

P. - 44.221

U.S. Ser.

Nº 818.098

377 666

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA 14
CLASIFICACION C
CLAVE AG1
SINOPSIS: k



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 COMPOSICION DENTIFRICA" (Clase Internacional A61k)

5.10.70

- 1 -

POOR  
QUALITY



La presente invención se refiere a una composición dentífrica que contiene, en calidad de un material - que proporciona flúor, una sal de monofluorofosfato soluble en agua.

5                   Diversos materiales que proporcionan flúor, -  
incluyendo las sales de monofluorofosfato soluble en agua,  
han sido usados en composiciones dentífricas. Los materia-  
les abrillantadores que pueden ser usados en tales dentí-  
fricos varían, dependiendo en parte del material en parti-  
10                   cular que proporciona flúor empleado. Por lo tanto, los ma-  
teriales que provean flúor y los materiales abrillantado-  
res, han sido el objeto de muchas investigaciones con el  
fin de encontrar dentífricos que contengan tales materia-  
les que proporcionan flúor y materiales abrillantadores  
15                   cuyos dentífricos retengan una proporción alta de fluoru-  
ro soluble del material que proporciona flúor durante el  
almacenamiento y envejecimiento.

Esta invención proporciona una composición den-  
tífrica en la cual el material que proporciona flúor es  
20                   una sal de monofluorofosfato, cuyo dentífrico retiene un  
nivel deseable de fluoruro durante el envejecimiento.

De acuerdo con ciertos de sus aspectos, esta  
invención se refiere a una composición dentífrica que com-  
prende una sal de monofluorofosfato soluble en agua y un  
25                   material abrillantador compatible, insoluble en agua, que  
comprende una mezcla de alúmina y metafosfato de metal  
alcalino insoluble, estando la cantidad de dicha alúmina  
en exceso de la cantidad de dicho metafosfato de metal  
alcalino.

30                   La sal de monofluorofosfato soluble en agua -



usada en las presentes composiciones es preferiblemente un monofluorofosfato de metal alcalino tal como monofluorofosfato de sodio, monofluorofosfato de litio, monofluorofosfato de potasio y monofluorofosfato amónico. La sal preferida es monofluorofosfato de sodio,  $\text{Na}_2\text{PO}_3\text{F}$ , la cual, en calidad de comercialmente disponible, puede variar considerablemente en su pureza. Puede ser usada de cualquier pureza apropiada siempre y cuando cualquier impureza no afecte substancialmente de modo adverso las propiedades deseadas. En general la pureza es deseablemente de por lo menos el 80%. Para mejores resultados debe ser por lo menos del 85% y preferiblemente de por lo menos el 90% en peso de monofluorofosfato de sodio, siendo el resto primordialmente impurezas o sub-productos de fabricación tales como el fluoruro de sodio, sal de fosfato sódico soluble en agua, y similares. Expresado en otra forma el monofluorofosfato de sodio empleado debe tener un contenido total de fluoruro por encima del 12%, preferiblemente por encima del 12,7%; un contenido de no más del 1,5%, preferiblemente no más del 1,2% de fluoruro de sodio libre; y un contenido de monofluorofosfato de sodio de por lo menos el 12%, preferiblemente por lo menos el 12,%, todo calculado como flúor.

Otras sales de monofluorofosfato que tienen suficiente solubilidad en agua para ser usadas en la presente invención, incluyen el monofluorofosfato de calcio, monofluorofosfato de magnesio y monofluorofosfato de aluminio. De acuerdo con esta invención el término "monofluorofosfato" también incluye los monofluoropolifosfatos tales como  $\text{Na}_4\text{P}_3\text{F}$ ,  $\text{K}_4\text{P}_3\text{O}_9\text{F}$ ,  $(\text{NH}_4)_4\text{P}_3\text{O}_9\text{F}$ ,  $\text{Na}_3\text{KP}_3\text{O}_9\text{F}$ ,  $(\text{NH}_4)_3-$



14 00



$\text{NaP}_3\text{O}_9\text{F}$  y  $\text{Li}_4\text{P}_3\text{O}_9\text{F}$ .

Típicamente el monofluorofosfato está presente en una cantidad que proporciona 0,01-1% de flúor al dentífrico. Por lo tanto, el monofluorofosfato de sodio está presente, típicamente, en una cantidad de 0,05% al 7,6%.

Los metafosfatos de metal alcalino insolubles usados en los agentes abrillantadores de la presente invención son preferiblemente las sales insolubles de sodio y potasio del ácido polimetafosfórico. Estos materiales son conocidos en la técnica. Se prefiere el metafosfato sódico insoluble. Tales materiales pueden ser preparados de cualquier manera apropiada, como se ilustra en el Diccionario de Química Aplicada de Thorpe, Vol. 9, (4 Edic.), páginas 510-511. Las formas de metafosfato sódico insoluble conocidas como sal de Madrell y sal de Kurrol son otros ejemplos de materiales apropiados. Estas sales de metafosfato exhiben solamente una diminuta solubilidad en agua, y por lo tanto se llaman metafosfatos insolubles. Hay presente una pequeña cantidad de material de fosfato soluble como impurezas, usualmente en el orden de unos pocos porcientos tal como hasta el 4% en peso. La cantidad de material de fosfato soluble que se cree es un trimetafosfato de sodio soluble en el caso del metafosfato sódico insoluble puede ser reducida lavándola con agua si se desea. El metafosfato de metal alcalino insoluble es típicamente empleado en forma de polvo de un tamaño tal que no más de alrededor del 1% del material es mayor que alrededor de 37 micras.

La alúmina empleada de acuerdo con la presen-

6.10.70

377666



te invención es preferiblemente hidratada, tal como la clasificada como Gibbsite (trihidrato de alfa alúmina) y por lo general químicamente representada como  $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$  ó  $Al(OH)_3$ . El tamaño promedio de partícula es de alrededor de 6 a 9 micras con la siguiente distribución de tamaño de partícula:

	<30 micras	94-99%
	<20 micras	85-93%
	<10 micras	56-67%
10	<5 micras	28-40%

Otros tipos de alúmina que pueden ser empleados de acuerdo con la presente invención incluyen la alúmina tipo kappa, alúmina de fase gamma, alúmina de fase beta y mezclas de las mismas con trihidrato de alfa alúmina. Alúmina microcristalina que tiene un tamaño promedio de partícula de tan poco como 0,3 micron o menos con 90 a 95% de las partículas que son menores de 0,5 micras, también puede ser usada.

La proporción de metafosfato de metal alcalino insoluble a alúmina es menos que 1:1. Los dentífricos que contienen estos componentes abrillantadores y sal de monofluorofosfato soluble en agua retienen niveles deseables de fluoruro soluble, por ejemplo, de por lo menos el 40% del contenido original de monofluorofosfato después de un envejecimiento acelerado del dentífrico durante nueve semanas a alrededor de 49°C. Las proporciones apropiadas de metafosfato de metal alcalino insoluble a alúmina pueden variar desde menos de 1:1 a 1:500, preferiblemente 1:47,25.

Además de la alúmina y del metafosfato de metal

**377666**



alcalino insoluble, el material abrillantador también puede contener una pequeña cantidad por ejemplo de 0,5% a 5%, preferiblemente 1% de un componente abrillantador adicional para facilitar un abrillantado deseable del esmalte dental. Ejemplos típicos de tales componentes incluyen los fosfatos de metal alcalinotérreo insolubles en agua, tales como fosfato dicálcico anhidro, fosfato dicálcico dihidratado, fosfato tricálcico, fosfato trimagnésico y similares.

El contenido total de agente abrillantador del dentífrico es variable, pero generalmente será de hasta el 95% en peso del total de la composición. En el caso de una crema dental, tales agentes abrillantadores serán generalmente del 20 al 75% y preferiblemente del 40 al 55%, mientras que en los polvos dentales, los agentes abrillantadores estarán usualmente en proporciones mayores, tal como del 70 al 95%.

En la preparación de polvos dentales es usualmente suficiente el mezclar mecánicamente, por ejemplo, moliéndolos, los diversos ingredientes sólidos en cantidades y tamaños de partícula apropiados.

Cualquier material apropiado tensioactivo o detergente puede ser incluido en las composiciones dentífricas. Tales materiales compatibles son deseables para proporcionar propiedades adicionales detergentes, espumantes y anti-bacterianas dependiendo del tipo específico de material tensioactivo y son seleccionados similarmente. Estos detergentes son usualmente compuestos orgánicos solubles en agua, y pueden ser de estructura aniónica, no iónica o catiónica. Se prefiere usualmente usar los deter



gentes sintéticos orgánicos, no jabonosos, solubles en  
 agua. Materiales deterativos apropiados son conocidos e  
 incluyen, por ejemplo, las sales solubles en agua, de un  
 detergente de monosulfato de monoglicerido de ácidos gra-  
 5 sos superiores, (por ejemplo, monosulfato sódico de mono-  
 glicerido de ácido graso de coco), alcohol sulfato superior  
 (por ejemplo, laurilsulfato sódico), alcoholarilsulfonato  
 (por ejemplo dodecibencenosulfonato sódico), ésteres de  
 ácidos grasos superiores de 1,2-dihidroxiopropanosulfonato  
 10 (por ejemplo éster de ácido graso de coco de 1,2-dihidro-  
 xipropanosulfonato sódico).

Los diversos materiales tensioactivos pueden  
 ser usados en cualquier cantidad apropiada, generalmente  
 del 0,05 al 10% en peso, y preferiblemente del 0,5 al 5%  
 15 en peso de la composición dentífrica.

Es aún otra realización de la presente inven-  
 ción usar las acilamidas alifáticas superiores substan-  
 cialmente saturadas de los compuestos de ácido aminocar-  
 boxílico alifático inferior tales como las que tienen de  
 20 12 a 16 carbonos en el radical acilo. La porción de amino-  
 ácido es generalmente derivada de los ácidos monoaminocar-  
 boxílicos alifáticos inferiores saturados que tienen de  
 2 a 6 carbonos, usualmente los compuestos de ácido mono-  
 carboxílico. Compuestos apropiados lo son las amidas de  
 25 ácidos grasos de glicina, sarcosina, alanina, ácido  $\beta$ -ami-  
 no-propanóico y valina que tienen de 12 a 16 carbonos en  
 el grupo acilo. Se prefiere el usar los compuestos de -  
 N-lauroil-, miristoil- y palmitoilsarcósido, sin embargo,  
 para efectos óptimos.

30 Los compuestos de amida pueden ser empleados



en forma del ácido libre o preferiblemente como sales solubles en agua del mismo, tal como las sales de metal - alcalino, amonio, amina y alcohiloamina. Ejemplos específicos de las mismas son N-lauroil-, miristoil- y palmitoil-  
 5 sarcósidos de sodio y potasio, N-lauroilsarcósido de amonio y etanolamina, N-lauroilsarcosina, y N-lauroilglicida y alamina sódicas. Por su conveniencia en esta memoria -  
 descriptiva, la referencia a "compuesto de ácido amino-  
 10 carboxílico" "sarcósido" y similares, se refiere a aquellos compuestos tales que tienen un grupo carboxílico libre o las sales de carboxilato solubles en agua.

Tales materiales son utilizados en una forma pura o substancialmente pura. Deben estar tan libres como sea práctico de jabón o de otro material similar de ácido  
 15 graso superior que tienda a reducir la actividad de estos compuestos. En la práctica usual la cantidad de tal material de ácido graso superior es menor que el 15% en peso de la amida e insuficiente para afectar substancialmente de modo adverso al mismo, y preferiblemente menos del 10%  
 20 de dicho material de amida.

En las fórmulas de cremas dentales, los líquidos y los sólidos deben estar proporcionados para formar una masa cremosa extruible de consistencia deseable. En general los líquidos en la crema dental comprenden  
 25 principalmente agua, glicerina, sorbita, propilenglicol, o similares, incluyendo mezclas apropiadas de los mismos. Es ventajoso usualmente usar una mezcla de ambos, agua y un humectante o aglutinante tal como glicerina o sorbita. Se prefiere usar la glicerina. El contenido total de líquidos será generalmente del 20 al 75% en peso de la fór-  
 30



mula. Se prefiere usar también un agente gelatinizante en las cremas dentales tal como material de goma natural o sintética y material semejante a goma, por ejemplo, Musgo Irlandés, goma de tragacanto, carboximetilcelulosa sódica, polivinilpirrolidona, almidón y similares. El Musgo Irlandés y la carboximetilcelulosa sódica son particularmente compatibles y como se ilustra son agentes gelatinizantes preferidos. El contenido de goma es usualmente una cantidad de hasta el 10% y preferiblemente del 0,5% al 5% en peso de la fórmula.

Otros diversos materiales pueden ser incorporados en las preparaciones orales de esta invención. Ejemplos de los mismos son agentes colorantes o blanqueadores, preservativos, siliconas, compuestos de clorofila y materiales amoniados tal como urea, fosfato diamónico y mezclas de los mismos. Estos coadyuvantes son incorporados en las composiciones presentes en cantidades que no afectan substancialmente de modo adverso las propiedades y características seleccionadas apropiadamente y usados en una cantidad apropiada dependiendo del tipo de preparación en particular que esté involucrada.

Para algunos propósitos puede ser deseable incluir agentes antibacterianos en las composiciones de esta invención. Agentes típicos antibacterianos los cuales pueden ser usados en cantidades del 0,01% al 5%, preferiblemente del 0,05% al 1,0% en peso de la composición dentífrica incluyen:

SECRET



- N<sup>1</sup>-4(clorobencil)-N<sup>5</sup>-(2,4-diclorobencil)biguanida;
- p-clorofenilbiguanida;
- N-clorobenzhidrilbiguanida;
- N-clorobenzhidrilguanilurea;
- 5 N-3-lauroxipropil-N<sup>5</sup>-p-clorobencilbiguanida;
- 1,6-di-p-clorofenilbiguanidahexano;
- dicloruro de 1-(laurildimetilamonio)-8-(p-cloro-
- bencildimetilamonio) octano;
- 5,6-dicloro-2-guanidinobenzimidazol;
- 10 N<sup>1</sup>-p-clorfenil-N<sup>5</sup>-laurilbiguanida;
- 5-amino-1,3-bis(2-etilhexil)-5-metilhexahidropirimidina;
- y sus sales por adición de ácidos no tóxicos.

Cualesquiera de los materiales saporíferos y edulcorantes, apropiados, pueden ser empleados al formular un sabor para las composiciones de la presente invención. Ejemplos de constituyentes saporíferos apropiados incluyen los aceites saporíferos, por ejemplo, aceites de menta romana, menta piperina, de pirola, de sasafraés, clavo, salvia, eucalipto, mejorana, canela, limón y naranja, así como el metilsalicilato de sodio. Agentes edulcorantes apropiados incluyen sacarosa, lactosa, maltosa, sorbita, ciclamato sódico y sacarina. Apropiadamente los agentes saporíferos y edulcorantes pueden comprender juntos desde el 0,01 al 5% o más de la presente invención.

Las cremas dentales deben tener un pH práctico para su uso. Un margen de pH de 6 a 9 es particularmente deseable. La referencia al pH se refiere a la determinación del pH directamente sobre la crema dental. Si se desea, pueden ser añadidos materiales tales como ácido cítrico para ajustar el pH a por ejemplo 6,5 a 7,5. Cuando



el ácido cítrico está presente, la crema dental típicamente retiene por lo menos el 40% del contenido original de monofluorofosfato después de un envejecimiento acelerado durante nueve semanas a alrededor de 49°C. Cuando el pH no es ajustado con materiales tales como ácido cítrico, la crema dental retiene típicamente por lo menos el 45%, y generalmente más del 50% del contenido original de monofluorofosfato después de un envejecimiento acelerado durante nueve semanas a 49°C.

Las preparaciones dentífricas presentes son altamente eficaces en su uso. Cuando se preparan como cremas dentales exhiben propiedades cosméticas y reológicas deseables y pueden ser almacenadas y distribuidas en tubos comprimibles convencionales. Por ejemplo, las composiciones de esta invención pueden ser almacenadas en tubos de aluminio sin laminar.

Los siguientes ejemplos específicos ilustran aún más la naturaleza de la presente invención, pero se deberá entender de que la presente invención no está limitada a los mismos. Las composiciones son preparadas en la forma usual y todas las cantidades de los diversos ingredientes son en peso a no ser que se especifique lo contrario.

Ejemplo 1

Se preparan los siguientes dentífricos. El contenido de monofluorofosfato en cada uno es equivalente a 0,1% de ión de fluoruro:



14 OCT 1970

	% A	% B	% C
Humectante (glicerina)	18,0	18,0	18,0
Benzoato de sodio	0,5	0,5	0,5
5 Sacarina sódica	0,2	0,2	0,2
Acido cítrico	-	0,1	0,2
Monofluorofosfato de sodio	0,76	0,76	0,76
Metafosfato sódico insoluble	5,0	5,0	-
Alúmina hidratada	45,25	42,25	52,0
10 Fosfato dicálcico anhidro	1,0	1,0	-
Carboximetilcelulosa sódica	1,2	1,2	1,2
N-lauroilsarcosinato sódico	2,0	2,0	2,0
Sabor	0,9	0,9	0,9
Agua	c.s.	c.s.	c.s.

15 Cada uno de los dentífricos A, B y C tiene un contenido inicial de monofluorofosfato como fluoruro de 0,1. Cada dentífrico es envejecido a 49°C. durante varias semanas siendo determinado periódicamente contenido de fluoruro soluble. Los resultados con las Composiciones A y B en -

20 las cuales el material abrillantador contiene alúmina y metafosfato sódico insoluble y con las Composición C en la cual el metafosfato sódico insoluble no está presente son indicados abajo:

25	<u>Composición</u>	<u>% de Monofluorofosfato Soluble como Fluoruro a 49°C.</u>		
		<u>Semanas</u>		
		<u>3</u>	<u>6</u>	<u>9</u>
	A	0,081	0,064	0,062
	B	0,069	0,064	0,051
30	C	0,057	0,041	0,030

377666

Por lo tanto está claro que la presencia de - algún metafosfato insoluble aumenta marcadamente la facultad de las Composiciones A y B para retener el fluoruro soluble.

5 Ejemplo 2

Los dentífricos que corresponden al Dentífrico A del Ejemplo 1 en el cuál el agente abrillantador se - hace variar según se indica abajo, son preparados y envejecidos a 49°C. durante varias semanas. El contenido de fluoruro soluble del dentífrico está también indicado.

10

Dentífrico A del Ejemplo 1 Modificado	<u>A<sub>1</sub></u> <u>%</u>	<u>A<sub>2</sub></u> <u>%</u>	<u>A<sub>3</sub></u> <u>%</u>
Material abrillantador			
Metafosfato sódico insoluble	1,0	3,0	12,0
Alúmina hidratada	46,25	44,25	35,25
15 Fosfato dicálcico anhidro	1,0	1,0	1,0

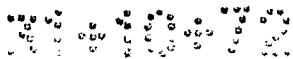
20

<u>Composición</u>	<u>% de Monofluorofosfato Soluble Como Fluoruro a 49°C.</u>		
	<u>Semanas</u>		
	<u>3</u>	<u>6</u>	<u>9</u>
A <sub>1</sub>	0,070	0,059	0,049
A <sub>2</sub>	0,071	0,060	0,055
A <sub>3</sub>	0,082	0,073	0,057

Cada uno de estos dentífricos retiene un alto nivel de fluoruro soluble.

25 Ejemplo 3

El dentífrico correspondiente al Dentífrico B del Ejemplo 1 en el cual el material abrillantador se - hace variar como se indica abajo, es preparado y envejecido a 49°C. durante varias semanas. El contenido de - fluoruro soluble está también indicado.



Dentífrico B del Ej. 1 Modificado

B<sub>1</sub> - %

Material abrillantador

Metafosfato sódico insoluble	1,0
Alúmina hidratada	46,25
Fosfato dicálcico anhidro	1,0

5

Composición

% de Monofluorofosfato Soluble como Fluoruro a 49°C.

Semanas

3          6          9

10

B<sub>1</sub>

0,063    0,060    0,044

Este dentífrico retiene también un alto nivel de más del 40% de monofluorofosfato soluble como fluoruro aún después de un envejecimiento acelerado a 49°C. durante 9 semanas.

15

Ejemplo 4

Los dentífricos que corresponden al Dentífrico A del Ejemplo 1 en el cual el humectante y el material abrillantador se hacen variar según se indica abajo, son preparados y envejecidos a 49°C. durante varias semanas. El contenido de fluoruro soluble de cada dentífrico está también indicado abajo:

20

Dentífrico A del Ejemplo 1 Modificado

Humectante

A<sub>4</sub>    A<sub>5</sub>    A<sub>6</sub>    A<sub>7</sub>    A<sub>8</sub>    A<sub>9</sub>  
%    %    %    %    %    %

Glicerina                    6,0    20,0    22,0    15,0    6,0    6,0

25

Sorbita (70%)                16,0    -        -        -    16,0    16,0

Material abrillantador

Metafosfato sódico insoluble

5,0    5,0    5,0    5,0    12,0    23,5

Alúmina hidratada

42,25    42,25    42,25    42,25    35,25    23,75

Fosfato dicálcico hidratado

1,0    1,0    1,0    1,0    1,0    1,0

30

8.10.70

**377666**



<u>Composición</u>	<u>% Monofluorofosfato Soluble como Fluoruro a 49°C.</u>		
	<u>Semanas</u>		
	<u>3</u>	<u>6</u>	<u>9</u>
A <sub>4</sub>	0,060	0,058	0,046
A <sub>5</sub>	0,073	0,063	0,060
A <sub>6</sub>	0,076	0,058	0,058
A <sub>7</sub>	0,078	0,072	0,056
A <sub>8</sub>	0,086	0,065	0,062
A <sub>9</sub>	0,083	0,071	0,069

10 Cada uno de estos dentífricos retiene un alto nivel de fluoruro soluble.

Ejemplo 5

15 Los dentífricos que corresponden al Dentífrico A del Ejemplo 1 en el cual el Musgo Irlandés reemplaza a la carboximetilcelulosa sódica y en el cual el humectante y material abrillantador se hacen variar según se indica abajo, son preparados y envejecidos a 49°C, durante varias semanas. El contenido de fluoruro soluble de cada dentífrico están también indicado abajo.

20 Dentífrico A del Ejemplo 1 Modificado con Musgo Irlandés	<u>A<sub>10</sub></u>	<u>A<sub>11</sub></u>
	<u>%</u>	<u>%</u>
Humectante		
Glicerina	13,0	13,0
Sorbita (70%)	20,0	20,0
25 Material abrillantador	<u>A<sub>10</sub></u> <u>%</u>	<u>A<sub>11</sub></u> <u>%</u>
Metafosfato sódico insoluble	12,0	23,5
Alúmina hidratada	35,25	23,75
Fosfato dicálcico anhidro	1,0	1,0



Composición	% de Monofluorofosfato Soluble como Fluoruro a 49°C.		
	<u>Semanas</u>		
	<u>3</u>	<u>6</u>	<u>9</u>
A <sub>10</sub>	0,082	0,073	0,057
A <sub>11</sub>	0,084	0,075	0,068

Cada uno de estos dentífricos retiene un alto nivel de fluoruro soluble.

Ejemplo 6

Los dentífricos correspondientes al Dentífrico B del Ejemplo 1 en el cual el humectante y material abrillantador se hacen variar como se indica abajo, son preparados y envejecidos a 49°C durante varias semanas. El contenido de fluoruro soluble de cada dentífrico está también indicado abajo.

Dentífrico B del Ejemplo 1 Modificado	B <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>
	%	%
Humectante		
Glicerina	6,0	22,0
Sorbita (70%)	16,0	-
Material Pulidor		
Metafosfato sódico insoluble	5,0	5,0
Alúmina hidratada	42,25	42,25
Fosfato dicálcico anhidro	1,0	1,0

Composición	% Monofluorofosfato Soluble como Fluoruro a 49°C.		
	<u>Semanas</u>		
	<u>3</u>	<u>6</u>	<u>9</u>
B <sub>2</sub>	0,070	0,050	0,038
B <sub>3</sub>	0,071	0,059	0,050

Cada uno de estos dentífricos también retiene un alto nivel de por lo menos alrededor del 40% de monofluo-



rofosfato soluble como fluoruro aún después de un envejecimiento a 49°C. durante 9 semanas.

Ejemplo 7

5 Los dentífricos correspondientes al Dentífrico B del Ejemplo 1 en el cual el fosfato dicálcico anhidro es omitido del material abrillantador y el material abrillantador se hace variar de otra forma, como se indica abajo, son preparados y envejecidos a 49°C. durante varias semanas. El contenido de fluoruro soluble de cada  
10 dentífrico está también indicado abajo.

<u>Dentífrico B del Ejemplo 1 Modificado</u>	<u>B<sub>4</sub></u>	<u>B<sub>5</sub></u>	<u>B<sub>6</sub></u>
Material abrillantador	%	%	%
Metafosfato sódico insoluble	1,0	0,5	0,1
Alúmina hidratada	47,25	47,75	48,15

<u>Composición</u>	<u>% de Monofluorofosfato Soluble como Fluoruro a 49°C.</u>		
	<u>Semanas</u>		
	<u>3</u>	<u>6</u>	<u>9</u>
B <sub>4</sub>	0,070	0,063	-
B <sub>5</sub>	0,071	0,58	0,054
B <sub>6</sub>	0,69	0,060	0,048

15 Cada uno de estos dentífricos también retienen satisfactoriamente altos niveles de fluoruro soluble aún después de un envejecimiento acelerado durante 6 a 9 semanas.  
20

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 21 de Abril de 1.969, bajo el número 818.098, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

14 OCT 1970

REIVINDICACIONES

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 composición dentífrica que comprende poner en contacto una sal de monofluorofosfato soluble en agua con un material abri-  
llantador compatible, insoluble en agua, que comprende una mezcla de alúmina y metafosfato de metal alcalino -  
insoluble, estando la cantidad de dicha alúmina en exceso de la cantidad de dicho metafosfato de metal alcalino.

10

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha sal de monofluorofosfato soluble en agua es un monofluorofosfato de metal alcalino y dicha alúmina es alúmina hidratada.

15

3.- Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que dicho monofluorofosfato de metal alcalino es monofluorofosfato sódico.

20

4.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicho metafosfato de metal alcalino insoluble es metafosfato sódico insoluble.

5.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicho agente abrillantador está presente en una cantidad de desde el 20% al 95% en peso de dicha composición dentífrica.

**377666**

9.10.70



6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que dicho agente abrillantador está presente en una cantidad de desde el 20% al 75% en peso de dicha composición dentífrica.

5                    7.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, en el que la proporción de metafosfato de metal alcalino insoluble a dicha alúmina está entre menos de 1:1 y 1:500.

10                   8.- Un procedimiento según la reivindicación 7, en el que la proporción de metafosfato de metal alcalino insoluble a dicha alúmina está entre menos de 1:1 y 1:47,25.

15                   9.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, en el que dicho material abrillantador también contiene una pequeña cantidad de un fosfato de metal alcalinotérreo insoluble en agua.

10.- Un procedimiento según la reivindicación 9, en el que dicho fosfato de metal alcalinotérreo insoluble en agua es fosfato dicálcico anhidro.

20                   11.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, en el que dicha composición dentífrica contiene también ácido cítrico.

12.- Un procedimiento de preparar una composición dentífrica.

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

9.10.70

- 19 - 377666

CONFIDENTIAL



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

Madrid, 14 OCT. 1970

P.A.

Alberto del Castillo  
Por Foder

A large, stylized handwritten signature or set of initials, possibly "A. del Castillo", written in dark ink.

9.10.70 IFG

377666