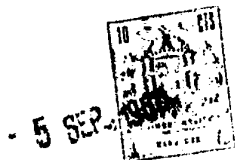


P.- 35.790

U.S. Serial Nos
579.497 and
579.524



342843

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad / de nacionalidad norteamericana

con domicilio en 300 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados
Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO DE PREPARAR UNA PREPARACION DENTAL"
(Clase Internacional A61k).



Esta invención se refiere a una preparación dental. En particular se refiere a una preparación dental incluyendo un sulfonato de olefina como detergente. Ciertas realizaciones de esta invención también incluyen la presencia de un fluoruro soluble en agua.

5

Las preparaciones dentales de esta invención tienen un inesperado buen sabor y están sustancialmente libres de reacción indeseable en su sabor cuando la cavidad oral ha sido puesta en contacto con alimentos ácidos, tales como el jugo de naranja, en un momento próximo a cuando hay contacto de la cavidad oral con estas preparaciones. Además, no irritan las membranas mucosas delicadas de la cavidad oral, exhiben características excelentes de rápida formación de espuma en la cavidad oral, tienen una actividad antibacteriana superior y tienen características superiores formación de espuma y de estabilidad durante el almacenaje. Es particularmente notable que en preparaciones que incluyen un fluoruro soluble en agua las características superiores de estabilidad y formación de espuma se mantienen aún después de un almacenamiento a temperaturas elevadas y aún a un pH ácido.

10

15

20

Esta invención se refiere a una preparación dental comprendiendo un material detergente de sulfonato de olefina soluble en agua y un agente dental dispersante compatible con dicho material detergente.

25

De acuerdo con ciertos aspectos de esta invención, la preparación dental incluye también un compuesto de fluoruro soluble en agua. En tal preparación el material detergente de sulfonato de olefina comprende por lo menos 95% de un compuesto detergente soluble en agua, incluyendo

30

342843



dicho material detergente por lo menos 62% por peso de un sulfonato de alquenilo de cadena larga soluble en agua.

5 Cuando se emplean preparaciones dentales conteniendo fluoruro se pueden obtener preparaciones dentales estables en el almacenamiento las cuales no son susceptibles a la pérdida de iones estannosos, si están presentes, y no son susceptibles a la pérdida de iones de fluoruro. Además, en almacenamiento a temperaturas elevadas o a temperatura ambiente por largos períodos de tiempo o en almacenamiento a un pH ácido, retienen sus características altamente satisfactorias de espuma y sabor, si el material detergente de sulfonato de olefina empleado está sustancialmente libre (es decir, contiene no más del 5% por peso) de impurezas solubles en acetona e insolubles en agua. Además, la ausencia sustancial de constituyentes solubles en acetona acrecienta la compatibilidad mutua de los componentes de la preparación dental. Las composiciones que son utilizables de acuerdo con esta invención incluyen preparaciones diseñadas para su aplicación a la cavidad oral.

15 20 Las preparaciones dentales de esta invención, tanto conteniendo fluoruro como libres de fluoruro, incluyen dentífricos tales como las pastas dentales o cremas dentales, polvos dentales y dentífricos líquidos, colutorios o enjuagues bucales, goma de mascar dental, tabletas, pastillas y trociscos.

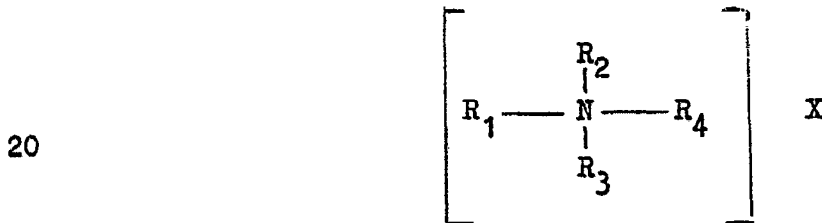
25 30 De acuerdo con ciertos aspectos de esta invención la preparación dental es sustancialmente líquida en carácter, tal como un colutorio o enjuague bucal. En tal preparación el agente dispersante compatible con sulfonatos de alquenilo es típicamente una mezcla de agua y alcohol.



5 Generalmente la proporción de agua a alcohol es de 1-20:1 por peso, preferiblemente 3-20:1 por peso, más preferiblemente 17:3 por peso. La cantidad total de agua y alcohol en este tipo de preparación es típicamente 70-99,95% por peso de la preparación. El pH de tales preparaciones líquidas es generalmente de 4,5-9, típicamente 5,5-8.

10 En la formulación de tales preparaciones dentales líquidas el material detergente de sulfonato de olefina está típicamente presente en una cantidad de 0,05-10%, preferiblemente 0,1-7%, más preferiblemente 0,6%, basado en el peso de la preparación.

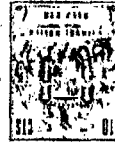
15 Ciertos otros ingredientes también pueden ser empleados en las preparaciones dentales líquidas. Estas incluyen coadyuvantes del color, sabor, suavidad, tales como los polioles, es decir, sorbitol y glicerina, y agentes bacteriostáticos. Agentes bacteriostáticos típicos son compuestos de amonio cuaternario teniendo la fórmula



25 en donde R_1 es un radical hidrofóbico seleccionado del grupo que consiste en radicales alifáticos, cicloalifáticos, acilo, alifáticoarilo y arilalifáticos, R_2 , R_3 y R_4 son cada uno radicales de hidrocarburo teniendo 1-10 átomos de carbono, siendo la suma de los átomos de carbono en R_2 , R_3 R_4 de 3-12 y X es un radical formador de sal. Un compuesto cuaternario típico de este tipo es el cloruro de para-diisobutil-fenoxietoxietilo dimetil bencil amonio (vendido como "Hyamine 1622").

30

342843



Se pueden emplear agentes de superficie activa (tensioactivos) además de los sulfonatos de olefina en las preparaciones dentales líquidas de esta invención. Cuando se emplean agentes bacteriostáticos tales como los des-
critos arriba, se prefiere incluir agentes de superficie activa tales como los derivados polioxietilénicos de ésteres parciales de ácidos grasos de anhídridos de hexitoles (vendidos, como "Tweens").

De acuerdo con aún otros ciertos aspectos de esta invención la preparación dental es sustancialmente sólida en carácter, tal como una pasta dental o crema dental o un polvo dental. En tal preparación el agente dispersante compatible con sulfonatos de olefina es un material pulidor dental insoluble en agua.

El agente pulidor puede ser cualquiera del tipo comunmente empleado en las preparaciones dentales. Estos incluyen metafosfato sódico, metafosfato de potasio, fosfato tricálcico, fosfato dicálcico dihidratado, fosfato dicálcico anhidro, pirofosfato de calcio, ortofosfato de magnesio, fosfato trimagnésico, carbonato de calcio, alúmina, silicato de aluminio, silicatos de zirconio insolubles en agua y mezclas de los mismos. Los agentes pulidores preferidos son el metafosfato sódico y el fosfato dicálcico dihidratado y anhidro, insolubles. Típicamente el agente pulidor está finamente dividido y tienen un tamaño promedio de partícula por debajo de 10 micrones y preferiblemente de 2-6 micrones, más preferiblemente de 3,5-5 micrones.

Cuando se emplea un agente pulidor dental insoluble en agua como el vehículo compatible para el sulfona-

34845



to de olefina, el mismo es típicamente empleado en una cantidad de 20-99% por peso de la preparación dental, Preferiblemente está presente en una cantidad de 20-75% por peso en la crema dental y de 70-99% en el polvo dental.

5 En las preparaciones dentales sólidas de esta invención el material detergente de sulfonato de olefina está típicamente presente en una cantidad de por lo menos 0,05% por peso, preferiblemente de 0,1-10% y más preferiblemente de 0,5-5%.

10 Las preparaciones dentales sustancialmente sólidas incluyendo un agente pulidor como el agente dispersante compatible pueden contener ingredientes líquidos cuando están en la forma de una pasta dental. Tales ingredientes líquidos incluyan agua, típicamente en una cantidad del 10 al 20% por peso de la preparación. También pueden estar presentes, como humectantes o aglutinantes, glicerina, sorbitol, glicol de propileno y similares. Ingredientes líquidos particularmente ventajosos incluyen una mezcla de agua, glicerina y sorbitol. Un agente gelatinizante tal como las gomas naturales o sintéticas, o materiales semejando goma, típicamente el Musgo Irlandés o la carboximetilcelulosa de sodio, puede ser empleado. Otros agentes gelatinizantes pueden ser empleados incluyen la goma de tragacanto, la polivinilpirrolidona, el almidón y similares. Estos están usualmente presentes en las pastas de dientes en una cantidad de hasta un 10% por peso, preferiblemente de 0,5-5%.

25 El pH de la formulación final de la presente invención es variable y, por lo tanto, el producto puede tener cualquier valor de pH apropiado en una solución compa-

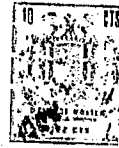
342843



tible con la estabilidad de los materiales. Cuando se hace referencia a los valores de pH, se refiere al pH como se determina en un producto líquido de por sí, y en el caso de una crema dental o polvo o un producto similar, como se determina en una lechada o mezcla acuosa al 20% de dicha crema o polvo. Es generalmente deseado que el pH del producto después de la prueba, bajo las condiciones de prueba indicadas, sea desde 4 a 10, y preferiblemente desde alrededor de 5 a 9, siendo los efectos óptimos deseados a un pH de alrededor de 5 a 6,5 para una preparación conteniendo fluoruro y de 6 a 8 para una preparación libre de fluoruro.

Varios ingredientes adicionales pueden estar presentes en las preparaciones dentales. Estos incluyen materiales para dar sabor, tales como aceites soporíferos y sacarina soluble, agentes colorantes o blanqueantes, agentes conservadores, tales como benzoato de sodio, agentes para evitar la sensación de granos, tales como el pirofosfato de sodio, agentes emulsificantes, siliconas, compuestos de clorofila y antibióticos, tales como las macrolidas.

De acuerdo con ciertos aspectos de esta invención, la preparación dental incluye un compuesto de fluoruro soluble en agua que inhibe la solubilidad del esmalte dental en una solución ácida y por lo tanto facilita la prevención de las caries. Estos compuestos pueden ser ligeramente solubles en agua o pueden ser completamente solubles en agua. Están caracterizados por su aptitud para dejar libres iones fluoruro en agua y por ausencia sustancialmente de reacción con otros compuestos de la preparación dental. Entre estos ingredientes se encuentran las sales fluoruro



tales como las sales apropiadas de metal alcalino, de metal alcalinotérreo y de metal pesado, por ejemplo, fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, fluoruro de amonio, fluoruro de plomo, y un fluoruro de cobre, tal como el fluoruro cuproso, fluoruro de zinc, un fluoruro de estaño, tal como el fluoruro estánnico, fluoruro estannoso, fluoruro estannoso potásico ($\text{SnF}_2 \cdot \text{KF}$), o clorofluoruro estannoso, fluoruro de bario, fluorosilicato de sodio; fluorosilicato de amonio; fluorozirconato de sodio; monofluorofosfato de sodio, mono- y di- fluorofosfato de aluminio, pirofosfato cálcico sódico fluorado, fluorozirconato estannoso y similares. Se prefieren los fluoruros de metal alcalino y de estaño, tales como los fluoruros de sodio y estannoso y mezclas de los mismos.

La cantidad de compuesto de fluoruro depende hasta cierto extremo del tipo de compuesto de fluoruro, de su solubilidad y del tipo de composición dental, pero debe ser una cantidad no tóxica. En una preparación dental sólida, tal como una pasta dental o polvo dental, se considera que una cantidad de fluoruro que libera un máximo de alrededor de 1% por peso, basada en el peso de la preparación, de iones de fluoruro, es satisfactoria. Se puede usar cualquier cantidad mínima apropiada de fluoruro, pero se prefiere emplear suficiente compuesto para liberar 0,005-1% por peso y más preferiblemente 0,1% por peso de iones fluoruro. Típicamente, en los casos de fluoruro de metal alcalino y fluoruro estannoso, el componente está presente en cantidades de hasta un 2% por peso, basado en el peso de la preparación, y preferiblemente en cantidades de 0,05-1%. En el caso del monofluorofosfato de sodio



el compuesto puede estar presente en cantidades hasta de 7,6% por peso y típicamente de 0,76%.

5 En una preparación dental líquida, tal como un colutorio, el fluoruro está típicamente presente en una cantidad para liberar iones fluoruro en cantidades de hasta 0,13% por peso, preferiblemente 0,0013-0,1% y más preferiblemente 0,0013-0,05%.

10 El material detergente usado en la práctica de esta invención típicamente contiene sulfonatos de alqueni-
lo de cadena larga y es producido por la sulfonación de
mono-olefinas, usando trióxido de azufre (SO_3) como agente
sulfonante. Por lo tanto, el SO_3 es hecho reaccionar con
olefinas de la fórmula $R_1CH=CHR$, en donde R es un radical
alquilo y R_1 es alquilo o hidrógeno, preferiblemente hidró-
15 geno, poniendo una corriente de SO_3 , altamente diluido con
un gas inerte, tal como aire, en contacto con la olefina,
preferiblemente una alfa-olefina, para producir un produc-
to ácido viscoso el cual contiene ácidos alqueno sulfónicos
y sultonas. En la hidrólisis y neutralización, como por tra-
20 tamiento con un álcali acuoso concentrado, las sultonas del
producto son convertidas en los correspondientes hidroxialcano sulfonatos, dando un producto de sulfonato de olefi-
na que contiene una cantidad menor de ácidos alqueni-
lo de cadena larga sulfónicos y una proporción mayor de ácidos
25 hidroxialcano de cadena larga sulfónicos (es decir, una por-
ción mayor tal como el 70% del componente total aniónica-
mente activo), junto con compuestos inactivos de cadena lar-
ga, insolubles en agua, tales como las sultonas. Para pro-
ducir una mayor rendimiento de los sulfonatos de olefina
30 preferidos, el producto de reacción de SO_3 -olefina puede



ser tratado con ácido sulfúrico concentrado antes de la neutralización. Después de la neutralización, el producto del tratamiento, el cual es preferiblemente empleado en la práctica de esta invención, tiene una proporción aumentada de sulfonato de alqueno y una proporción menor (por ejemplo, un tercio o menos del contenido total de sulfonato) o ninguna del hidroxialcano sulfonato. Un análisis del producto indica que la porción mayor de su contenido de sulfonato de alqueno es usualmente delta-3,4-alqueno sulfonato. Los detergentes de sulfonato de olefina también pueden contener cantidades menores de disulfonatos, presumiblemente producidas en el curso del tratamiento de sulfonación por la reacción del exceso de SO_3 con el sulfonato de alqueno formado durante la sulfonación.

La alimentación de alfa-olefina a ser sulfonada contiene preferiblemente olefinas de 8-25 átomos de carbono, más preferiblemente 12-21 átomos de carbono. La alimentación puede contener cantidades menores de otros constituyentes, tales como olefinas secundarias o internas, diolefinas, olefinas cíclicas, aromáticas, naftenos y alcanos, y pueden ser producidos craqueando parafina de petróleo, por polimerización catalítica de etileno, por dehidratación de alcoholes de cadena larga, etc. Hasta ahora los mejores resultados han sido obtenidos cuando las alfaolefinas (en donde R_1 es H) constituyen una proporción mayor, por ejemplo por arriba del 70% y más preferiblemente por lo menos el 90% de la alimentación. Una alimentación de olefina particularmente preferida contiene en el margen de alrededor de 12 a 21 átomos de carbono en la molécula y rinde sulfonatos de olefina con excelentes propiedades



detergentes. Se han obtenido especialmente buenas características de formación de espuma por el uso de una alimentación cuyo contenido de alfa-olefina consiste esencialmente de compuestos de 15 a 18 átomos de carbono.

5 El material detergente producido de acuerdo con el proceso descrito arriba contiene típicamente por lo menos alrededor del 50% por peso de sulfonato de alqueno de cadena larga, hasta alrededor de 33% por peso de hidroxialcano sulfonato y hasta alrededor de 15% de impurezas
10 tales como sultonas de cadena larga insolubles en agua, la mayor parte de las cuales impurezas se caracterizan por ser solubles en acetona. Cuando se va a incluir un compuesto de fluoruro soluble en agua en la preparación dental de la invención, tales impurezas en el detergente deben ser sustancialmente eliminadas por extracción o recristalización
15 con anterioridad o subsiguientemente a la neutralización del producto de reacción de SO_3 -olefina.

Para uso en las preparaciones dentales de esta invención conteniendo un compuesto de fluoruro soluble en
20 agua, la proporción de componentes solubles en acetona, tales como las sultonas de cadena larga solubles en agua, es mantenida a un mínimo, es decir, no más que alrededor del 5% por peso del constituyente aniónicamente activo del material detergente. Con el uso de alimentaciones con una concentración muy alta de componentes reactivos con SO_3 y usando el tratamiento con ácido sulfúrico arriba mencionado, la cantidad de tales componentes solubles en acetona puede ser
25 sustancialmente disminuída. En preparaciones dentales libres de fluoruro el material detergente de sulfonato de olefina conteniendo hasta un 15% por peso de impurezas in-
30

342843



solubles en agua es efectivo para obtener las propiedades deseables previamente descritas. Sin embargo, aún para preparaciones libres de fluoruro, el material de sulfonato de olefina puede ser purificado aun más para eliminar impurezas adicionales solubles en agua.

5 Se puede lograr aún una pureza mayor del material detergente a través de la extracción o recristalización con anterioridad o subsiguientemente a la neutralización del producto de reacción de SO_3 -olefina y con anterioridad a la incorporación del material detergente en la preparación dental de fluoruro. El uso de sulfonato de olefina extraído permite una máxima presencia de iones de fluoruro, así como iones estannosos, si están presentes, en la preparación dental; mientras que si se usara material crudo y detergente, la concentración de iones fluoruro solubles e iones estannosos solubles, si están presentes, sería sustancialmente disminuída.

15 Se puede llevar a cabo la extracción de sulfonato de olefina añadiendo a alrededor de 15 partes por peso de sulfonato de olefina crudo alrededor de 100 partes por peso de una solución al 3:1 por peso de acetona y agua. El producto es dejado descansar por varias horas a alrededor de 49-60°C. Los sólidos que permanecen sin disolver son otra vez tratados con alrededor de 100 partes por peso de una solución al 3:1 por peso de acetona y agua y dejados descansar por varias horas a 49-60°C. Los productos son filtrados y los filtrados transparentes son enfriados por varias horas a 4-5°C, formando así precipitados de sulfonato de olefina, los cuales son separados por filtración, lavados con acetona y secados.

342843

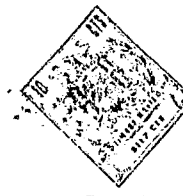


En una técnica alternativa de extracción el sulfonato de olefina es extraído primeramente con etanol anhidro (por ejemplo 10 veces su peso de etanol, bajo reflujo, a ebullición), las sales no disueltas son filtradas y se agrega acetona al filtrado hasta que el último se vuelve turbio; la solución turbia es entonces enfriada a 4-5°C. para formar un precipitado que es entonces lavado con acetona caliente.

Aún otra técnica más la cual puede ser empleada para eliminar las impurezas solubles en acetona es tratar el producto de reacción del trióxido de azufre con la olefina, incluyendo el material soluble en acetona, con acetona y una base tal como hidróxido de sodio. La acetona disuelve suficiente base para facilitar la reacción de formación de sal de ácido sulfónico. Esta sal es suficientemente insoluble en la acetona para permitir su preparación con rendimientos muy altos, al tiempo que deja el material soluble en acetona, tal como sultonas, en solución.

El material detergente de sulfonato de olefina usado en la práctica de esta invención, particularmente en preparaciones dentales conteniendo fluoruro, contiene por lo menos alrededor de 62% por peso de sulfonato de alqueno de cadena larga, hasta alrededor de 33% de hidroxialcano sulfonato y no más que alrededor del 5% de impurezas insolubles en agua, tales como sultonas de cadena larga.

El detergente de sulfonato de olefina es generalmente empleado en la forma de su sal de sodio. Está dentro del alcance de esta invención el usar otras sales solubles en agua, por ejemplo, sales de otros metales alcalinos, tales como potasio, sales de metales alcalinotérreos, tales



como magnesio y calcio, y sales de trietanolamina, así como mezclas de una sal tal como la sal de sodio con el ácido olefina-sulfónico libre.

5 Los siguientes ejemplos son dados para ilustrar la invención. Todas las partes y proporciones en los ejemplos son por peso a no ser que se indique lo contrario:

Ejemplo 1

10 Un olefina-sulfonato de C₁₅-C₁₈ conteniendo alquil-sulfonato sódico e hidroxialcano sulfato sódico es preparado en la forma descrita abajo y mezclado con otros ingredientes como los recogidos en la tabla siguiente, para formar una crema dental:

	<u>Porcentaje</u>
Glicerina	26
15 Carboximetilcelulosa de sodio	0,8
Benzoato de sodio como agente conservador	0,5
Sacarinato de sodio	0,2
Pirofosfato tetrasódico	0,25
Agua	16,95
20 Olefina-sulfonato sódico	2,3
Fosfato dicálcico dihidrato insoluble (un agente pulidor de un diámetro de partícula de alrededor de 3,8-4,6 micrones)	52,0
Sabor	1,0

25 Los ingredientes son mezclados a temperatura ambiente en el orden en que están enumerados arriba, con la ayuda de un agitador Lightnin. Con anterioridad a la adición del olefina-sulfonato los ingredientes forman un gel en el cual el olefina-sulfonato se disuelve rápidamente; después son
 30 mezclados los agentes y el sabor. La mezcla es entonces

342843



desaireada en un desecador a vacío con agitador, y es colocada en los tubos flexibles usuales para pasta de dientes.

La crema dental resultante es un producto muy satisfactorio teniendo un pH de alrededor de 7,3, con un sabor excelente y color blanco, y una espuma rápida y abundante.

El olefina-sulfonato usado en la fórmula dada arriba es preparado haciendo reaccionar SO_3 diluido en aire con una alimentación de olefina, seguido por un tratamiento del producto resultante ácido y viscoso con ácido sulfúrico (suministrado como oleum de 20% y neutralización y reacción a alrededor de 95°C con hidróxido sódico acuoso en exceso por varias horas, seguido por tratamiento del producto resultante acuoso y siruposo en un par de tambores de rotación calentados a alrededor de 150°C para expulsar el agua. El producto resultante tenía un contenido de material aniónicamente activo de 80% con relación al peso en seco, y un contenido de "aceite libre" de alrededor de 2% (basado en la cantidad de material activo). El "aceite libre" es el material obtenido por extracción con pentano de una solución acuosa en etanol del producto. El producto es entonces disuelto, reprecipitado y lavado como se ha descrito abajo.

La alimentación de olefina contiene alrededor de 88% de olefinas de cadena recta terminalmente no saturadas teniendo un peso molecular promedio de 230 y una longitud media de cadena de alrededor de 15 a 18 carbonos (C_{15} -24%, C_{16} -29%, C_{17} -30%, C_{18} -17%, aproximadamente), y un margen de ebullición, a la presión atmosférica, de alrededor de 265-300°C (con 11% de residuo). En la reacción de sulfona-

342843



ción la alimentación de olefina es distribuida como una película que desciende por la pared interior del tubo de reacción verticalmente montado (6 metros de alto), desde la parte alta del mismo, y se inyecta hacia abajo una mezcla gaseosa de aire y SO_3 (4% de SO_3 por volumen) a una proporción volumétrica alta, por el centro del tubo de reacción y desde la parte alta del mismo. Los ingredientes son suministrados a los siguientes caudales por hora.

	Alimentación de olefina	17,5	kgs.
10	SO_3	6,5	"
	Oleum	3	"

Ejemplo 2

Un olefina de $C_{15}-C_{18}$ -sulfonato conteniendo alquienilo sulfonato sódico e hidroxialcano sulfonato sódico es preparado y extraído en la forma descrita abajo y mezclado con otros ingredientes como los indicados en la tabla siguiente, para formar una crema dental:

		<u>Porcentaje</u>
	Glicerina	27,1
	Goma de Musgo Irlandés	1,3
20	Benzoato sódico	0,15
	Sacarinato sódico	0,2
	Agua	21,65
	Olefina-sulfonato sódico recristalizado	2,0
	Metafosfato sódico insoluble (agente pulidor)	40,6
25	Fosfato dicálcico anhidro (agente pulidor)	5,0
	Dióxido de titanio	0,4
	Fluoruro estannoso	0,4
	Sabor	1,2

La pasta de dientes tiene un pH de 4,9, muestra una espuma muy satisfactoria y rápida y tiene un sabor sa-



tisfactorio. Estas propiedades son estables durante el almacenaje en estufa a 60°C por cuatro semanas. Cuando se bebió jugo de naranja poco después de haberse cepillado los dientes con esta pasta dió una reacción de sabor sustancialmente no indeseable.

5

El material detergente de sulfonato de olefina extraído usado en la fórmula dada arriba es preparado haciendo reaccionar SO_3 diluido con aire con una alimentación de olefina, seguido por un tratamiento del producto ácido viscoso resultante con ácido sulfúrico de 97%, neutralización por reacción a alrededor de 95°C con hidróxido de sodio acuoso en exceso por cuatro horas, seguido por un tratamiento del producto acuoso y siruposo resultante en un par de tambores rotatorios calentados a alrededor de 150°C para quitar el agua; el producto resultante tiene un contenido de material aniónicamente activo de 74%, con relación al producto seco, y un contenido de "aceite libre" de alrededor de 2,4% (basado en la cantidad de material activo). El "aceite libre" es un material obtenido por extracción con pentano de una solución acuosa en etanol del producto. El producto es entonces disuelto, reprecipitado y lavado, seguido por recristalización, como se describe abajo.

10

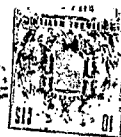
15

20

25

30

La alimentación de olefina contiene alrededor de 88% de olefinas de cadena recta terminalmente no saturadas, teniendo un peso promedio molecular de 230 y un largo promedio de cadena de alrededor de 15 a 18 carbonos (C_{15} -24%, C_{16} -29%, C_{17} -30%, C_{18} -17% aproximadamente) y tiene un intervalo de ebullición, a la presión atmosférica, de alrededor de 265-300°C (con 11% de residuo). En la reac-



ción de sulfonación, la alimentación de olefina es distribuida como una película descendente por la pared interior de un tubo de reacción verticalmente montado (6 metros de alto) desde la parte superior del mismo, y una mezcla gaseosa de aire y SO_3 (4% SO_3 por volumen) es inyectada hacia abajo con un caudal volumétrico alto por el centro del tubo de reacción desde la parte superior del mismo. Los ingredientes son suministrados en la siguiente proporción por hora: 17 kilogramos de alimentación de olefina; 6,5 kilogramos SO_3 ; 2,5 kilogramos de ácido sulfúrico.

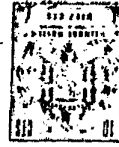
El olefina sulfonato sódico es extraído preparando una solución 3:1 de acetona y agua y agregando 15 partes del sulfonato crudo a 100 partes de la solución. El sistema es dejado descansar por la noche a 50°C . durante cuyo tiempo se disuelven casi todos los sólidos. Los sólidos restantes son separados y agregados a otra solución 3:1 de acetona y agua y dejados descansar otra vez por la noche a 50°C . El filtrado es entonces separado del precipitado y combinado con el filtrado original. Los filtrados son entonces enfriados durante la noche a $4,4^\circ\text{C}$ para formar un precipitado de olefina sulfonato sódico. La extracción es completada separando el precipitado del filtrado, lavando el precipitado con acetona y secado.

La preparación dental de este ejemplo cuando es analizada para determinar la concentración de iones estannosos solubles y la concentración de iones fluoruro solubles mostraba: concentración de iones estannosos solubles 0,24%; concentración de iones fluoruro solubles 0,07%.

Una formulación similar a la del ejemplo dada arriba, excepto que el material detergente no es extraído

29.8.67

342847



5 del material detergente crudo, muestra durante el análisis cantidades substancialmente más bajas de iones estannosos solubles y una concentración de iones fluoruro solubles sustancialmente menor; específicamente una concentración de iones estannosos de 0,144% y una concentración de iones fluoruro solubles de 0,02%, indicando un dentrificio mucho más inestable.

10 Resultados satisfactorios similares a aquellos obtenidos con el material detergente extraído de este ejemplo son obtenidos cuando el agente de fosfato dicálcico es omitido de la formulación y cuando se emplea 0,76% de monofluorofosfato de sodio en lugar de fluoruro estannoso.

15 Es por lo tanto evidente que el tratamiento del material detergente para eliminar por extracción substancialmente todo el material inso-luble en agua y soluble en acetona, resultaba en la obtención de una preparación dental estable, caracterizada por la concentración efectiva de iones fluoruro y estannosos solubles.

Ejemplo 3

20 Se formuló un colutorio conteniendo los siguientes ingredientes:

	<u>Porcentaje</u>
Agua	73,7
Alcohol etílico	25,0
25 Monooleato de Polioxietileno sorbitán (Tween 80)	0,7
Olefina sulfonato sódico	0,58
Sacarina	0,02

30 Los ingredientes y métodos para hacer olefina sulfonato sódico son como en el Ejemplo 1. El colutorio es completamente soluble, tiene una acción espumosa placen-



tera cuando se toma en la boca, y deja el aliento fresco.

Ejemplo 4

El siguiente colutorio es característico de ciertos aspectos de la presente invención:

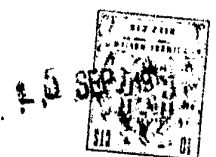
	<u>Porcentaje</u>
5	
Agua	73,7
Alcohol etílico	24,95
Monocoleato de polioxietileno sorbitán (Tween 80)	0,7
10	
Olefina sulfonato sódico	0,58
Monofluorofosfato sódico	0,59
Sacarina	0,02

15 El procedimiento para hacer y recristalizar el olefina sulfonato sódico es como en el Ejemplo 2. Este colutorio es completamente transparente, y homogéneo, tiene una acción espumosa placentera cuando se toma en la boca y deja el aliento fresco. Este colutorio es particularmente efectivo en inhibir iones de hidrógeno en una mezcla incubada de saliva y glucosa.

20 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 15 de septiembre de 1.966, con el número 579.497 y 579.524, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

342843



N O T A

Los puntos de Invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5

1.- Un procedimiento de preparar una preparación dental que comprende mezclar un material detergente de sulfonato de olefina, soluble en agua, con un agente dental dispersante compatible con dicho material detergente y formar dicha preparación dental.

10

2.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 1, en el cual dicho sulfonato de olefina contiene un grupo olefínico de 8-25 átomos de carbono.

15

3.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 1, en el cual dicho sulfonato de olefina contiene un grupo olefínico de 12-21 átomos de carbono.

20

4.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 1-3, en el cual dicho sulfonato de olefina está presente en una cantidad de 0,05-10% por peso de la preparación dental.

25

5.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 1-3, en el cual dicho agente dental dispersante es una mezcla de agua y alcohol en una proporción de 1-20:1 por peso y dicha preparación dental es un colutorio.

30

6.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 5, en el cual dicho sulfonato de olefina está presente en una cantidad de 0,1-7% en peso de dicha preparación dental.

7.- Un procedimiento como se reivindica en las

342843



reivindicaciones 1-3, en el cual dicho agente dental dispersante es un material pulidor dental sólido, insoluble en agua, y dicha preparación dental es un dentífrico.

5 8.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 7, en el cual dicho sulfonato de olefina está presente en una cantidad de 0,5-5% por peso de la preparación dental.

10 9.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 7, en el cual dicho material pulidor dental comprende metafosfato sódico insoluble.

10.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 7, en el cual dicho material pulidor dental comprende fosfato dicálcico.

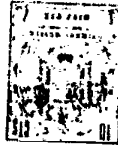
15 11.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 7-11, en el cual dicho material pulidor dental está presente en una cantidad de 20-99% por peso de dicho dentífrico.

20 12.- Un procedimiento de preparar una preparación dental que comprende mezclar un compuesto de fluoruro soluble en agua con un material detergente de sulfonato de olefina, que comprende alrededor de 95% de un material detergente soluble en agua, incluyendo por lo menos 62% por peso de un sulfonato de alqueno de cadena larga soluble en agua, y con un agente dental dispersante compatible con dicho material detergente y formar dicha preparación dental.

25 13.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 12, en el cual dicho sulfonato de olefina contiene un grupo olefínico de 8-25 átomos de carbono.

30 14.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 12, en el cual dicho sulfonato de olefina

342843



contiene un grupo olefínico de 12-21 átomos de carbono.

5 15.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 12-14, en el cual dicho material detergente de sulfonato de olefina está presente en una cantidad de alrededor de 0,05-10% por peso de la preparación dental.

10 16.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 12-14, en el cual dicho agente dental dispersante es una mezcla de agua y alcohol en una proporción de 1-20:1 por peso, y dicha preparación dental es un colutorio.

17.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 16, en el cual dicho material detergente de sulfonato de olefina está presente en una cantidad de 0,1-7% por peso de la preparación dental.

15 18.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 16 y 17, en el cual dicho fluoruro soluble en agua está presente en una cantidad suficiente para dejar libre alrededor de 0,0013-0,13% por peso de iones fluoruro en dicho colutorio.

20 19.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 18, en el cual dicho fluoruro soluble en agua es monofluorofosfato de sodio, y la proporción de dicha agua a dicho alcohol es de 3-20:1 por peso.

25 20.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 12-14, en el cual dicho agente dental dispersante es un material pulidor dental sólido, insoluble en agua, y dicha preparación dental es un dentífrico.

30 21.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 20, en el cual dicho material detergente de sulfonato de olefina está presente en una cantidad de 0,5-5%

342843



por peso de dicha preparación dental.

22.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 20, en el cual dicho agente pulidor dental es metafosfato sódico insoluble.

5 23.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 20, en el cual dicho material pulidor dental comprende metafosfato sódico insoluble y fosfato dicálcico en una proporción de 9:1 por peso.

10 24.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 20-23, en el cual dicho material pulidor dental está presente en una cantidad de 20-99% por peso de dicho dentífrico.

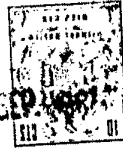
15 25.- Un procedimiento como se reivindica en las reivindicaciones 20-24, en el cual dicho fluoruro soluble en agua está presente en una cantidad suficiente para dejar libre de 0,005-1% por peso de iones fluoruro en dicho dentífrico.

20 26.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 25, en el cual dicho fluoruro soluble en agua es fluoruro estannoso.

27.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 25, en el cual dicho fluoruro soluble en agua es monofluorofosfato sódico.

25 28.- Un procedimiento de preparar una preparación dental. (Clase Internacional A61k).

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.



Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

5 SEP. 1967

P.A.

Alberto de Elzabara
Por Poder.

342843