología compactados.

### 10 **Antecedentes de la invención**

Actualmente, el dentífrico se elabora en un proceso discontinuo utilizando recipientes de vacío, como un tanque de mezclado discontinuo, equipado con un dispositivo de mezclado de alta cizalla. Al tanque de mezclado se añaden, siguiendo una receta definida, todos los ingredientes dosificados a la cantidad adecuada para producir un dentífrico. Los sabores u otros aceites pueden añadirse en diferentes puntos dentro del lote para minimizar pérdidas y maximizar las ventajas de antiespumación dentro del lote. Habitualmente, los líquidos se añaden al tanque de mezclado como primera etapa. Se añaden sales, bien directamente al tanque de mezclado, o se añaden a un tanque de suspensión primero y después se añaden al tanque de mezclado. De forma típica, el abrasivo se añade directamente al tanque de mezclado; sin embargo, el abrasivo también puede presuspenderse y suministrarse al tanque de mezclado como una premezcla.

Los modificadores de la reología se añaden bien 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 (de forma típica, 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 general, la etapa final en un proceso típico es la adición de un 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 el dentífrico.

Los ingredientes se combinan entre sí en el tanque de mezclado recirculando los ingredientes a través de un dispositivo mezclador de alta cizalla para crear una composición de higiene personal final homogénea. 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 final tiene una viscosidad similar a la de 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. Actualmente se necesita mucho tiempo (> 1) y grandes cantidades de agua para limpiar el recipiente de fabricación por lotes. 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 de la premezcla terminada, el tiempo de procesamiento es lento y las pérdidas son altas.

Lo que se necesita es una metodología de fabricación de dentífrico que tenga un tiempo de inactividad reducido debido a los periodos de limpieza entre lotes.

### **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; añadir los modificadores de la reología compactados a la premezcla; transferir la premezcla desde el tanque de mezclado; y envasar la premezcla para producir una composición de higiene personal.

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; compactar un modificador de la reología; añadir los modificadores de la reología compactados a la premezcla; transferir la premezcla desde el tanque de mezclado; y envasar la premezcla para producir una composición de higiene personal.

### 60 **Breve descripción de los dibujos**

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

La Fig. 2 es una vista en perspectiva de un recipiente de mezclado de ensayo.

La Fig. 3 es una vista lateral de un propulsor de mezclado.

### Descripción detallada de la invención

La presente invención implica la liberación retardada de modificadores de la reología en una premezcla de la composición de higiene personal, como una premezcla de dentífrico. La liberación retardada del modificador de la reología puede lograrse mediante numerosas técnicas, tales como recubrimientos físicos, recubrimientos químicos, o control de tamaño de partículas. Se ha descubierto que si la velocidad de hidratación del modificador de la reología es menor que aproximadamente  $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  la mayor parte del proceso de formulación de la composición de higiene personal puede completarse a viscosidades significativamente menores.

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 formulación total, salvo que se indique lo contrario. Todas las mediciones se llevan a cabo a 25 °C en la composición 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, comprimidos 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.

#### 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. 2 el recipiente 30 de mezclado de ensayo tiene forma cilíndrica con un fondo plano y dos puertos 32 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
- 5 2. Propulsor de mezclado:
- a. Como se muestra en la Fig. 3, el propulsor 40 de mezclado es un diseño de propulsor 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:
- 10 i. Diámetro del impulsor de álabe mixto (BD): 32,5 mm
- ii. Anchura del impulsor de álabe mixto (BW): 13 mm
- 15 iii. Longitud del eje de mezclado (L): 55 mm
3. Reómetro:
- 20 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:
- 25 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.
- 30 c. Preparar el modificador de la reología compactado con el tamaño de partículas y la dureza deseados.
- 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
- 35 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 propulsores alternativos y las dimensiones del recipiente de mezclado de ensayo.
- 40 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.
- 45 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 de  $s^{-1}$ .
- 50 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.
- 55 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.
- 60 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 (de forma típica, un ciclo de 10 minutos), realizar las correcciones de Metilar-Otto sobre los datos brutos (Ait-kadi A., Marchal P., Choplin L., Chrissément, A., Bousmina M., "Quantitative Analysis of Mixer-Type Rheometers using the Couette Analogy", Canadian J. Chem Eng., 80 (6),1166-1174, 2002.).
- 65

La prueba puede mostrar claramente cómo cada uno de los diversos tipos y extensiones de compactación afectan a cómo cambia de viscosidad a lo largo del tiempo el modificador de la reología. Al reducir significativamente la velocidad de hidratación de los modificadores de la reología en el sistema, el sistema puede procesarse con pérdidas significativamente menores. La velocidad de hidratación en este caso se calcula mejor utilizando la ecuación:

$$\frac{(\mu_{3600s} - \mu_0)}{(\mu_0)(3600s)} = RH$$

donde:  $\mu_{3600s}$  – viscosidad medida 60 minutos después de añadir el modificador de la reología compactado (Pa.s)

$\mu_0$  – viscosidad medida del sistema antes de la adición del modificador de la reología compactado (Pa.s)

RH - velocidad de hidratación del sistema

Específicamente, la liberación retardada puede proporcionarse mediante la compactación de los modificadores de reología antes de la adición a la premezcla de dentífrico. La compactación retarda la activación de los modificadores de la reología, de modo que la premezcla no comienza a espesarse de forma apreciable hasta que la premezcla sale sustancialmente del tanque de mezclado. Debido a que los modificadores de la reología no espesan de forma apreciable la premezcla hasta después de que la premezcla sale del tanque de mezclado, se minimizan las pérdidas por el lavado del tanque de mezclado 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 alto cizallamiento 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.

Un diagrama de proceso ilustrativo de la presente invención se representa en la Fig. 1. En ciertas realizaciones, un modificador de la reología se compacta alimentando una masa en polvo de modificador 10 de la reología bajo un flujo de volumen controlado en el punto de agarre de los rodillos contrarrotatorios de un compactador 12 de rodillos. En la superficie de los rodillos puede tener incisiones para proporcionar un modificador de la reología compactado, ondulado, con diseño o en briquetas de cualquier forma deseada. Por ejemplo, en ciertas aplicaciones, las ondulaciones facilitan el flujo del suministro fino al punto de contacto de los rodillos. En un compactador de rodillos, la fuerza empleada para la etapa de compactación puede variar de aproximadamente 29,4 Newtons/anchura del rodillo en metros lineales a aproximadamente 392 Newtons/anchura del rodillo en metros lineales (de aproximadamente 300 gramos de fuerza/anchura del rodillo en centímetros lineales de a aproximadamente 4.000 gramos fuerza/anchura del rodillo en centímetros lineales) o mayor. En ciertas realizaciones, el intervalo de fuerza aplicada para compactación en un compactador de rodillos es de aproximadamente 137 Newtons/anchura del rodillo en metros lineales a aproximadamente 245 Newtons/anchura del rodillo en metros lineales (de aproximadamente 1400 kilogramos fuerza/anchura del rodillo en centímetros lineales a aproximadamente 2.500 kilogramos fuerza/anchura del rodillo en centímetros lineales). La etapa de compactación puede llevarse a cabo a una velocidad de aplicación de presión alta o baja.

En ciertas realizaciones, cuando se desea un intervalo de tamaño de partículas promedio, el tamaño de partículas promedio del modificador de la reología utilizado como material de alimentación puede variar de aproximadamente 0,5  $\mu\text{m}$  a aproximadamente 1000  $\mu\text{m}$ , estando la mayor parte de las partículas dentro del intervalo de aproximadamente 25  $\mu\text{m}$  a aproximadamente 250  $\mu\text{m}$ . La densidad aparente de la alimentación de partículas finas al proceso de compactación de la presente invención puede variar de aproximadamente 200 a aproximadamente 800  $\text{kg}/\text{m}^3$  (de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,8 g/cc).

La compactación puede llevarse a cabo a baja humedad relativa y a temperatura ambiente. La etapa de compactación al ejercer presión mecánica sobre las partículas finas del modificador de la reología por medio de rodillos aumenta la temperatura de aproximadamente 10  $^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente 40  $^{\circ}\text{C}$ . El enfriamiento de los rodillos de presión es generalmente innecesario, a menos que haya un efecto negativo sobre el modificador de la reología compactado.

El modificador de la reología compactado se desmenuza seguidamente mediante cualquier medio apropiado para producir los tamaños de partículas deseados, que puedan granularse eficazmente según la invención, como mediante trituración utilizando un molino 14. Molinos como los fabricados por Prater-Sterling Company, Bolingbrook, Illinois; y HiBar Systems Limited, Richmond Hill, Ontario, pueden utilizarse para preparar los gránulos de tamaño deseados a partir de la lámina, cinta, escamas o astillas compactadas.

Tras el desmenuzado, el modificador de la reología puede clasificarse para proporcionar el tamaño de partículas deseable para su adición a una premezcla. Puede utilizarse cualquier dispositivo 16 de tamizado o cribado adecuado incluyendo tamices, placas perforadas, tela y similares, y separadores de aire y similares si puede obtenerse una clasificación apropiada de partículas. Las partículas grandes pueden reciclarse al compactador para un procesamiento adicional. La molienda puede incluir varias etapas de separación, reciclado y tamizado para obtener los tamaños de partículas deseados. Las partículas deben tener un tamaño tal que la viscosidad de la premezcla no aumente sustancialmente dentro del tanque de mezclado principal, sino que se incremente lentamente a medida que las

partículas compactadas de modificador de reología se hidraten lentamente en la suspensión acuosa. En determinadas realizaciones, el modificador de la reología compactado tiene una distribución de tamaño de partículas de menos de aproximadamente 25 % o menos de aproximadamente 20 % a través de una malla 325, es decir, menor de 44 µm; de aproximadamente 40 % a aproximadamente 70 % o de aproximadamente 45 % a aproximadamente 65 % en una malla 100, es decir, mayor de aproximadamente 149 µm; y un máximo de aproximadamente 10 % o aproximadamente 5 % en una malla 40, es decir, mayor de aproximadamente 420 µm. El tamaño de partículas puede variar en base al tipo de modificador de la reología utilizado. El modificador de la reología compactado resultante puede almacenarse seguidamente para su uso posterior o transportarse a un tanque de mezclado.

Puede añadirse un recubrimiento, por ejemplo, aceite mineral, a un modificador de la reología afectando de forma adicional a cómo se dispersa o se hidrata el modificador de la reología en el sistema. El modificador de la reología puede también compactarse con otros componentes de la fórmula para mejorar la dispersión, posteriormente retardar la acumulación de reología, o proporcionar otros ingredientes que actualmente pueden no ser posibles. Por ejemplo, la compactación del modificador de reología con sílice puede reducir significativamente la energía necesaria para lograr la dispersión fina terminada de las partículas compactadas. La compactación de un ácido poliacrílico con una sal ácida puede proporcionar una zona de pH bajo localizada que ralentiza la neutralización y que ralentiza eficazmente la velocidad de acumulación de reología.

De forma general, antes de la adición del modificador de la reología compactado, el proceso de mezclado comienza con la adición de líquidos 4 al tanque 20 de mezclado. El tanque 20 de mezclado proporciona el medio de preparar una suspensión acuosa de baja viscosidad y los componentes sólidos de la mezcla. Los líquidos 4 pueden añadirse directamente al tanque 20 de mezclado, o se podrían añadir mediante un dispositivo de dispersión de alta energía, tal como un eductor, ejemplos del cual 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 (de forma típica, humectantes, agua, regulador de pH, y potencialmente un sabor y emulsionante) se han añadido al tanque, el polvo 6 (o el polvo restante) se puede añadir al tanque 20 de mezclado. En determinadas realizaciones, el polvo 6 puede añadirse utilizando un eductor 22, de forma que se maximice la dispersión durante la adición, lo que minimiza el tiempo de procesamiento total. El polvo 6 se inicia de forma típica 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.

Después de combinar todos los materiales, el lote se mezcla durante un tiempo para proporcionar 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:

$$\frac{Qp}{SRf \times Vb} = SSR$$

donde: Qp – velocidad de bombeo del sistema (véase la discusión siguiente) (m<sup>3</sup>/s)

Vb – Volumen equivalente del lote (m<sup>3</sup>)

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<sub>Q</sub> = Número de bombeo que depende del tipo de propulsor, relación D/τ y número de Reynolds del propulsor

y el número de Reynolds del propulsor es:

## ES 2 710 201 T3

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

N = velocidad del propulsor

5 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  $N_Q$ .

10 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

15 El mezclado puede tener lugar en 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. De forma típica, la premezcla se encuentra en condiciones atmosféricas en el tanque de mezclado a una temperatura de aproximadamente 15 °C a aproximadamente 55 °C durante aproximadamente 0 a 30 minutos, en una System Suspension Ratio (Relación de suspensión del sistema - SSR) de aproximadamente 1,5 o mayor o aproximadamente 2 o mayor. La menor viscosidad permite mayores velocidades de bombeo del sistema, dando como resultado un tiempo de mezclado más corto para mejorar la eficiencia del proceso. El modificador de la reología compactado puede añadirse en cualquier punto en el lote siempre que la velocidad de hidratación del sistema se mantenga a aproximadamente  $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  o menos a lo largo del tiempo de proceso, que puede ser inferior a aproximadamente dos horas o inferior a aproximadamente una hora. En ciertas realizaciones, el modificador de la reología compactado puede añadirse al final del lote. El modificador de la reología compactado puede añadirse a un tanque de mezclado o en línea mediante cualquier método adecuado, por ejemplo aspirándolo prepesado o carro, dosificándolo mediante tornillos o alimentándolo por gravedad desde una tolva o embudo de pesaje previo. El modificador de la reología compactado pueden añadirse en una cantidad de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 15,0 %, en peso de la premezcla, con respecto a la cantidad y tipo del modificador de la reología compactado añadido, y a la expectativa del consumidor de la fórmula que se esté estructurado.

30 Por ejemplo, con referencia a la Fig. 1, en determinadas realizaciones, el tanque 20 de mezclado puede cargarse con sorbitol, agua, pigmento, colorante y polisorbato 80 a través del puerto principal y ajustarse el controlador del agitador para proporcionar una System Suspension Ratio (Relación de suspensión del sistema - SSR) suficiente de aproximadamente 0,75 o mayor. Un controlador de bomba 24 de recirculación puede configurarse para suministrar una SSR de aproximadamente 1,5 o mayor. A continuación puede añadirse un componente de sabor al tanque 20 de mezclado a través del puerto principal durante el mezclado y recircularse a través del eductor 22. Puede conectarse una tolva de suministro de polvo al eductor 22 mediante un puerto de suministro de polvo, y las sustancias pulverulentas minoritarias (edulcorante, fuente de fluoruro, fosfatos, etc.) pueden añadirse a continuación al tanque 20 de mezclado a través del eductor 22 mediante la tolva de suministro de polvo conectada al puerto de suministro de polvo. El lote se recircula a través del eductor 22 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 20 de mezclado mediante el puerto principal y hacer recircular el lote a través del eductor 22 durante aproximadamente cinco minutos o menos. A continuación puede añadirse sílice al tanque 20 de mezclado a través del eductor 22 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 22 durante aproximadamente 5 minutos o menos, o hasta que se ha conseguido hacer pasar el 100 % del volumen del lote. Seguidamente, el modificador de la reología compactado puede añadirse al tanque 20 de mezclado y se mezcla por medio de agitación con una SSR de aproximadamente 1,5 o mayor hasta que se logra la homogeneidad.

50 Las viscosidades de la premezcla pueden variar de aproximadamente 0,01 Pa.s a aproximadamente 10 Pa.s medidas con un reómetro AR2000 (TA Instruments, New Castle, DE) cuando se toma una muestra a los 10 s<sup>-1</sup>. La adición del modificador de la reología compactado no debe tener un impacto significativo sobre la reología de la mezcla. Las propiedades del modificador de la reología compactado (tamaño de partículas, presión de compactación, composición) son tales que la velocidad de hidratación es de aproximadamente  $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  o menor. 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 (3) puntos por década a 25 °C durante un periodo de muestreo de 10,0 segundos con una tolerancia del 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.
- Una vez que la premezcla está suficientemente mezclada, se descarga seguidamente fuera del tanque 20 de mezclado mediante una bomba y un caudalímetro a un dispositivo 27 de dispersión de alta energía (es decir, un molino de rotor-estator), 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 27 de dispersión de alta energía garantiza una dispersión uniforme de los modificadores de la reología dentro de la corriente de mezclado principal. La densidad de energía, o la cantidad de energía transferida a la premezcla por un 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 densidad de energía afecta la textura de la premezcla y la velocidad global de hidratación del sistema. Una densidad de energía aceptable, como se ha descrito anteriormente, estaría comprendida entre aproximadamente 5 kW/kg/s a aproximadamente 25 kW/kg/s. Los ejemplos de dispositivos de alta dispersión de energía son Quadro ZC1 (Quadro Engineering, Ontario, Canadá), IKA Ultra-Turrax UTL (IKA Works GmbH & Co. KG, Staufen, Alemania), Silverson In-Line High Shear Sanitary (Silverson Co., Cincinnati, OH), etc. 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. Los modificadores de la reología pueden constituir de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 15 % en peso de la composición total y pueden ser un solo modificador de la reología o una combinación de modificadores de la reología.
- En algunas realizaciones, tras dejar el dispositivo de dispersión de alta energía, la premezcla puede entonces fluir a través de un dispositivo de desaireación en línea. 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 l/s a aproximadamente 8 l/s o de aproximadamente 2 l/s a aproximadamente 4 l/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 1.000 Pa.s

medida a 10 s<sup>-1</sup> y, en otras determinadas realizaciones, entre aproximadamente 0,01 Pa.s y aproximadamente 100 Pa.s medida a 10 s<sup>-1</sup> usando el protocolo de medición anteriormente descrito.

5 Después de dejar esta etapa, la composición de higiene personal, como un dentífrico, puede envasarse en uno o más recipientes que tengan volúmenes iguales o desiguales. El uno o más recipientes que contienen el producto pueden finalmente enviarse y comercializarse al consumidor, o pueden utilizarse 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.

10 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.

15 En un aspecto, pueden emplearse uno o más de los métodos de procesamiento descritos en la presente memoria o junto con uno o más métodos de procesamiento adicionales y las composiciones de higiene personal producidas empleando múltiples métodos de procesamiento pueden descargarse en un recipiente común, formando de este modo, por ejemplo, una composición de higiene personal que tiene múltiples capas, fases, diseños etc. Dichas capas, fases y/o diseños pueden estar mezclados o no en el recipiente para formar una composición de higiene personal homogénea. En un

20 aspecto, el método de procesamiento para fabricar una primera fase de una composición de higiene personal puede estar en una ubicación distinta 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.

25 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 la composición se combine con otra composición para formar una composición de higiene personal, esta puede introducirse 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.

30

35 En determinadas realizaciones, la mezcla debería tener una baja viscosidad suficiente mientras se mezcla en el tanque de mezclado, al tiempo que tiene una viscosidad lo suficientemente alta 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 compactado deberá proporcionar a la mezcla un aumento mínimo de viscosidad mientras está en la mezcla, pero aumentando la viscosidad entre el tiempo en que la mezcla sale del tanque de mezclado y se introduce el dentífrico en el recipiente de dispensación.

40

45 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.

50 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.

55

60 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

65

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.

5 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, poliácridatos 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  $\geq 1$ , goma karaya, goma de algarrobo, goma de natto, copolímeros de vinilpirrolidona con alquenos, goma tragacanto, poliácridamidas, derivados de quitina, gelatina, betaglucano, dextrina, dextrano, ciclodextrina, metacrilatos, celulosa microcristalina, polyquaterniums, 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.

25 En determinadas realizaciones, las cantidades de los modificadores de la reología pueden variar de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 15 %, o de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 3 %, en peso de la composición total.

30 Además de los componentes anteriores, puede añadirse según sea necesario un edulcorante, un saborizante, un conservante, un ingrediente eficaz, abrasivos, fuentes de ión fluoruro, agentes quelantes, antimicrobianos, aceites de silicona y otros adyuvantes, tales como conservantes y agentes colorantes, etc.

35 Como edulcorante, sacarina sódica, sacarosa, maltosa, lactosa, esteviósidos, neohesperidildigidrocacona, 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. Se pueden utilizar como saborizantes aceites esenciales tales como aceite de hierbabuena, aceite de menta, aceite de salvia, aceite de eucalipto, aceite de limón, aceite de lima, aceite de canela, otras especias y sabores frutales también, así como materiales aromatizantes aislados y sintéticos tales como 1-mentol, carvona, anetol, eugenol y similares. El sabor se puede combinar en una cantidad de 0,1 a 5 % en peso de la pasta de dientes. Paraoxibenzonato de etilo, paraoxibenzonato 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.

50 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 a 100 %, aunque las materias primas comunes, como laurilsulfato de sodio, sean suministradas como soluciones acuosas de menor actividad.

55 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).

60 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.

65 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 alquileo (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 diisoestearato 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 para el cuidado bucal.

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. Los materiales de vehículos líquidos, como agua, empleados en la preparación de un dentífrico comercialmente adecuado, pueden estar desionizados y exentos de impurezas orgánicas. El agua puede comprender de aproximadamente 20 % a aproximadamente 70 % o de aproximadamente 30 % a aproximadamente 50 % en peso de la composición total. Estas cantidades de agua incluyen el agua pura que se añade más la que se incorpora con otros materiales, como sorbitol y soluciones tensioactivas.

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

Las viscosidades de las composiciones para el cuidado bucal de la presente memoria pueden verse afectadas 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 para el cuidado bucal no newtoniana dependerá del nivel al que se incorpora el líquido newtoniano. El agua puede estar presente en una cantidad significativa en una composición para el cuidado bucal, 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 ayudan a determinar la viscosidad a velocidades de cizallamiento altas de las composiciones para el cuidado bucal.

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, en determinadas realizaciones no se puede incorporar en niveles superiores a 45 % en peso de la composición, ya que favorece significativamente la viscosidad a velocidades de cizallamiento altas de la composición para el cuidado bucal. A la inversa, puede emplearse propilenglicol a niveles más altos, ya que tiene una viscosidad newtoniana inferior a la del sorbitol, por lo que no contribuye tanto a la viscosidad a velocidades de cizallamiento altas de la composición para el cuidado bucal. La glicerina tiene una viscosidad newtoniana intermedia entre la del sorbitol y la del polietilenglicol.

El etanol también puede estar presente en las composiciones para el cuidado bucal. Estas cantidades pueden variar de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 5 %, o de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 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.

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

5 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- N.º 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, de aproximadamente 1 a aproximadamente 15 µm.

10 Las composiciones para el cuidado bucal descritas en la presente memoria pueden tener valores de Radioactive Dentin Abrasion (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.

20 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 la US-3.538.230, US-3.862.307. 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 por lo que no aumentan la viscosidad de la composición para el cuidado bucal 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.

25 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.

30 Normalmente, para la protección contra la caries, habrá presente una fuente de ión fluoruro en la composición para el cuidado bucal. 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.

35 Otro agente opcional es un agente quelante, que tiene valor como agente antisarro. 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 aproximadamente 105 para proporcionar limpieza mejorada con formación reducida 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.

50 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 antisarro. 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 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).

55 Se pueden usar polifosfatos solubles en agua tales como tripolifosfato de sodio, tripolifosfato de potasio y hexametáfosfato de sodio. Otros agentes antisarro 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-difosfonato (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 para el cuidado bucal.

5 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 1.000, disponible como Uniroyal ND-2.

15 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 tetradeciletil piridinio; sales de bisbiguanida; 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 en US-4.051.234. El clorito de sodio, descrito en el documento WO 99/43290, también es útil.

20 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 pueden mantener a menos de aproximadamente 5 % o menos de aproximadamente 1 % para evitar problemas de manchado.

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

30 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.

35 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 de aproximadamente el 0,0001 a aproximadamente 0,1 %.

40 Ejemplos

Para determinar la velocidad de generación de viscosidad usando la adición de modificador de la reología compactado, se usó una formulación típica de dentífrico de alto contenido acuoso, con modificadores reológicos de reología diferentes, como se muestra en la Tabla 2 más abajo.

45

Tabla 2

Premezcla de componentes	Muestra 1 (peso en gramos)	Muestra 2 (peso en gramos)	Muestra 3 (peso en gramos)	Muestra 4 (peso en gramos)	Muestra 5 (peso en gramos)
Fluoruro sódico	0,104	0,104	0,104	0,104	0,104
Sorbitol	10,517	10,517	10,517	10,517	10,517
Agua	19,350	19,350	19,350	18,920	19,350
Sílice	6,450	6,450	6,450	6,450	6,450
Pirofosfato de ácido sódico	1,372	1,372	1,372	1,372	1,372
Hidróxido sódico	0,731	0,731	0,731	0,731	0,731
Aceite de hierbabuena	0,430	0,430	0,430	0,430	0,430
Sacarina sódica	0,172	0,172	0,172	0,172	0,172
Dióxido de titanio	0,108	0,108	0,108	0,108	0,108
Polisorbato 80	0,004	0,004	0,004	0,004	0,004
Totales de premezcla	39,238	39,238	39,238	38,808	39,238
Modificador de la reología compactado					

## ES 2 710 201 T3

Goma xantano compactada	0,430				
Hidroxietilcelulosa (HEC) compactada		0,430			
Carboximetilcelulosa (CMC) compactada			0,430		
Carboximetilcelulosa (CMC) compactada con sílice				0,430	
Carbopol compactado con pirofosfato disódico					0,430
Totales	39,238	39,668	39,668	39,238	39,668

Cada una de las muestras (con modificador de la reología compactado distinto) se preparó utilizando la adición del modificador de la reología compactado 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 compactación del modificador de la reología hace que el impacto sobre la viscosidad del modificador de la reología durante el tiempo de procesamiento sea insignificante. Al reducir significativamente la velocidad de hidratación de los modificadores de la reología a los valores indicados a continuación en la Tabla 3, se obtuvieron las ventajas de un procesamiento de baja viscosidad.

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 utilizado 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:

Para cada muestra, los componentes de la premezcla se añadieron al recipiente de mezclado de ensayo en las cantidades mostradas en la Tabla 2. 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<sup>-1</sup> y los datos se recogieron durante 10 minutos a 1 punto por segundo. Con el propulsor de mezclado en su lugar, se inició el programa TA Rheology Advantage (TA Instruments, New Castle, DE) y en el quinto segundo del procedimiento de ensayo, el modificador de la reología compactado se añadió a la parte superior del recipiente de mezclado. 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<sup>-1</sup> usando el reómetro y la relación de Metzner Otto. Los datos de viscosidad de compactado antes de la adición del modificador de la reología utilizado a nivel  $\mu_0$ , los datos de viscosidad de 3600 segundos después de la adición del modificador de la reología compactado se utilizaron como  $\mu_{3600}$  s. La velocidad de hidratación para cada muestra se determinó utilizando la siguiente ecuación:

$$\frac{(\mu_{3600s} - \mu_0)}{(\mu_0)(3600 s)} = RH_{3600s}$$

$\mu_{3600s}$  – viscosidad medida 3600 segundos tras la adición de modificador de la reología compactado (Pa.s)

$\mu_0$  – viscosidad medida del sistema antes de la adición del modificador de la reología compactado (Pa.s)

Tabla 3

Muestras	Velocidad de hidratación a 3600 s (1/s)
CMC Compactada	$(0,047 \text{ Pa.s} - 0,011 \text{ Pa.s}) / ((0,011 \text{ Pa.s})(3600 \text{ s})) = 8,7 \times 10^{-4}$
CMC compactada con sílice	$(0,0115 \text{ Pa.s} - 0,011 \text{ Pa.s}) / ((0,011 \text{ Pa.s})(3600 \text{ s})) = 1,3 \times 10^{-5}$
Goma xantano compactada	$(3,52 \text{ Pa.s} - 3,52 \text{ Pa.s}) / ((3,52 \text{ Pa.s})(3600 \text{ s})) = 7,6 \times 10^{-5}$
HEC compactada	$(3,52 \text{ Pa.s} - 3,52 \text{ Pa.s}) / ((3,52 \text{ Pa.s})(3600 \text{ s})) = 1,3 \times 10^{-4}$
Carbopol compactado con SAPP	$(0,63 \text{ Pa.s} - 0,59 \text{ Pa.s}) / ((0,59 \text{ Pa.s})(3600 \text{ s})) = 8,3 \times 10^{-4}$

5 La Tabla 3 muestra los datos de velocidad de hidratación de las muestras generadas con el método anterior. Los datos respaldan que la compactación de los modificadores reológicos permite retrasar la reología hasta el punto en el que la premezcla haya completado las etapas de producción dentro del tanque de proceso. Esto permite que el proceso de elaboración se realice más eficientemente al dejar menos producto residual en el tanque. También puede observarse una ventaja para el procesamiento, con la menor viscosidad de producto resultante hasta el momento en que las partículas compactadas sean dispersadas por el dispositivo de mezclado de alta energía, como se ha descrito anteriormente. Esto permite un procesamiento de baja viscosidad hasta un momento en el que sea más ventajoso dispersar el modificador de la reología y comenzar la creación de una viscosidad observada más frecuentemente para estos materiales.

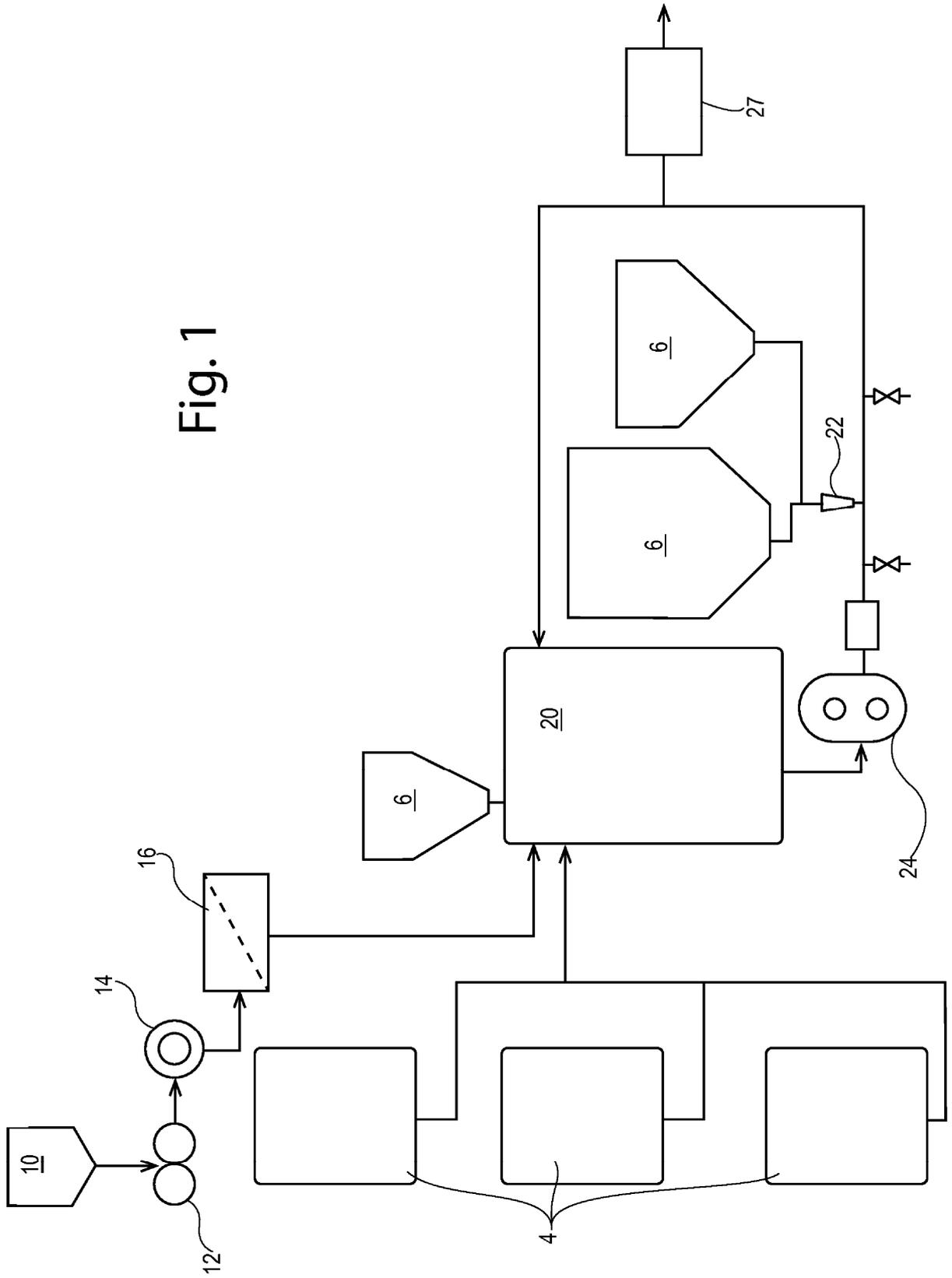
**REIVINDICACIONES**

1. Un método para producir una composición de higiene personal que comprende:
  - 5 a) formar en un tanque de mezclado una premezcla que tiene una viscosidad menor que una composición de higiene personal envasada, en donde la viscosidad de la premezcla varía de 0,01 Pa.s a 10 Pa.s medida con un reómetro AR2000 cuando se muestrea a  $10\text{ s}^{-1}$ ;
  - 10 b) añadir un polvo modificador de la reología compactado a la premezcla, en donde el modificador de la reología compactado es al menos uno de goma xantano, carboximetilcelulosa, carragenano, carbómero, hidroxietilcelulosa, goma guar, o sílice espesante, en donde el polvo modificador de la reología se compacta usando un compactador de rodillos, en donde la fuerza utilizada para la compactación varía de 3 kilonewton/centímetro lineal (300 kilogramos fuerza/lineal) por centímetro de anchura del rodillo a 39 kilonewton/centímetro lineal (4.000 kilogramos fuerza/centímetro lineal) del rodillo;
  - 15 c) transferir la premezcla desde el tanque de mezclado; y
  - d) envasar la premezcla para producir una composición de higiene personal.
2. El método de la reivindicación 1, en donde la fuerza utilizada para la compactación varía de 14 kilonewton/centímetro lineal (1.400 kilogramos fuerza/centímetro lineal) de anchura del rodillo a 25 kilonewton/centímetro lineal (2.500 kilogramos fuerza/centímetro lineal) del rodillo.
3. El método de la reivindicación 1 o 2, en donde el tamaño de partículas promedio del modificador de la reología en polvo varía de  $0,5\text{ }\mu\text{m}$  a  $1000\text{ }\mu\text{m}$ , preferiblemente en donde la mayoría de las partículas están dentro del intervalo de  $25\text{ }\mu\text{m}$  a  $250\text{ }\mu\text{m}$ .
4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el modificador de la reología compactado se tritura para producir partículas de modificador de la reología compactado.
5. El método de la reivindicación 4, en donde el tamaño de partículas del modificador de la reología compactado varía de  $44\text{ }\mu\text{m}$  a  $420\text{ }\mu\text{m}$ .
6. El método de la reivindicación 4 o 5, en donde las partículas de modificador de la reología compactado están recubiertas.
7. El método de la reivindicación 6, en donde las partículas de modificador de la reología compactado están recubiertas con al menos uno de sílice o sal ácida.
8. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la densidad aparente de las partículas finas alimentadas al proceso de compactación está en el intervalo de 0,2 a 0,8 g/cc.
9. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el modificador de la reología se añade en una cantidad de 0,1 % a 15,0 % en peso de la premezcla.
10. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde se añade un tensioactivo a la premezcla.
11. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde la velocidad de hidratación del modificador de la reología es inferior a  $1,0 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  determinada utilizando la siguiente ecuación:

$$\frac{(\mu_{3600s} - \mu_0)}{(\mu_0)(3600s)} = RH_{3600s}$$

en donde  $\mu_{3600\text{ s}}$  es la viscosidad medida 3600 segundos después de la adición del modificador de la reología compactado (Pa.s) y  $\mu_0$  es la viscosidad medida del sistema antes de la adición de modificador de la reología compactado (Pa.s).

Fig. 1



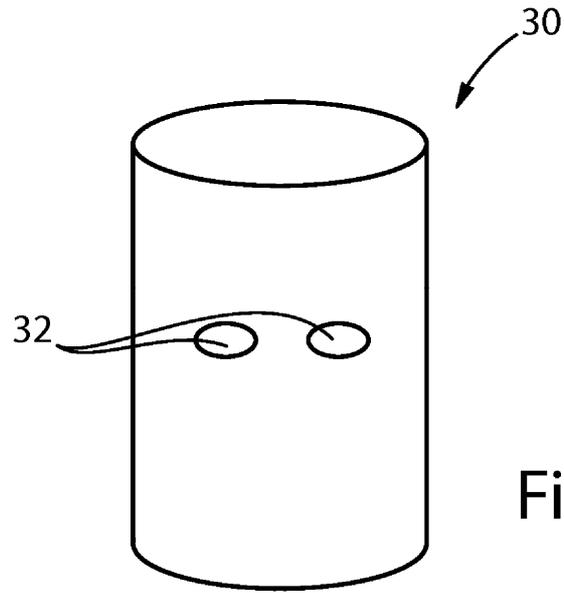


Fig. 2

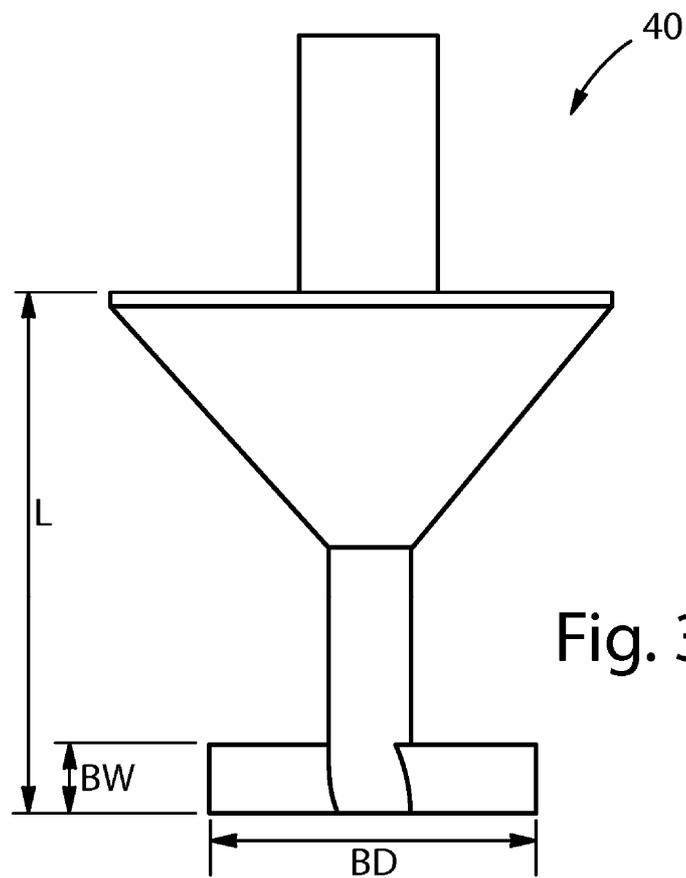


Fig. 3