

403136



P.- 51.079

Int. Cl.<sup>2</sup>: A61K

U.S.Ser.№ 146.802

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I. P. C.  
CLASE \_\_\_\_\_  
SUBCLASE \_\_\_\_\_

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION per 20 años

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad norteamericana

establecida en 300 Park Avenue, Nueva York, Nueva York,  
Estados Unidos de América.

por: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA PASTA DENTAL"

(Clase Internacional A61k)

403 136



La invención se refiere a formulaciones de pasta dental de aspecto estéticamente agradable que contienen partículas dispersadas que son visibles individualmente a simple vista. Más específicamente, la invención proporciona una pasta transparente, opaca o translúcida que tiene dispersadas en ella partículas macroscópicamente visibles que contrastan con la base de pasta dental para proporcionar un efecto moteado. La invención hace posible proporcionar una pasta dental moteada altamente estable que tiene en la boca una sensación agradable deseable durante el cepillado, buenas características para el cepillado, buen poder limpiador, un efecto moteado distinguible y brillante con un contraste nítido y estable entre las motas y la base de pasta dental.

Los materiales útiles para producir las partículas coloreadas incorporadas en las formulaciones de pasta dental de esta invención incluyen la clase amplia de materiales polímeros no abrasivos insolubles en agua clasificables como termoplásticos. Representativos de tales materiales son polímeros sintéticos que se encuentran en las categorías de poliolefinas, por ejemplo, polietileno y polipropileno; poli(cloruro de vinilo), copolímeros de poli(cloruro de vinilo) y poli(alcohol vinílico), acetato de vinilo y cloruro de vinilideno; poli(acetato de vinilo); metacrilatos de alcohol, por ejemplo, poli(metacrilato de isobutilo); poliestireno,

403 136

22

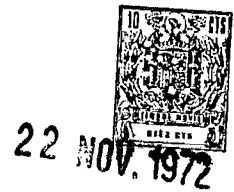


5 poli(metil-estireno); cauchos sintéticos, tales como copo-  
límeros de estireno-butadieno; poliamidas, tales como nylon;  
poliacrilatos; derivados celulósicos tales como acetatos y  
butiratos; policarbonatos; derivados fenoxílicos, tales como  
polímeros de bis-fenol-A y epíclorohidrina; y mezclas de di-  
chos materiales.

10 Materiales termoplásticos o polímeros parti-  
cularmente apropiados para su uso en esta invención tienen  
usualmente un peso molecular entre alrededor de 1000 y  
20.000. Los mejores resultados han sido obtenidos hasta aho-  
ra con materiales cuyos pesos moleculares están por debajo  
de 10.000, y tienen un índice de dureza expresado en déci-  
mas de milímetro de penetración de aguja (100 gramos/5 seg.  
25°C., ASTM DI-1321) entre alrededor de 1 y 15 aunque pueden  
15 usarse materiales más duros o más blandos si no son indesea-  
bles en la pasta dental final. Los polímeros pueden ser pre-  
parados, por ejemplo, por suspensión, en masa, y por métodos  
de polimerización en emulsión, que son bien conocidos en la  
técnica.

20 La siguiente tabla enumera materiales polímeros  
termoplásticos sintéticos preferidos y sus propiedades. Los  
polietilenos que tienen un peso molecular de alrededor de  
1.000 a 5.000 son particularmente compatibles e inertes en  
la base de pasta dental, e impalpables en la boca durante  
25 el cepillado, y constituyen materiales preferidos.

# 403 136



<u>Resina</u>	<u>P.M.M.<sup>1</sup></u>	<u>P.R.<sup>2</sup> Aprox.</u>	<u>Dureza<sup>3</sup></u>	<u>D<sup>4</sup></u>	<u>V.M. CP<sup>5</sup></u>
Poli- etilen <sup>6</sup>	2.000	105°C.	3,5	0,92	200 (140°C.)
"	2.200	107°C.	3,0	0,92	220 "
"	3.500	116°C.	1,0	0,93	350 "
"	5.000	109°C.	2,5	0,92	4000 "
"	1.500	102°C.	7,5	0,91	145 "
"	1.100	195°C.	80,0	0,89	40 "
"	2.000	96°C.	9,5	0,91	230 "
"	3.500	204°C.	7,0	0,92	500 "
producto oxidado <sup>7</sup>	1.800	104°C.	4,0	0,94	320 (125°C.)
"	3.000	106°C.	3,0	0,94	1200 "
poliami- da <sup>8</sup>	6.000-				
	9.000	110°C.	4	0,98	2200 "
"	"	95°C.	15	0,98	1100 "
"	"	110°C.	3	0,98	3800 "
copoli- mero de alfa-me- til esti- reno-vinil- tolueno <sup>9</sup>	1.000	100°C.	-	-	3500 (140°C.)

403 136

22



- 1 = peso molecular medio
- 2 = punto de reblandecimiento (aprox.) ASTM E-28
- 3 = 0,1 mm. de penetración de aguja ASTM DI-1321  
(100 gramos/5 seg./25°C.)
- 5 4 = densidad
- 5 = viscosidad media CP
- 6 = disponible de Allied Chemical Company bajo la  
marca registrada A-C polietileno calidades  
6, 6A, 7, 7A, 8, 8A, 615, 617, 617A, G-201 y  
400.
- 10 7 = disponible de Eastman Chemical Products,  
Kingsport, Tenn. bajo la marca registrada  
EPOLENE. Estos materiales son emulsificables  
y tienen un índice de acidez y un índice de  
saponificación ambos de 9-10. Materiales simi-  
lares están disponibles de Allied Chemical Com-  
pany bajo la marca registrada polietileno A-C  
calidades 656, 629, 655 y 680.
- 15 8 = producida a partir de etiléndiamina de acuerdo  
con la patente de los EE.UU. número 2.379.413.  
Disponible de Chemical Division de General Mills  
Co., Kenkakee, Ill. bajo la marca registrada  
Versamid calidades 930, 940 y 950.
- 9 = disponible de Picco Resin Company, Clairton,  
Pa., bajo la marca registrada Piccotex 100.

20

Los anteriores materiales no son tóxicos y son  
sustancialmente insolubles en la base de pasta dental  
y no atacan el material de que está hecho el tubo para  
envasar la crema dental (usualmente aluminio o plomo).  
En el estado en que son suministrados son generalmente  
25 incoloros, por ejemplo, transparentes como el agua o tur-

403 136



bios. Las partículas hechas de estos materiales son de un tamaño macroscópicamente visible, teniendo un diámetro medio de por lo menos alrededor de 150 micras y generalmente por debajo de 800 micras, usualmente por debajo de 600 micras, preferiblemente entre 150 y 420 micras, y son sustancialmente impalpables en la cavidad oral durante el uso.

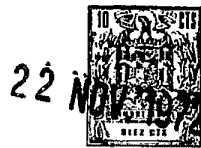
Las partículas macroscópicamente visibles de la invención contrastan preferiblemente con la base de pasta dental. Típicamente, la base de pasta dental propiamente dicha es blanca, opaca, transparente o translúcida. Las partículas visibles pueden ser de cualquier color deseado que pueda ser visible contra el fondo de la crema dental dependiendo del efecto estético específico deseado. En una forma preferida de la invención las partículas contienen un agente colorante dispersado en una cantidad bien por debajo de 10% y preferiblemente menor de alrededor de 5%, por ejemplo, particularmente en el margen de alrededor de 0,1 a alrededor de 1 o 2%, tal como de alrededor de 0,3 a 0,6%. La proporción de la cantidad de material polímero termoplástico a la cantidad de agente colorante dispersado está preferiblemente bien por encima de 10:1, más preferiblemente es mayor de 20:1, y aún más preferiblemente es superior a alrededor de 40:1; por ejemplo es de alrededor de 100:1 a 300:1. El uso de dichas pequeñas proporciones y altas relaciones rinde motas con un color en contraste

403 136



excelente y una excepcional estabilidad del color y excepcional resistencia al corrimiento del color, incluso con pigmentos (tal como las lacas abajo mencionadas, que son formadas por colorantes solubles en agua fijados a un substrato insoluble) que en caso contrario tienen tendencia a 5 correrse en su color dentro de la pasta dental durante un largo almacenamiento, particularmente cuando la base de pasta dental contiene disolventes líquidos miscibles con éter e insolubles en agua, tales como cloroformo. En 10 este aspecto de la invención, en lugar del material polímero o en mezcla con el mismo puede emplearse un material céreo insoluble en agua tal como la cera carnauba. También, para obtener una mejor resistencia al corrimiento del color es preferible evitar diluir las partículas visibles 15 por la presencia en ellas de una proporción principal, particularmente no sustancialmente superior a alrededor de 30%, de partículas no termoplásticas tales como partículas finas dispersadas de un agente de abrillantamiento dental. La incorporación en las partículas visibles coloreadas de 20 una cantidad secundaria, por ejemplo de alrededor del 5 a 30%, preferiblemente de alrededor de 10 al 20% de tal agente de abrillantamiento, por ejemplo, partículas de fosfato dicálcico de tamaño y calidad conocidos como apropiadas para usarse como agente de abrillantamiento en pastas dentales, ha rendido pastas dentales moteadas con aspecto y es- 25

403 136



tabilidad excelentes.

Típicamente, la cantidad de partículas termo-  
plásticas coloreadas en las formulaciones de pasta dental  
de la invención está por debajo de 10% y generalmente  
5 es mucho menor, por ejemplo, menor de 5%, tal como de  
alrededor de 0,2 por ciento en peso a alrededor de 1 por  
ciento en peso, preferiblemente alrededor de 1/2%, por  
ejemplo 0,4 por ciento. Sin embargo, se debe reconocer  
que la cantidad de partículas presentes puede ser hecha  
10 variar más allá de este margen dependiendo del efecto  
moteado deseado en la formulación final.

De acuerdo con un aspecto de la invención,  
pigmentos tales como las lacas metálicas de colorantes  
apropiados pueden ser usados para colorear las particu-  
15 las termoplásticas de la invención. Un pigmento es definido  
generalmente como un material coloreado insoluble en for-  
ma de polvo fino que es dispersado y suspendido, a diferen-  
cia de ser disuelto, en el medio que ha de ser coloreado.  
El pigmento puede ser por entero de un sólo material co-  
20 loreado insoluble (tal como azul ultramarino) o puede es-  
tar compuesto de una combinación de un colorante soluble  
en agua y un vehículo insoluble en agua al cual está fi-  
jado el colorante. Típicos de los materiales últimamente  
citados son las "lacas" bien conocidas en las cuales el  
25 material de vehículo es un óxido metálico tal como alúmina.

403 136



Debido a que las partículas coloreadas de la invención son usadas en formulaciones de crema dental, los pigmentos utilizados deben ser apropiados para ser usados en la cavidad oral. Pigmentos apropiados incluyen

5 los azules ultramarinos y los rosados, óxido verde cosmético, óxido rojo cosmético, negro de humo, óxidos férricos, pigmento rojo #5 índice de color 12490, pigmento azul #27 índice de color 77510, y pigmento verde #7 índice de color 74260. Otros pigmentos apropiados son aquellos a los que

10 se hace referencia como pigmentos aprobados en los Estados Unidos como FD&C (alimentos, drogas y cosméticos) y D&C (drogas y cosméticos). Típicos de los pigmentos de esta clase son lacas metálicas de los siguientes colorantes D&C:

15	<u>color</u>	<u>Indice de Color</u> ✕
	D&C verde # 5	61570
	D&C verde # 6	61565
	D&C verde # 8	59040
	D&C amarillo # 10	47005
20	D&C rojo # 6	15850
	D&C rojo # 7	15850
	D&C rojo # 8	15585
	D&C rojo # 9	15585
	D&C rojo # 10	15630
25	D&C rojo # 11	15630

403 136

22



<u>Color</u>	<u>Indice de Color #</u>
D&C rojo # 12	15630
D&C rojo # 13	15630
D&C rojo # 19	45170
5 D&C rojo # 21	45380A
D&C rojo # 22	45380
D&C rojo # 27	45410
D&C rojo # 28	45410
D&C rojo # 30	73360
10 D&C rojo # 33	17200
D&C rojo # 34	15880
D&C rojo # 36	12085
D&C rojo # 37	45170B
D&C naranja # 5	45370A
15 D&C naranja # 10	45425A
D&C naranja # 11	4542Na
D&C naranja # 17	12075
D&C azul # 1	42090
D&C azul # 4	42090
20 D&C azul # 6	73000
D&C azul # 9	69825

Las lacas son descritas en la "Encycloped-  
ia of Chemical Technology" editada por Kirk y Othmer  
25 (por ejemplo en la primera edición, Vol. 2, páginas

403 136'



262-263) y en Jennison, "Manufacture of Lake Pigments from Artificial Colors" (por ejemplo en la segunda edición publicada en 1920 por Scott, Greenwood, Londres).

5 De acuerdo con un aspecto de la invención, partículas termoplásticas apropiadamente coloreadas pueden ser producidas calentando primero el material termoplástico hasta que está fundido, y mezclando luego un pigmento apropiado con la masa fundida. Después de que el pigmento ha sido añadido y dispersado uniformemente, la mezcla fundida es solidificada vertiéndola y haciéndola pasar a través de un molino de rodillos enfriado por agua. El material termoplástico solidificado que está usualmente en forma de película puede luego ser desmenuzado en forma de escamas, molido a una forma de partículas y tamizado para aislar el tamaño deseado de partículas.

10

15

La base de pasta dental incluye líquidos y sólidos que están dosificados para formar una masa cremosa con una consistencia deseada que es extruible desde un envase para aerosol o un tubo aplastable (cuyas paredes están hechas por ejemplo de aluminio o plomo). En general los líquidos de la crema dental comprenderán principalmente agua, y líquidos no volátiles, solubles en agua, tales como humectantes, por ejemplo, glicerina, soluciones acuosas de sorbita, propilén-glicol, polietilén-glicol 400, etc., incluyendo mezclas apropiadas de los mismos. Es ventajoso usual-

20

25

403 136

22 NOV 1972



mente usar una mezcla de agua y de un humectante o aglutinante tal como glicerina o sorbita. El contenido total de líquido será generalmente de alrededor de 20 al 75 por ciento en peso de la fórmula. Se prefiere usar también un agente gelificante en cremas dentales tal como gomas naturales y sintéticas y materiales del tipo de goma, por ejemplo, carragenina, goma tragacanto, metil-celulosa, polivinilpirrolidona, y almidón, usualmente en una cantidad de hasta alrededor de 10 por ciento, preferiblemente alrededor de 0,2 a 5 por ciento en peso de la formulación. Se pueden emplear agentes gelificantes inorgánicos, tal como arcillas silicatadas sintéticas que tienen la fórmula  $\Delta \text{Si}_8\text{Mg}_{5,1}\text{Li}_{0,6}\text{H}_{7,6}\text{O}_{24} \text{ } ^{0,6-} \text{NaO}_{,6+}$  y disponibles bajo la marca registrada Laponite CP y Laponite SP. Las arcillas silicatadas sintéticas son particularmente apropiadas para usarse en la formulación de una base de pasta dental transparente.

La nueva formulación incluye típicamente un agente de abrillantamiento dentalmente aceptable del tipo empleado en las cremas dentales. Agentes de abrillantamiento representativos incluyen, por ejemplo, fosfato dicálcico, fosfato tricálcico, metafosfato sódico insoluble, hidróxido de aluminio incluyendo alúmina hidratada, sílice coloidal, carbonato de magnesio, carbonato de calcio, pirofosfato de calcio, bentonita, etc., incluyendo mezclas apropiadas



403 136



micras, y, generalmente, una superficie específica de por lo menos alrededor de 300, y hasta de alrededor de 600 a 800 metros cuadrados por gramo. Un xerogel de sílice apropiado puede ser adquirido de Grace Davison Chemical Company bajo la marca registrada Syloid 63. El material tiene un diámetro medio de partículas de alrededor de 8 a 10 micras. Otros xerogeles de sílice apropiados incluyen Syloid 65 (diámetro medio de partículas de alrededor de 5 micras), Syloid 73 (diámetro medio de partículas de alrededor de 5 micras), y Syloid 72 y 74, todos los cuales pueden ser adquiridos de Grace Davison Chemical Company. Los xerogeles de sílice tienen típicamente un índice de refracción de alrededor de 1,46. Otros materiales de sílice apropiados pueden ser adquiridos de Monsanto Chemical Company bajo la marca registrada Santocel y Santocel 100.

El material abrasivo usado en el vehículo de gel transparente de las formulaciones de pasta dental de la invención puede ser una sal metálica, compleja de aluminosilicato, insoluble en agua, que tiene un índice de refracción próximo al del vehículo de gel. Representativas de tales materiales son sales de aluminosilicato complejas, sintéticas y amorfas, de un metal alcalino o metal alcalino-térreo en que la sílice está entrelazada con la alúmina y contiene hasta 3,3% en peso del agente de abrillantamiento de alúmina, y en que la proporción molar de sílice a alúmina es por

403136



5 lo menos de alrededor de 45:1. Los anteriores abrasivos de aluminosilicato tienen un índice de refracción de alrededor de 1,44 - 1,47 e incluyen hasta alrededor de 20% en peso de humedad y hasta alrededor de 10% en peso de un óxido de metal alcalino o metal alcalino-térreo.

10 La sal compleja de aluminosilicato arriba descrita es típicamente una sal de sodio o calcio, y forma un producto particularmente deseable. Es un polvo amorfo que tiene además la propiedad de ser invisible cuando es incor-  
porado en un vehículo dental de gel transparente. Por lo tanto, un tamaño apropiado de partículas para el ingredien-  
te de abrillantamiento es de hasta alrededor de 40 micras, preferiblemente de alrededor de 1-20 micras. El contenido típico de humedad, medido por la pérdida por ignición es  
15 de alrededor de 5-20% en peso del ingrediente de abrillan-  
tamiento, y el contenido típico de un óxido de metal alcalino tal como óxido sódico o un óxido de metal alcalino-  
térreo tal como óxido de calcio es de hasta alrededor de 10%, generalmente alrededor de 0,3-2% en peso. Típicamente, el  
20 agente tiene una densidad aparente total de hasta alrededor de 0,2 g/cm<sup>3</sup>, preferiblemente alrededor de 0,07-0,12 g/cm<sup>3</sup>.

25 Agentes tensioactivos orgánicos son usados en las composiciones de pasta dental para ayudar a lograr una dispersión completa y a fondo de la composición por toda la cavidad oral y para hacerlas más aceptables en sentido cos-

403 136



mético. El material tensioactivo orgánico puede ser de naturaleza aniónica, no iónica, anfófica o catiónica, y se prefiere emplear como agente tensioactivo un material deter-  
5 sivo que comunique a la composición propiedades deter-  
sivas y espumantes. Detergentes apropiados de este tipo  
son las sales solubles en agua de monoglicéridos-monosul-  
fonatos de ácidos grasos superiores, tales como la sal só-  
dica del monoglicérido monosulfonado de ácidos grasos de  
aceite de coco hidrogenado, alcohol-sulfatos superiores,  
10 tales como lauril sulfato sódico, alcohol-aril-sulfonatos,  
tales como dodecil benceno sulfonato sódico, sulfoacetatos  
de alcohol superior, ésteres de ácido graso superior de  
1,2 dihidroxi-propano-sulfonatos, y las acilamidas alifá-  
ticas superiores sustancialmente saturadas de compuestos  
15 de ácidos amino-carboxílicos alifáticos inferiores, tales  
como las que tienen de 12 a 16 átomos de carbono en los  
radicales de ácido graso, alcohol, o acilo, y similares,  
y combinaciones de cualquiera de los materiales anteriores.  
Ejemplos de las amidas últimamente mencionadas son N-lauroil-  
20 sarcosina, y las sales de sodio, potasio y etanolamina de  
N-lauroil-, N-miristoil-, o N-palmitoil-sarcosina. El uso  
de estos compuestos de sarcosinato en las composiciones  
dentífricas es particularmente ventajoso ya que estos mate-  
riales exhiben un efecto prolongado y marcado en la inhibi-  
25 ción de la formación de ácidos en la cavidad oral debido

403 136



5 a la descomposición de carbohidratos, además de ejercer una cierta reducción en la solubilidad del esmalte dental en soluciones ácidas. Preferiblemente, están sustancialmente libres de jabón o de otro material similar de ácido graso que tienda a reducir su efecto.

10 Otros materiales tensioactivos particularmente apropiados incluyen agentes no iónicos tal como los condensados de monoestearato de sorbitán con aproximadamente 60 moles de óxido de etileno, condensados de óxido de etileno con óxido de propileno, condensados de propilén glicol ("Fluronic") y agentes anfóteros tales como derivados de imidazol cuaternizados que están disponibles bajo la marca registrada "Miranol" tal como Miranol C<sub>2</sub>M.

15 Varios otros materiales pueden ser incorporados en formulaciones opacas y transparentes de pasta dental de esta invención. Ejemplos de los mismos son los agentes colorantes o blanqueantes o tintes, incluyendo colorantes solubles en agua tales como los colores FD&C y D&C, agentes de conservación, siliconas, compuestos de clorofila, materiales amoniacados tales como urea, fosfato diamónico y mezclas de los mismos, y otros constituyentes. Estos agentes auxiliares son incorporados en la formulación en cantidades que no afecten sustancialmente de modo desfavorable las propiedades y características deseadas y son seleccionados y usados en una cantidad apropiada dependiendo del tipo particular

20  
25

403 136

22



de preparación implicado.

Las formulaciones de crema dental pueden incluir también un compuesto fluorado que tenga un efecto beneficioso en el cuidado y en la higiene de la cavidad oral, por ejemplo, la disminución de la solubilidad del esmalte en ácidos y la protección de los dientes contra el deterioro. Ejemplos de los mismos incluyen fluoruro sódico, fluoruro estannoso, fluoruro potásico, fluoruro estannoso-potásico ( $\text{SnF}_2\text{-KF}$ ), fluorozirconato potásico, hexafluoroestannato sódico, clorofluoruro estannoso, y monofluorofosfato sódico. Estos materiales que desprenden o liberan iones que contienen flúor, pueden estar presentes apropiadamente en una cantidad eficaz pero no tóxica, usualmente dentro del margen de alrededor de 0,1 a 1% en peso, basado en el contenido de flúor soluble en agua del mismo. Fluoruro sódico, fluoruro estannoso, y monofluorofosfato sódico son particularmente preferidos así como las mezclas de los mismos.

Agentes antibacterianos pueden ser empleados también en los preparados orales de la presente invención para proporcionar un contenido total de tales agentes de hasta alrededor de 5% en peso. Agentes antibacterianos típicos incluyen

$\text{N}^1\text{-(4-clorobencil)-N}^5\text{-(2,4-diclorobencil)-biguanida;}$   
 $p\text{-clorofenil-biguanida;}$

403 136

22



- 4-clorobenzhidril-biguanida;  
4-clorobenzhidrilguanilurea;  
N-3-lauroxipropil-N<sup>5</sup>-p-clorobencilbiguanida;  
5 dicloruro de 1-laurildimetilamonio)-8-(p-clorobencil-  
dimetilamonio)-octano;  
5,6-dicloro-2-guanidinobencimidazol;  
N<sup>1</sup>-p-clorofenil-N<sup>5</sup>-laurilbiguanida;  
1,6-di-p-clorofenil-biguanidohexano;  
1,6-bis-(2-etilhexil-biguanido)-hexano;  
10 5-amino-1, 3-bis (2-etilhexil)-5-metilhexahidro-  
pirimidina;  
y sus sales por adición de ácido no tóxicas.

15 Se puede emplear también sílice pirogénica  
sintética finamente dividida tal como la vendida bajo las  
marcas registradas Cab-O-Sil M-5, Syloid 244, Syloid 266 y  
Aerosil D-200 en cantidades de alrededor de 1-5% en peso  
particularmente para activar el espesamiento o gelificación  
y para mejorar la transparencia del dentífrico.

20 El sabor de las formulaciones de pasta dental  
puede ser modificado empleando materiales saporíferos o  
edulcorantes apropiados. Ejemplos de constituyentes sapo-  
ríferos apropiados incluyen los aceites saporíferos, por  
ejemplo, aceite de menta verde, menta piperita, canela,  
25 limón y naranja así como metilsalicilato sódico. Agentes

403 136



5 edulcorantes apropiados incluyen sacarosa, lactosa, malto-  
sa, sorbita, ciclamato sódico, perillartina y sacarina.  
Apropiadamente el agente saporífero y el edulcorante pue-  
den constituir conjuntamente alrededor de 0,01 a 5% o más  
de las composiciones de la invención. Las formulaciones de  
pasta dental pueden ser provistas con el sabor desusado y  
picante del cloroformo. Por lo tanto, en lugar o además  
de los materiales saporíferos o edulcorantes anteriores  
se puede incluir hasta alrededor de 5%, usualmente más  
10 de 1% y preferiblemente entre 1 y 5% en peso de cloroformo  
(o sabor de cloroformo) en las formulaciones de crema  
dental de la invención.

15 De acuerdo con un aspecto específico de la in-  
vención las nuevas partículas termoplásticas coloreadas  
pueden ser incorporadas dentro de una base de pasta dental  
que contenga cloroformo sin disolverse, desintegrarse ni  
correrse en el color. Las partículas termoplásticas coloreadas  
preferidas de la invención son sustancialmente inertes  
en cloroformo y en pastas dentales que contienen cloroformo.  
20 Cuando son suspendidas en cloroformo a la temperatura ambien-  
te, las partículas termoplásticas coloreadas preferidas de  
acuerdo con la invención mantienen su integridad después  
de 16 horas y no descolorean el cloroformo. Similarmente  
cuando son incorporadas en una pasta dental que contiene  
25 alrededor de 3% de cloroformo y son mantenidas a 49°C duran-

403 136



te 12 semanas, las partículas termoplásticas coloreadas preferidas permanecían discretas y no descoloraban apreciablemente la base de pasta dental.

5 Es deseable el ajustar el pH de las formulaciones de crema dental al margen de alrededor de 3 a 9 usando ácidos tales como ácido cítrico, acético, cloropropiónico, malónico, fórmico, fumárico, metoxiacético y propiónico. Valores de pH inferiores a 3 son generalmente indeseables para el uso oral. Cuando están presentes io-

10 nes estannosos el pH es preferiblemente inferior a alrededor de 3. El margen preferido de pH es de 3,5 a alrededor de 5,0 cuando están presentes iones estannosos y de alrededor de 4,5 a alrededor de 7,0 en ausencia de iones estannosos.

15 Los siguientes ejemplos específicos ilustran adicionalmente la naturaleza de la presente invención pero queda entendido que la invención no está limitada a los mismos. Las formulaciones de crema dental son preparadas de la manera usual, excepto lo que se indica, y todas las

20 cantidades y proporciones están en peso excepto cuando se indique otra cosa.

Ejemplo 1

25 Partículas termoplásticas coloreadas apropiadas para su incorporación en formulaciones de crema dental.

403136

22



del tipo de gel opacas y transparentes, son preparadas de acuerdo con el siguiente método.

En este ejemplo se emplea una calidad de polietileno no emulsificable, que tiene las siguientes propiedades:

5

Peso molecular	aprox. 1500
Punto de reblandecimiento (ASTM E-28)	120°C.
Dureza (0,1 mm.) (ASTM DI-1321)	7,5
10 Densidad g/cm <sup>3</sup> (ASTM D-1505)	0,91
Viscosidad cps.	140°C
Brookfield	145

15

Este polietileno es resistente a líquidos tales como alcohol etílico, agua e hidróxido de sodio acuoso al 50%; cuando es expuesto a un exceso de tales líquidos absorbe menos de 2%, y generalmente menos de alrededor de 1%, del líquido; es atacado, sin embargo, por líquidos tales como tetracloruro de carbono y tolueno.

20

99,6 partes del material de polietileno precedente son calentadas hasta que funden (alrededor de 105°C a 110°C.) en un recipiente apropiado que tiene medios agitadores. 0,4 partes de laca de aluminio D&C Azul #1, índice de color 42090 se añaden y mezclan a fondo con el plástico fundido mientras que la temperatura es mantenida entre

25

403136



alrededor de 105°C y 110°C. La mezcla fundida es vertida luego en un molino de rodillos que incluye tres rodillos enfriados interiormente con agua distanciados a 0,8 mm entre sí para obtener una película del material de polietileno coloreado. La película de polietileno coloreado es  
5 enfriada a alrededor de 50°C. durante el proceso de molienda y luego es desmenuzada a la forma de recortes. Los recortes son alimentados a un granulador de sólidos y son molidos a la forma de partículas. El granulador de sólidos  
10 puede ser un amasador de doble rodillo con ranuras o un granulador del tipo Stokes con una malla y un rotor. El material en partículas es alimentado luego a un tamiz clasificador con una malla número 40 (abertura entre mallas 0,420 mm.) y un tamiz con una malla número 45 (abertura entre mallas 0,354mm). Las partículas retenidas en el tamiz  
15 de malla 40 son recirculadas al granulador de sólidos para una reducción adicional de su tamaño y las que pasan a través del tamiz de malla 45 son recirculadas al recipiente calentador y mezclador para ser fundidas de nuevo. Las partículas  
20 que pasan a través del tamiz de malla 40 y que son retenidas en el tamiz de malla 45 son utilizadas en las formulaciones dentífricas de la invención. Están caracterizadas por tener un color azul intenso y estéticamente agradable, una forma irregular y un tamaño de partículas de alrededor de 350 a  
25 alrededor de 420 micras.

403 136 22



Ejemplo 2

Una crema dental blanca, opaca, que tiene la siguiente composición es formulada por la técnica usual.

5

	<u>Componentes</u>	<u>Partes</u>
	Glicerina	25,63
	Pirofosfato tetrasódico	0,24
	Carboximetilcelulosa sódica	0,74
10	Sacarina sódica	0,19
	Benzoato sódico	0,49
	Agua desionizada, irradiada	14,57
	Carbonato cálcico	4,97
	Fosfato dicálcico	46,14
1,5	Lauril-sulfato sódico (calidad dental)	0,97
	N-lauroil-sarcosinato sódico	0,71

0,40 partes de las partículas coloreadas del Ejemplo 1 son añadidas a la formulación arriba citada y la mezcla de crema y partículas es mezclada a fondo para dispersar uniformemente las partículas. Después de que las partículas son uniformemente incorporadas en la crema dental se pueden mezclar a fondo 1,29 partes de un agente saporífero para pastas dentales y 3,58 partes de cloroformo en la mezcla. El cloroformo y los aditivos saporífe-

403 136



ros proporcionan un sabor agradable, estimulante y pican-  
te a la crema dental.

La crema dental formulada de acuerdo con este  
ejemplo puede ser envasada en tubos de aluminio no reves-  
5 tidos y tiene un aspecto atractivo y un sabor estimulante.  
Las partículas coloreadas dispersadas no se sedimentan apre-  
ciablemente durante su duración normal en almacenamiento,  
por ejemplo, no se disuelven ni se corren en color dentro  
de la base de pasta dental, y son impalpables en la cavidad  
10 oral durante el uso.

Ejemplo 3

Se prepara el siguiente dentífrico opaco:

15

<u>Componentes</u>	<u>Partes</u>
Glicerina	20,0
Hidroxietilcelulosa	1,2
Alúmina hidratada	52
20 N-lauroil-sarcosinato sódico	2,0
Sacarina sódica	0,2
Agente saporífero (menta piperita)	1,0
Agua desionizada (irradiada)	20

25

0,5 partes de las partículas plásticas coloreas-

# 403 136



das del Ejemplo 1 son dispersadas a fondo en esta formulación para producir una crema dental moteada estéticamente atractiva.

## 5 Ejemplo 4

Se prepara el siguiente dentífrico visualmente transparente:

10	<u>Componentes</u>	<u>Partes</u>
	Sorbita (solución acuosa al 70%)	75,0
	Glicerina	25,0
	Laponite SP	2,0
	N-laurooil-sarcosinato sódico	2,0
15	Sacarina sódica	0,1
	Aerosil D200	3,0
	Aluminosilicato sódico	16,0
	Agente saporífero	1,0
	Color (colorante soluble en agua)	1,0
20	Agua	20,0

25 1 parte en peso de las partículas coloreadas del Ejemplo 1 son dispersadas a fondo en la formulación para producir un dentífrico de gel transparente estéticamente atractivo.

403 136



El aluminosilicato sódico empleado es un complejo  
teniendo un índice de refracción de 1,46, un contenido de  
humedad de alrededor de 6 por ciento, un tamaño medio de  
partículas de alrededor de 35 micras y una densidad aparen-  
5 te en estado suelto en tamiz de alrededor de  $0,07 \text{ g/cm}^3$ .

Pueden seleccionarse otros polímeros que tienen  
propiedades apropiadas comparables con las de la resina de  
polietileno, tales como los tipos de materiales polímeros  
anteriormente descritos, incluyendo resina de poli(cloruro  
10 de vinilo), resina de poli(metacrilato de metilo) y resina  
de poliestireno, y usarse similarmente en dichas formulacio-  
nes en la cantidad deseada.

A pesar de que los ejemplos anteriores incluyen  
formulaciones preferidas típicas, no deben considerarse co-  
15 mo limitativos de la invención. Por lo tanto, se debe hacer  
referencia a las reivindicaciones siguientes para determinar  
el alcance completo de la invención.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en  
Estados Unidos de América, el día 25 de Mayo de 1.971, bajo  
20 el número 146.802, se acoge a los beneficios del Artículo  
51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial

403 136

22



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:

1.- Procedimiento para preparar una pasta dental, el cual comprende preparar una base apropiada y dispersar en la misma partículas de un material termoplástico polímero insoluble en agua que son visibles y sustancialmente insolubles en la base de pasta dental.

2.- El procedimiento de preparar una pasta dental de la reivindicación 1, en el cual las partículas visibles tienen un diámetro medio de partículas entre alrededor de 150 y 600 micras.

3.- El procedimiento de preparar una pasta dental de las reivindicaciones 1 ó 2, en el cual el material termoplástico polímero tiene un peso molecular dentro del margen de alrededor de 1.000 a 20.000.

4.- El procedimiento de preparar una pasta dental de la reivindicación 3, en el cual el material termoplástico polímero es polietileno que tiene un peso molecular entre 1.000 y 5.000.

5.- El procedimiento de preparar una pasta dental de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual las partículas incluyen de alrededor de 0,1 a 5 por ciento





en peso de un pigmento.

5 6.- El procedimiento de preparar una pasta dental de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la proporción de partículas dispersadas en la base es de alrededor de 0,2 a 1,0 por ciento en peso.

7.- El procedimiento de preparar una pasta dental de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dichas partículas son sustancialmente inertes en cloroformo.

10 8.- El procedimiento de preparar una pasta dental de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, el cual comprende incluir por lo menos un 1% en peso de cloroformo.

15 9.- El procedimiento de preparar una pasta dental de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la base de pasta dental es visualmente transparente.

20 10.- El procedimiento de preparar una pasta dental de la reivindicación 9, en el cual dicha base de pasta dental visualmente transparente incluye partículas de un agente de abrillantamiento que tiene sustancialmente el mismo índice de refracción que dicha base de pasta dental.

25 11.- El procedimiento de preparar una pasta dental de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la dureza del material termoplástico, medido como una penetración de 0,1 mm. (100 gramos/ 5 seg./25°C) es por lo menos de 1.



403136



12.- El procedimiento de preparar una pasta dental de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual las partículas incluyen hasta el 5 por ciento de material colorante y cuando son dispersadas en cloroformo a la temperatura ambiente durante 16 horas las partículas no descoloran significativamente el cloroformo.

13.- Un procedimiento de preparar una pasta dental moteada, el cual comprende preparar una base apropiada y dispersar en la misma partículas coloreadas de una mezcla de pigmento y material termoplástico insoluble en agua, en cuyas partículas la concentración de pigmento está por debajo de 5% y la proporción de material termoplástico a pigmento es de por lo menos 20:1, siendo dichas partículas visibles y sustancialmente insolubles en la base de la pasta dental.

14.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según la reivindicación 13, en el cual dicha mezcla contiene un pigmento que comprende un colorante soluble en agua fijado a un substrato insoluble en agua.

15.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según cualquiera de las reivindicaciones 13 ó 14, en el cual la concentración de pigmento es de menos del 2 por ciento y la proporción de material termoplástico a pigmento es de por lo menos 100:1.

16.- Un procedimiento de preparar una pasta dental,



403 136



según las reivindicaciones 13-15, en el cual dicha mezcla contiene menos de alrededor del 30% de partículas no termoplásticas.

5 17.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según las reivindicaciones 13-16, en el cual dicha base de pasta dental contiene hasta 5% de cloroformo.

10 18.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según las reivindicaciones 13-17, en el cual dicho material termoplástico tiene un peso molecular entre alrededor de 1.000 y 20.000.

19.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según cualquiera de las reivindicaciones 13-18 en el cual dicho material termoplástico es polietileno que tiene un peso molecular entre alrededor de 1.000 y 5.000.

15 20.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según cualquiera de las reivindicaciones 13-19, en el cual la base de pasta dental es visualmente transparente.

20 21.- Un procedimiento para preparar una pasta dental, según la reivindicación 20, en el cual la base de pasta dental incluye un agente de abrillantamiento dental que tiene sustancialmente el mismo índice de refracción que dicha base de pasta dental.

25 22.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según cualquiera de las reivindicaciones 13-21, en el cual dicho material termoplástico tiene una dureza, expresada

8-11-72

-31-



403136



22 10 1972

como una penetración de 0,1 mm. (100 gramos/5 seg./25°C) de alrededor de 1 a alrededor de 5.

23.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según cualquiera de las reivindicaciones 13-22, en el cual dicho pigmento es una laca de color FD&C ó D&C.

24.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según cualquiera de las reivindicaciones 13-23, en el cual las partículas coloreadas están caracterizadas por no correrse en el color en un grado significativo cuando son suspendidas en cloroformo a la temperatura ambiente durante 16 horas.

25.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, que comprende formular una base de pasta dental de gel transparente y dispersar en la misma (a) un agente de abrillantamiento dental, que tiene sustancialmente el mismo índice de refracción que dicha base de gel transparente y (b) partículas visibles de un material termoplástico insoluble en agua que contrastan con dicha base de gel.

26.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según la reivindicación 25, en el cual la base de pasta dental de gel transparente y/o las partículas visibles contienen un colorante soluble en agua.

27.- Un procedimiento de preparar una pasta dental, según la reivindicación 26, en el cual dichas partículas visibles incluyen un colorante soluble en agua fijado a un ve-



403 136

22



hículo insoluble en agua.

28.- Procedimiento para preparar una pasta dental.

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

5

Esta Memoria consta de treinta y tres hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

22 NOV. 1972

P.A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poderes 

8-11-72 G.M.

-33-