

15 SEP 1976

403269

P.- 51.117

U.S. Serial N° 149.786

403269

A61K

MEMORIA DESCRIPTIVA

F.C. 22-3-76

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad norteamericana

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

por: "UN METODO PARA PRODUCIR UNA FORMULACION DE PASTA
DENTAL"

(Clase Internacional A61k)

403269

18



La invención se refiere a productos dentales o formulaciones de pastas dentales estéticamente agradables, que tienen características mejoradas de limpieza y lustre y, que tienen dispersadas en las mismas aglomerados macroscópicamente visibles, comprendiendo cada uno de los aglomerados una pluralidad de subpartículas de un material abrasivo mantenido unido por un agente aglutinante, a tales aglomerados, y a métodos para hacerlos. Para un efecto visual y para proporcionar características estéticamente agradables, los aglomerados visibles preferiblemente contrastan con la base de pasta dental para proporcionar un efecto de moteado.

Los materiales abrasivos que se consideran en la invención incluyen sustancias inorgánicas que son bien conocidas por sus propiedades abrasivas. Los abrasivos apropiados tienen una dureza en la escala Mohs entre alrededor de 2 y 10 e incluyen materiales duros abrasivos que han sido usados durante muchos años como agentes pulidores industriales (dureza Mohs 5-10) así como aquellos más típicamente usados en las formulaciones de pastas dentales.

La función principal de una sustancia abrasiva en las fórmulas que se tiene la intención de ser usadas en la cavidad oral es eliminar varios depósitos, incluyendo una película o membrana de la superficie de los

403269



5 dientes. La película o membrana es una película que se
adhiera fuertemente, la cual a menudo contiene pigmentos
pardos o amarillos e imparten una apariencia desagradable
a los dientes. Otra función deseable de los agentes
dentales abrasivos es proporcionar un efecto cosmético
dando lustre a la superficie de los dientes. Un material
abrasivo ventajoso para su incorporación en las formula-
ciones de pastas dentales debe llevar a un máximo la eli-
minación de la película y el lustre o pulido sin causar
10 una abrasión indebida a los tejidos orales duros, parti-
cularmente la dentina.

La dentina es un tejido sustancialmente más
blando que el esmalte y está expuesto en las bocas de los
individuos con una retracción de las encías. Al evaluar
15 la aptitud de un material abrasivo para su uso en una
pasta dental, su abrasividad frente a los tejidos de la
dentina es de especial consideración. Un material abrasi-
vo que tenga un efecto elevado de limpieza y lustre sobre
el tejido del esmalte pero que también raspe y elimine
20 cantidades sustanciales del tejido de la dentina no sería
deseable, para empleo en las formulaciones de las pastas
dentales.

Una ventaja principal de la presente invención
es que se pueden producir pastas dentales de gel opacas,
25 visualmente transparentes y translúcidas, que están ca-

403269

18 A



racterizadas por su capacidad para efectuar una excelente
limpieza y lustre de la superficie esmaltada de los dientes
con una cantidad mínima de abrasión a los tejidos más vulnerables
de la dentina. Las formulaciones de las
5 pastas dentales de la invención incluyen una combinación
de materiales abrasivos para lograr el efecto deseado.
Al menos parte del material abrasivo de la nueva formulación
está en la forma de subpartículas abrasivas mantenidas
juntas, mediante un agente aglutinante adecuado, para
10 proporcionar aglomerados visibles. Más particularmente,
la invención incluye los siguientes aspectos que serán
descritos a continuación con más amplitud:

1. Formulaciones de pastas dentales que contienen
15 aglomerados macroscópicamente visibles, que comprenden
subpartículas de material abrasivo con un aglutinante
insoluble en agua en una relación de peso de 90-10 partes
de subpartículas a 10-90 partes de aglutinante, tales
aglomerados per se y métodos para fabricarlos.
2. Formulaciones de pastas dentales que contienen
20 aglomerados macroscópicamente visibles, que contienen
subpartículas de material abrasivo con un aglutinante
insoluble en agua de resinas termoplásticas, gomas,
geles, polímeros, parafinas y/o ceras, tales aglomerados per se
25



y los métodos para fabricarlos, incluyendo particularmente aglomerados de polímeros insolubles con materiales abrasivos.

- 5 3. Formulaciones de pastas dentales que comprenden un vehículo transparente conteniendo un agente pulidor dental impalpable, insoluble en agua, de sustancialmente el mismo índice de refracción que la base transparente, el cual está por lo tanto sustancialmente invisible en la misma, y aglomerados macroscópicamente visibles de subpartículas de material abrasivo.
- 10

Cuando ciertos agentes abrasivos dentales convencionales son añadidos a un vehículo de gel visualmente transparente, el gel usualmente se vuelve turbio u opaco, lo cual algunos clientes consideran menos deseable desde un punto de vista estético, que un vehículo transparente. Los ingredientes abrasivos que tienen un índice de refracción sustancialmente el mismo que el del vehículo de gel, han sido usados ventajosamente en las pastas dentales de gel transparente, para proporcionar buenas características de limpieza y lustre sin afectar seriamente la transparencia del vehículo de gel. Las pastas dentales de la presente invención incluyen aglomerados visibles

15

20

25 particulares de subpartículas abrasivas mantenidas juntas

403269'



por un agente aglutinante que, cuando es dispersado en un
vehículo de pasta dental de gel transparente, que tienen
un ingrediente pulidor invisible, proporciona caracterís-
ticas significativamente mayores de limpieza y lustre
5 así como un efecto de moteado atractivo sin enturbiar
u opacificar el vehículo de gel transparente, como ocu-
rriría si las subpartículas abrasivas fueran incorporadas
directamente en la pasta dental transparente, y sin aumen-
tar significativamente la abrasividad de la formulación
10 sobre el tejido de dentina expuesto.

Además de proporcionar una mejora significativa
de la limpieza y el lustre a la pasta dental sin un aumen-
to significativo de la abrasión de la dentina, los aglo-
merados abrasivos visibles pueden proporcionar un efecto
15 de moteado atractivo a las pastas dentales de ambos ti-
pos opacos y transparentes.

Los aglomerados visibles de la invención son
sustancialmente insolubles en el vehículo de gel o matriz
y mantienen su integridad física durante el mezclado y
20 el almacenaje con la base de la pasta dental. Cuando son
sometidos a una agitación mecánica tal como durante el
cepillado de los dientes, los aglomerados son reducidos
por desintegración o deformación o de otra forma se vuel-
ven sustancialmente impalpables en la boca y están en una
25 forma que es fácilmente eliminable de la boca por enjuague.

403269

18 AGO. 1972



.....

Para su uso en los aglomerados visibles de la invención las partículas abrasivas apropiadas deben tener preferiblemente una dureza Mohs de por lo menos 2 y un tamaño de partícula entre alrededor de 0,1 y 50 micras, aunque podrían ser usadas con éxito, partículas mayores dependiendo de su sensación en la boca. Representativos de tales materiales apropiados que tienen un grado de dureza Mohs en el margen de 2-5 incluyen las sales de fosfato insolubles tal como metafosfato sódico o potásico insoluble, pirofosfato de calcio, ortofosfato de magnesio, fosfato tricálcico, fosfato dicálcico dihidratado, fosfato dicálcico anhidro, y similares. Materiales abrasivos duros apropiados, que tienen un grado, de dureza Mohs de por lo menos alrededor de 5 incluyen el silicato de zirconio ($ZrSiO_4$), sílice (arena y cuarzo), vidrio molido, silicato cálcico, carburo de silicio (arenisca), piedra pómez, alúmina, ilmenita ($FeTiO_3$), CeO_2 , Fe_2O_3 , (hematita), SnO_2 , topacio (hidroxi-fluoro-silicato de aluminio) y TiO_2 . Cualquiera de las muchas otras sustancias minerales, tales como silicatos minerales duros, naturales o sintéticas, las cuales tienen la dureza especificada anteriormente y los requerimientos de tamaño de partícula, pueden ser usadas de acuerdo con la invención. Aglomerados visibles de acuerdo con la invención, que contienen subpartículas de silicato de zirconio como el material duro abrasivo, se ha encontrado que proporcionan un efecto cosmé-

403269



tico particularmente ventajoso sin un aumento significativo en la abrasión de la dentina y son preferidos.

Efectos estéticos particularmente ventajosos pueden ser obtenidos en las formulaciones de las pastas dentales del tipo transparente usando aglomerados de subpartículas abrasivas que tienen un índice de refracción dentro del margen de alrededor de 1,5 a 2,7, particularmente 1,7 a 2,2. Cuando estos aglomerados especiales son dispersados en una matriz de gel transparente, teniendo un índice de refracción de alrededor de 1,4 a 1,5 resultan efectos de reflexión de luz únicos incluyendo una delineación acusada de los límites de los distintos aglomerados tridimensionales frente a una matriz de gel contrastante, que forma una dispersión transparente brillante. Las subpartículas preferidas de silicato de zirconio tienen un índice de refracción de alrededor de 1,9 a 2,1 y son particularmente atractivas en la fórmula de gel transparente.

La preparación de partículas abrasivas apropiadas para su uso de acuerdo con la invención puede ser lograda por técnicas convencionales bien conocidas en la técnica. Por ejemplo, las subpartículas preferidas de silicato de zirconio pueden ser obtenidas del mineral de silicato de zirconio por una técnica de molino de bola en la cual una envolvente cilíndrica o cónica gira sobre un eje horizontal, la cual está cargada con un medio molidor tal como bolas

18 AGO.



403269¹

de acero, pedernal o porcelana. La molienda es llevada a
cabo por la acción de volteo de las bolas sobre el material
que va a ser molido. Las partículas de silicato de zirconio
que son molidas por las bolas tienen superficies relati-
5 vamente uniformes y una acción buena de limpieza y lustre.
El tamaño deseado de partículas puede ser aislado por las
técnicas convencionales de cribado o tamizado.

El silicato de zirconio y otras partículas abradi-
vas duras pueden también ser preparados por un molino de mar-
10 tillos. Los molinos de martillos utilizan un eje rotatorio
de alta velocidad, que tiene una pluralidad de martillos o
batidores montados sobre el mismo. Los martillos pueden ser
elementos en forma de T, barras o anillos fijados o pivota-
dos en un alojamiento que contiene placas o revestimientos
15 moledores. La acción moledora resulta del impacto entre el
material que está siendo molido y los martillos en movimien-
to. Cuando el silicato de zirconio es molido por una técni-
ca de trituración tal como el molido por martillos, se pro-
ducen partículas rugosas relativamente ásperas, que tienen
20 una buena acción de limpieza y lustre. Las mezclas de sili-
cato de zirconio molido por un molino de martillo pueden
también ser usadas ventajosamente en esta invención.

De acuerdo con la invención una pluralidad de
partículas abrasivas duras, a las que algunas veces se ha-
25 ce referencia aquí como subpartículas, teniendo una dureza

403269



Mohs de alrededor de 5 a 10 y un diámetro medio de partícula entre alrededor de 0,1 y 10,0 micras, o mayor dependiendo del grado de contextura arenosa deseado en la pasta dental final, son unidas juntas por un agente aglutinante para formar una pluralidad menor de aglomerados visibles, que tienen propiedades abrasivas, los cuales son incorporados subsiguientemente en una pasta dental. Para obtener el efecto de moteado deseado, las partículas de aglomerado deben contrastar con la base de la pasta dental. Por lo tanto, los aglomerados pueden ser blancos o coloreados, dependiendo del color de la pasta dental.

Los aglomerados abrasivos visibles de acuerdo con la invención, pueden variar en su tamaño de partícula desde alrededor de 100 a alrededor de 1.000 micras, preferiblemente entre 200 y 500 micras y son visibles macroscópicamente de modo individual, sobre las superficies de las pastas dentales opacas y sobre la superficie y en el interior de una formulación de pasta dental de gel transparente apropiada. Desde alrededor del 0,5 a alrededor del 10,0 por ciento, preferiblemente desde el 1 al 5 por ciento en peso de las nuevas partículas aglomeradas abrasivas pueden ser añadidas y dispersadas en una formulación apropiada de pasta dental para obtener las características deseadas de limpieza, lustre y de estética, aunque se pueden usar cantidades mayores o menores dependiendo del efecto deseado. Los aglomerados pue-

403269



den incluir un agente aglutinante y un material abrasivo duro en una proporción de peso entre 1:9 y 9:1.

En el primer aspecto de la invención mencionado arriba, el agente aglutinante puede ser cualquier aglutinante insoluble en agua siempre y cuando esté presente con las subpartículas abrasivas en una relación de peso de 90 a 10 partes de abrasivo a 10 a 90 partes del aglutinante. En particular el aglutinante insoluble en agua puede ser uno o más de materiales termoplásticos, resinas, gomas, geles, parafinas, ceras, polímeros, ácidos grasos superiores y sales de los mismos tal como ácido esteárico, estearato de magnesio, estearato de calcio y similares. Cualquiera de estos materiales puede ser usado dentro de los márgenes expuestos para unir las subpartículas abrasivas en los agregados por los métodos de mezclado en seco y/o el procedimiento de granulación húmeda descrito más adelante.

En el segundo aspecto de la invención los agentes aglutinantes comprenden la clase amplia de materiales insolubles en agua, incluyendo materiales termoplásticos, resinas, gomas, geles, polímeros, parafinas, ceras y similares conocidos en la técnica como aglutinantes. Un grupo preferido de aglutinantes de acuerdo con este aspecto de la invención son los materiales naturales y sintéticos clasificados como termoplásticos, es decir, materiales que se ablandan y se hacen moldeables cuando son calentados. Representativo de este último

403269



timo grupo son los polímeros etilénicamente no saturados tal como polietileno, poli(cloruro de vinilo), poli(acetato de vinilo), copolímeros de poli(cloruro de vinilo) y alcohol vinílico, acetato de vinilo, y cloruro de vinilideno, poliestireno, polimetilestireno; cauchos sintéticos tal como copolímeros de estirenobutadieno y copolímeros de alfa-metil-estireno y vinil-tolueno; polimetacrilatos, tal como poli(metacrilato de metilo), poli(metacrilato de etilo), poli(metacrilato de isopropilo), poli(metacrilato de isobutilo); poli-
5 liacrilatos; poliamidas tal como nylon; celulósicos tal como acetatos y butiratos; policarbonatos; compuestos fenoxis tal como polímeros de bifenol-A y epiclorohidrina; polímeros de monómeros que contienen por lo menos 2 grupos polimerizables que son inicialmente hechos moldeables cuando
10 son calentados y se endurecen subsiguientemente cuando se continúa el calentamiento, tal como el poli(metacrilato de alilo) y los polímeros de los di-ésteres del ácido metacrílico y etilenglicol; resinas de cumarona-indeno, polímeros, parafinas y ceras incluyendo ceras naturales tal como la de
15 carnauba y mezclas de los materiales anteriores. Este aspecto no tiene la intención de incluir ácidos grasos superiores tal como el ácido esteárico y sales de los mismos excepto cuando puedan estar presente en las ceras naturales. Todos estos materiales se pueden usar para unir las
20 subpartículas abrasivas en los agregados por los métodos
25

403269



de mezclado en seco y/o el procedimiento de granulación en húmedo descrito aquí más adelante.

Una ventaja de los aglutinantes insolubles en agua es la estabilidad de los aglomerados en la pasta dental después de que han sido expuestos al líquido descrito aquí más adelante. Al distribuir la pasta dental, los aglomerados no se vetean sino que se mantienen distintos y brillantes. Sorprendentemente, aún cuando los aglomerados son de un tamaño macroscópicamente visibles, son impalpables en la boca durante el cepillado.

Resultados particularmente ventajosos pueden ser obtenidos al preparar agregados utilizando un agente aglutinante termoplástico insoluble en agua, que tiene un peso molecular entre alrededor de 500 y alrededor de 20.000 y preferiblemente por lo menos de alrededor de 1.000. La dureza, expresada como décimas de mm. de penetración de aguja (100 gramos/5 seg./25°C. ASTM D-1321), de los materiales preferidos en esta clase es típicamente entre alrededor de 1 y 15 a pesar de que se pueden usar grados más duros si no son objetables en la pasta dental final. En la tabla siguiente se da una lista de las propiedades de los agentes termoplásticos aglutinantes representativos de esta clase preferida.

403269



Resina	P.M.M. ¹	P.A. ² aprox.	Dureza ³	D ⁴	V.M. en CP ⁵
Polietileno ⁶	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 "
" oxidado ⁷	1.800	104°C.	4,0	0,94	320 (125°C)
	3.000	106°C.	3,0	0,94	1200 "
poliamida ⁸	6.000-				
	9.000	110°C.	4	0,98	2200 "
"	"	95°C.	15	0,98	1100 "
"	"	110°C.	3	0,98	3800 "
copolímero de alfa-me- til-estire- no y vinil- tolueno ⁹	1.000	100°C.	-	-	3500 (140°C)

1 = peso molecular medio

2 = Punto de ablandamiento (aprox.) ASTM E-28

3 = 0,1 mm. penetración de la aguja ASTM DI-1321
(100 gramos/5 seg./25°C.)

4 = densidad

5 = viscosidad media CP (centipoises)

403269



6. Disponible de Allied Chemical Company bajo la marca registrada A-C grados de polietileno 6, 6A, 7, 7A, 8, 8A, 615, 617, 617A, G-201 y 400.
- 5 7. Disponible de Eastman Chemical Products, Kingsport, Tenn, bajo la marca registrada EPOLENE. Estos materiales son emulsificables y tienen un valor ácido y un índice de saponificación de 9-10. Materiales similares están disponibles de la Allied Chemical Company bajo la marca registrada A-C, calidades de polietileno 656, 629, 655 y 680.
- 10 8.- Producida a partir de la etilendiamina de acuerdo con la patente de los EE.UU. número 2.379.413. Disponible de la Chemical Division de General Mills Co., Kankakee, Ill. bajo la marca registrada Versamid grados 930, 940 y 950.
- 15 9. Disponible de Picco Resin Company, Clairton, Pa. bajo la marca registrada Piccotex 100.

En el tercer aspecto de la invención mencionado antes en esta descripción todos los aglutinantes insolubles en agua anteriores pueden ser usados así como otros aglutinantes tal como los materiales solubles en agua, incluyendo la goma acacia (arábica), gelatinas, almidones, carboximetilcelulosas de metal alcalino, polietilenglicoles, glucosa, sacarosa, metilcelulosa, carboxietil-hidroximetil-celulosas, alginato de sodio, polivinil-pirrolidona, alcohol polivinílico, Musgo Irlandés, goma de tragacanto, gel de silicato de aluminio y magnesio, y similares, así como mezclas compatibles de los agen-

20

25

403269



tes aglutinantes.

Los materiales aglutinantes anteriores son no tóxicos y no atacan el material del que está hecho el tubo envasador para la pasta dental (usualmente aluminio o plomo).

5 Diversos métodos para formar subpartículas abrasivas en aglomerados son considerados por la invención. Un método comprende mezclar en seco el agente aglutinante en forma de polvo con las subpartículas abrasivas, opcionalmente con un agente colorante apropiado si se desea un colorante. En el primer aspecto de la invención la proporción de peso de agente aglutinante a material abrasivo puede variar desde alrededor de 1:9 a 9:1 pero esta proporción no es esencial en los aspectos segundo y tercero. La mezcla seca es entonces colocada en un aparato calentador y calentada uniformemente y mezclada hasta que el material del agente aglutinante se ablande y comience a aglomerarse. Un aparato calentador apropiado debe proporcionar un calor sustancialmente uniforme a la mezcla seca para evitar puntos calientes y la fusión real del material del agente aglutinante. Representativo de tal aparato calentador apropiado son los baños de aceite calentados y fluidizados y los baños de arena.

10

15

20

 Cuando la masa de subpartículas abrasivas y material de agente aglutinante comienza a aglomerarse, es decir, antes de que el agente aglutinante llegue a estar fundido, es retirada de la fuente de calor y enfriada a una temperatura por

25

403269



debajo del punto de ablandamiento del agente aglutinante mientras que continúa siendo mezclada. La masa enfriada es entonces molida en forma de partículas en un aparato apropiado tal como un molino de bolas o de martillo. El dióxido de carbono sólido puede ser añadido durante la etapa de molienda con el fin de impedir que la temperatura se eleve por encima del punto de ablandamiento del material del agente aglutinante debido al calor generado durante la molienda. Las partículas aglomeradas resultantes tienen típicamente una forma irregular. El tamaño deseado de partículas es aislado tamizando el material en partículas a través de tamices calibrados apropiados. Generalmente la porción del material en partículas que pasa a través de un tamiz con una malla de 841 micras de abertura y es retenida por un tamiz con una malla de 177 o 250 micras de abertura es la preferida para su uso de acuerdo con la invención.

Otro procedimiento comprende calentar el material termoplástico aglutinante hasta que esté fundido y mezclar uniformemente las subpartículas del material abrasivo en la masa fundida. La masa fundida puede ser subsiguientemente solidificada por enfriamiento, sometida a molienda, y tamizada para aislar los aglomerados en el margen de tamaño deseado. Esta técnica es ventajosa para ser usada con materiales de agente aglutinante que tienen un punto de fusión neto tal como la cera de carnauba y la parafina.

403269

18



Las partículas aglomeradas producidas por los procedimientos anteriores tienen usualmente una forma irregular y tienen tamaños medios de partícula entre alrededor de 177 y 840 micras. Desde luego, cualquier fracción de este margen de tamaño de partículas puede ser adicionalmente aislada para una aplicación particular. Las partículas aglomeradas que tienen un diámetro medio de partícula entre alrededor de 250 y 420 micras son particularmente ventajosas.

Métodos y agentes aglutinantes alternativos pueden ser usados para hacer visibles los aglomerados de subpartículas abrasivas de acuerdo con la invención. Por ejemplo, los aglomerados visibles de subpartículas abrasivas pueden ser hechos utilizando técnicas de compresión directas bien conocidas en la técnica de hacer tabletas. Agentes aglutinantes apropiados para aglomerar las subpartículas abrasivas por la técnica de compresión directa incluyen las gomas tal como la goma de acacia y la goma de tragacanto, gelatinas, almidones y polietilenglicoles así como los materiales insolubles descritos en lo que antecede. En el método de compresión directa para formar los aglomerados, una mezcla de un agente aglutinante y subpartículas abrasivas son comprimidas en una prensa para hacer tabletas para producir una tableta. La tableta es subsiguientemente disgregada en un equipo molidor apropiado y cribada para recuperar el margen deseado de tamaños de partículas.

403269



Los aglomerados de subpartículas abrasivas pueden ser producidos por un procedimiento de granulación húmedo en el cual las subpartículas de material abrasivo son humedecidas con una solución de disolvente de un agente aglutinante apropiado para formar una masa húmeda la cual es subsiguientemente forzada a través de un tamiz que tenga aberturas del tamaño deseado. Los aglomerados húmedos formados son entonces secados por aire o en un horno y tamizados adicionalmente para aislar un margen de tamaño específico de aglomerados. El procedimiento de granulación húmeda puede ser usado por sí mismo para producir aglomerados o en combinación con comprensión directa para formar una tableta que puede ser subsiguientemente disgregada y tamizada para aislar los aglomerados del tamaño deseado. De acuerdo con el tercer aspecto de la invención pueden ser usados aglomerados abrasivos unidos por la amplia clase de agentes aglutinantes antes definida.

Los aglomerados que son altamente ventajosos para las pastas dentales de cada uno de los tres aspectos de la invención, particularmente el tercer aspecto, pueden ser producidos por el método siguiente.

Partículas de material de agente aglutinante termoplástico del margen de tamaño deseado para los aglomerados terminados y subpartículas de material abrasivo



403269'

5 en el margen de tamaño entre alrededor de 0,1 y 10 micras
son mezcladas en seco en un recipiente apropiado. La mez-
cla seca comprende preferiblemente desde alrededor de 10
al 90 por ciento en peso del agente aglutinante y desde
alrededor de 90 al 10 por ciento en peso de subpartículas
abrasivas. El recipiente que contiene la mezcla es enton-
ces colocado en un aparato calentador apropiado y hecho
girar a una velocidad suficiente para hacer que la mezcla
dé vueltas mientras se está calentando. Preferiblemente
10 la mezcla es calentada a una temperatura ligeramente por
debajo del punto de ablandamiento del agente aglutinante
y dá vueltas durante alrededor de 15 minutos mientras es-
tá siendo calentada a esa temperatura. Debe tenerse cuida-
do de asegurarse de que las partículas del material del
15 agente aglutinante no se aglomeren entre ellas mismas o
se fundan.

La mezcla seca es hecha girar continuamente y
calentada hasta que sustancialmente todas las subpartícu-
las son incrustadas en la superficie ablandada de las par-
tículas del material del agente aglutinante. Cuando las su-
20 perficies de las partículas del material aglutinante están
sustancialmente exentas de subpartículas sueltas no unidas,
se termina el calentamiento y las partículas son enfriadas.
Las partículas aglomeradas pueden entonces ser tamizadas pa-
25 ra eliminar cualesquiera finos que puedan estar presentes y

4403269

18



subsiguientemente recalentadas y volteadas durante otros 15 minutos.

5 Las partículas aglomeradas producidas por el procedimiento anterior retienen generalmente la configuración de las partículas del agente aglutinante inicialmente cargadas al recipiente calentador. Usualmente las partículas del material del agente aglutinante tienen forma elipsoidal o esféricas con bordes redondeados en lugar de dentados.

10 Los nuevos aglomerados tienen una corteza superficial que comprende subpartículas de material abrasivo duro dispersado en el agente aglutinante y principalmente un núcleo interior sólido del material del agente aglutinante. Desde alrededor del 5 al 10 por ciento de los aglomerados producidos por este procedimiento son sustancialmente
15 iguales que los aglomerados con un núcleo sólido, excepto que tienen un núcleo interior hueco. La proporción de aglomerados con un núcleo interior hueco producidos por el método anterior puede ser elevada, aumentando el tiempo de calentamiento de la mezcla de agente aglutinante y subpartículas abrasivas.
20

Además, hasta alrededor del 50% en peso de los aglomerados están usualmente en forma de pequeñas partículas de agente aglutinante con subpartículas abrasivas incrustadas en el mismo, aglomeradas juntas para formar aglomerados semejando agregados del tamaño deseado. Las partículas
25

403269



las pequeñas que forman los aglomerados semejando agregados son aparentemente finos del material del agente aglutinante originalmente presente en la carga del agente aglutinante al recipiente calentador.

5 Se deberá notar que aunque el procedimiento anterior produce típicamente una mezcla de aglomerados con un núcleo sólido y hueco y del tipo de agregados, pueden resultar variaciones en las condiciones del tratamiento y/o tamaño de partícula de la alimentación del agente
10 aglutinante inicial en mayores o menores cantidades de cualquiera de los diferentes tipos de aglomerados. De acuerdo con este aspecto de la invención los aglomerados abrasivos visibles pueden estar solamente en forma de ya sea aglomerados con un núcleo sólido, un núcleo hueco o
15 del tipo de agregados o una mezcla de cualquiera de dos o de los tres tipos en cualquier proporción.

 Los núcleos interiores de ambos aglomerados, los del núcleo sólido y el núcleo hueco, están sustancialmente exentos de subpartículas de material abrasivo, es decir,
20 las subpartículas de material abrasivo están concentradas en una corteza de agente aglutinante extendiéndose desde la superficie del aglomerado hasta el núcleo interno. La corteza de material aglutinante es un material fundido mientras que el núcleo sólido central es distinto
25 y en el mismo estado físico que el material del agente

403269



aglutinante original. El examen microscópico de partículas seccionadas con un núcleo sólido muestra una línea clara de separación entre la corteza fundida y el núcleo sólido de material de agente aglutinante.

5 El núcleo interno sólido o hueco de los aglomerados tiene usualmente un diámetro de alrededor de 50 a 95% del diámetro del aglomerado. Típicamente un aglomerado con 400 micras de diámetro contendría virtualmente todo el material abrasivo en una concha o envol-

10 vente exterior de material aglutinante de alrededor de 10 a alrededor de 100 micras de espesor. El núcleo interior de los aglomerados con 400 micras de diámetro sería típicamente de alrededor de 200 a 380 micras en diámetro y virtualmente exento de material

15 abrasivo.

Como se ha mencionado previamente, los nuevos aglomerados abrasivos macroscópicamente visibles pueden ser coloreados en contraste con la pasta dental. Cualquier agente colorante no tóxico apropiado para

20 ser usado en la boca y compatible con los ingredientes de los aglomerados puede ser usado para este propósito. Los agentes colorantes apropiados son usualmente conocidos en los EE.UU. como colorantes o pigmentos

403269



FD&C (food, drug and cosmetics) y D&C (drug and cosmetic).

Representativos de colorantes apropiados son los siguientes: D&C Rojos números 2, 3, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 19, 21, 30, 31, 36 y 37, D&C Azul número 1, FD&C azul números 1 y 2, FD&C Rojo números 1, 2 y 3, óxido verde cosmético y óxido rojo cosmético. Los pigmentos, conocidos como lacas, de los colorantes anteriores son también muy apropiados para su uso en colorear los nuevos aglomerados abrasivos. Las lacas son generalmente definidas como un material coloreado insoluble en polvo fino, por ejemplo, un colorante soportada por un vehículo que es dispersado y suspendido, lo opuesto de ser disuelto, en el medio a ser coloreado.

Las formulaciones de pasta dental de la invención

403269



incluyen vehículos dentales de una consistencia deseada los cuales son extruibles desde un envase de aerosol o un tubo aplastable (por ejemplo de aluminio o plomo) y que contienen líquidos y sólidos. En general los líquidos en el

5 vehículo dental comprenderán principalmente agua, glicerina, soluciones acuosas de sorbita, propilenglicol, polietilenglicol 400, etc., incluyendo mezclas apropiadas de los mismos. Es usualmente ventajoso el emplear una mezcla de ambos agua y un humectante o aglutinante tal como glicerina o sor-

10 bita. El contenido total de líquido será generalmente de alrededor del 20 al 75% en peso de la fórmula. Se prefiere usar también un agente de gelificación tal como las gomas naturales y sintéticas y materiales similares a las gomas, por ejemplo Musgo Irlandés, goma de tragacanto, metilcelu-

15 losa, polivinilpirrolidona, polímeros de carboxivinilo coloidal hidrófilo tal como los vendidos bajo la marca registrada Carbopol 934 y 940, sales de metal alcalino de carboximetilcelulosa, y arcillas silicatadas sintéticas tal como las que son vendidas bajo la marca registrada Laponite CP y

20 Laponite SP. Estas calidades de Laponite tienen la fórmula $\text{Li}_8\text{Mg}_{5,1}\text{Li}_{0,6}\text{H}_{7,6}\text{O}_{24} \cdot 7^{0,6-}\text{Na}^{+0,6}$. La porción sólida del vehículo está presente usualmente en una cantidad de hasta alrededor del 10 por ciento, preferiblemente alrededor de 0,2 a 5 por ciento en peso de la formulación.

25 Las formulaciones de la pasta dental de acuerdo

403269



5 con el tercer aspecto de la invención, como se ha menciona-
do previamente, es decir vehículos dentales de gel trans-
parente, pueden y preferiblemente incluyen un material abra-
sivo apropiado. Materiales abrasivos apropiados son aquellos,
que tienen un índice de refracción cercano al del vehículo de
gel, por ejemplo 1,4-1,5, lo cual es necesario con el fin
de mantener la transparencia, e incluyen xerogeles de síli-
ce y sales metálicas de complejos de aluminosilicato. La
10 cantidad de material abrasivo invisible en el vehículo de
gel transparente puede ser de alrededor del 5 al 50 por
ciento en peso preferiblemente entre 10 y 20 por ciento en
peso.

15 Los xerogeles de sílice son materiales silíceos
porosos, amorfos, agregados y sintéticos teniendo un diáme-
tro medio de partícula entre alrededor de 2 y 20 micras,
preferiblemente entre alrededor de 3 y 15 micras, y gene-
ralmente una superficie específica de por lo menos alrede-
dor de 300, y hasta alrededor de 600 a 800 metros cuadrados
por gramo. Un xerogel de sílice apropiado está disponible
20 de Grace Davison Chemical Company bajo la marca registrada
Syloid 63. Este material tiene un diámetro medio de par-
tícula de alrededor de 8 a 10 micras mientras que otros
tienen un diámetro medio de partícula de alrededor de 5 mi-
cras y Syloid 65, 72, 73 y 74 todos los cuales están dispo-
nibles de la Grace Davison Chemical Company. Los xerogeles
25

403269

18



de sílice tienen típicamente un índice de refracción de alrededor de 1,46. Otros materiales apropiados de sílice están disponibles de la Monsanto Chemical Company con la marca registrada Santocel y Santocel 100.

5 El material abrasivo usado en el vehículo de gel transparente de las formulaciones de pastas dentales de la invención puede ser una sal metálica compleja, insoluble en agua, de aluminosilicato, que tienen un índice de refracción y próximo al del vehículo de gel. Representativo de tales
10 materiales son las sales de aluminosilicatos complejo, amorfas y sintéticas, de un metal alcalino o metal alcalino-térreo en el cual la sílice está entrelazada con alúmina y la cual contiene hasta 3,3% en peso del agente pulidor de alúmina, y en la cual la proporción molar de sílice a alúmina
15 es de por lo menos alrededor de 45:1. Los abrasivos anteriores de aluminosilicato tienen un índice de refracción entre alrededor de 1,44 - 1,47 e incluyen hasta alrededor del 20% en peso de humedad y de hasta alrededor del 10% en peso de óxido de metal alcalino o metal alcalino-térreo.

20 La sal de aluminosilicato complejo descrito arriba es típicamente una sal de sodio o calcio, y forma un producto particularmente deseable. Es un polvo amorfo que tiene además la propiedad de que cuando es incorporado en un vehículo dental de gel transparente las partículas del mismo se
25 vuelven invisibles. Por lo tanto, un tamaño de partícula

403269



apropiado para el ingrediente pulidor es de hasta alrededor de 40 micras, preferiblemente alrededor de 1-20 micras. El contenido típico de humedad, medido por la pérdida al fuego es de alrededor de 5-20% en peso del ingrediente pulidor y el contenido típico de óxido de metal alcalino tal como óxido sódico u óxido de metal alcalino-térreo tal como óxido cálcico es de hasta alrededor del 10%, generalmente alrededor de 0,3 a 2% en peso. Típicamente el agente tiene una densidad total en estado no aglomerado de hasta alrededor de 0,2 g./cc., preferiblemente alrededor de 0,07-0,12 g/cc.

El contenido de alúmina de la sal es típicamente desde alrededor de 0,1% a 3,3% en peso y la proporción molar de sílice a alúmina es típicamente de alrededor de 45:1 a 1500:1 o más. Por lo tanto la alúmina está presente típicamente en el agente pulidor unida a la sílice en una cantidad de 0,1-3,3% y la sílice está presente similarmente en cantidades de por lo menos alrededor del 70%, usualmente alrededor de 70-90% o más en peso del agente pulidor. Es también deseable que el complejo de aluminosilicato empleado en la presente invención exhiba un pH en el margen de 4-10 preferiblemente entre alrededor de 5 y 6.

Las sales de aluminosilicato complejo parecen contener sílice y alúmina entrelazada teniendo enlaces de Al-O-Si como es descrito por Tamele, "Chemistry of the Surface and the Activity of Alumina-Silica Cracking Catalyst",

18 AGO 1972



403269

"Discussions of the Faraday Society, No. 8, páginas 270-279 (1950) y particularmente en la página 273, Figura 1, Curva 3, en donde la interacción entre los iones de sílice y de aluminio es detectada potenciométricamente. La bibliografía adicional que describe este tipo de complejo incluye a Milliken y otros: "The Chemical Characteristics and Structure of Cracking Catalysts", Discussions of the Faraday Society, No. 8, páginas 279-290 (1950) y particularmente la expresión entre las páginas 284 y 285.

10 De acuerdo con el primer y segundo aspectos de la invención las formulaciones de pastas dentales, que contienen los nuevos aglomerados abrasivos pueden, si se desea, ser opacas en lugar de transparentes y tales fórmulas opacas pueden también incluir un agente pulidor dentalmente

15 aceptable y sustancialmente insoluble en agua, del tipo empleado comunmente en las cremas dentales. Agentes pulidores representativos incluyen, por ejemplo, el fosfato dicálcico, fosfato tricálcico, metafosfato sódico insoluble, hidróxido de aluminio incluyendo alúmina hidratada, sílice coloidal,

20 carbonato de magnesio, carbonato de calcio, pirofosfato de calcio, bentonita, etc., incluyendo mezclas apropiadas de los mismos. Cuando se emplean se prefiere usar las sales fosfatos insolubles en agua, en calidad de agente pulidor y más particularmente metafosfato sódico insoluble y/o un

25 fosfato cálcico tal como fosfato dicálcico dihidratado en

403269

18



5 las cremas dentales. Cuando se emplean geles visualmente transparentes, un agente pulidor de sílice coloidal, tal como los vendidos bajo la marca registrada Syloid como Syloid 72 y Syloid 74 o bajo la marca registrada Santocel tal como Santocel 100 y complejos de aluminosilicato sintético de metal alcalino pueden ser particularmente útiles, ya que tienen índices de refracción cercanos a los índices de refracción de los sistemas de agente gelatificante líquido (incluyendo generalmente humectantes tales como glicerina y sorbita) comunmente usados en los dentífricos. Cuando se emplean, el contenido total de agente pulidor, incluyendo el material abrasivo en los aglomerados, está generalmente en cantidades desde alrededor del 20 al 75 por ciento en peso en una crema dental. En un gel visiblemente transparente, la cantidad total de agente pulidor es generalmente desde alrededor de 5 al 50 por ciento en peso.

10 Los agentes orgánicos tensioactivos pueden ser usados en las fórmulas de las pastas dentales de la presente invención para ayudar a lograr una dispersión completa y a fondo de las composiciones presentes a través de la cavidad oral y hacer a las composiciones presentes más cosméticamente aceptables. El material orgánico tensioactivo puede ser de naturaleza aniónica, no iónica, anfófica o catiónica, y se prefiere emplear como agente tensioac-



403269

tivo un material detergente que imparte a la composición propiedades detergentes y espumantes. Se prefiere que la cantidad total de agente tensioactivo sea de alrededor de 0,05-5% en peso, preferiblemente alrededor de 1-3% del dentífrico. Los agentes tensioactivos pueden incluir los sulfonatos solubles en agua de los compuestos que tienen radicales alcohilo de cadena larga (por ejemplo cadenas de 10 a 18 átomos de carbono). Un material preferido es el sulfonato monoglicerido de ácidos grasos de cadena larga, tal como la sal sódica del sulfonato monoglicerido de ácido graso de coco hidrogenado usado sólo o en combinación con el lauril-sulfato sódico. Otros materiales apropiados son las amidas de ácidos grasos de aminoácidos tal como el N-lauril-sarcosinato sódico y sulfonatos de olefina que contienen un grupo olefínico de 8 a 25 átomos de carbono.

Otros diversos materiales pueden ser incorporados en las formulaciones de los dentífricos de la invención. Ejemplos de los mismos son los agentes colorantes o tintes, agentes de conservación, siliconas, compuestos clorofílicos, materiales amoniacales tales como urea, fosfato diamónico y mezclas de los mismos, y otros constituyentes. Estos coadyuvantes son incorporados en las presentes composiciones en cantidades que no afecten sustancialmente de modo adverso las propiedades y características deseadas y son seleccionados y usados en una cantidad apro-

403269

18



piada dependiendo del tipo particular de preparación considerada.

5 Las composiciones de la presente invención pueden también contener un compuesto que contiene flúor teniendo un efecto beneficioso en el cuidado y la higiene de la cavidad oral, por ejemplo, disminución de la solubilidad del esmalte en ácido y protección de los dientes contra el deterioro. Ejemplos de los mismos incluyen el fluoruro sódico, fluoruro estannoso, fluoruro potásico, fluoruro potásico-estannoso, (SnF - Kf), fluorozirconato de potasio, hexafluoroestannato de sodio, clorofluoruro estannoso, y monofluorofosfato sódico. Estos materiales, los cuales se disocian en 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. El fluoruro sódico, el fluoruro estannoso, y el monofluorofosfato sodico son particularmente preferidos así como mezclas de los mismos.

10
15
20 Los agentes antibacterianos también pueden ser empleados en las preparaciones orales de la presente invención para proporcionar un contenido total de tales agentes de hasta alrededor del 5% en peso. Agentes antibacterianos típicos incluyen:

25

403269



- N^1 -(4-clorobencil)- N^5 -(2,4-diclorobencil) biguanida;
p-clorofenil-biguanida;
4-clorobenzhidril-biguanida;
4-clorobenzhidrilguanilurea;
5 N -3-lauroxipropil- N^5 -p-clorobenzilbiguanida;
dicloruro de 1-(laurildimetilamonio)-8-(p-clorobenzildimetilamonio)octano
5,6-dicloro-2-guanidinobenzimidazol;
 N^1 -p-clorofenil- N^5 -laurilbiguanida;
1,6-Di-p-Clorofenil-biguanidohexano;
10 1,6,bis (2,Etilhexil-biguanido)-hexano
5,amino-1,3-bis (2-etilhexil)-5-metilhexahidropirimidina;

y sus sales de adición de ácido no tóxicas.

- Sílice pirogénica sintética finamente dividida (tal como las vendidas bajo las marcas registradas Cab-O-Sil
15 M-5, Syloid 244, Syloid 266 y Aerosil D-200) pueden también ser empleadas en cantidades desde alrededor de 1 al 20%, preferiblemente 1 a 5% en peso para promover el espesado o gelificación y para mejorar la transparencia del dentífrico.

- El sabor de las composiciones nuevas puede ser
20 modificado empleando materiales apropiados saporíferos o endulzadores. Ejemplos de constituyentes saporíferos apropiados incluyen los aceites saporíferos, por ejemplo, aceites de menta romana, menta piperita, aceite de pirola, sa-safrás, clavo, salvia, eucaliptus, mejorana, canela, limón
25 y naranja así como metilsalicilato sódico. Agentes endulza-

403269

18



5 dores apropiados incluyen la sacarosa, lactosa, maltosa, sorbita, ciclamato sódico, perillartina y sacarina. Apropriadamente los agentes saporíferos y endulzadores pueden comprender juntos desde alrededor de 0,01 al 5% o más de las composiciones de la presente invención. Adicionalmente las nuevas formulaciones dentales pueden ser provistas con el sabor picante, poco usual, del cloroformo. Por lo tanto, en lugar o además de los materiales saporíferos y endulzadores anteriores, la nueva formulación puede incluir hasta alrededor del 5%, preferiblemente entre 1 y 5% en peso de cloroformo y sabor de cloroformo.

15 Es deseable ajustar el pH de las formulaciones de las pastas dentales a un margen de alrededor de 3 a 9 usando ácidos tales como el cítrico, acético, cloropropiónico, malónico, fórmico, fumárico, metoxiacético y propiónico. Valores de pH menos de 3 son generalmente indeseables para uso oral. Cuando los iones estannosos están presentes el pH es preferiblemente menor de alrededor de 5. El margen preferido de pH es de 3,5 a alrededor de 5,0 cuando están presente los iones estannosos y alrededor de 4,5 a 20 alrededor de 7,0 en ausencia de los iones estannosos.

25 Los ejemplos específicos siguientes son además ilustrativos de la naturaleza de la invención presente pero se deberá entender que la invención no está limitada a los mismos. Las formulaciones de pastas dentales son preparadas

403269

18



en la forma usual, excepto como se indica, y todas las cantidades y proporciones son en peso excepto si se indica lo contrario.

5 Ejemplo 1

Aglomerados coloreados abrasivos apropiados para su incorporación dentro de las diversas formulaciones de pastas dentales son preparados de acuerdo con el siguiente método:

10 20 partes de una calidad no emulsificable de polietileno en forma de partículas que tiene las propiedades siguientes:

	Peso molecular	aprox. 1500
	Punto de ablandamiento	102°C.
15	Dureza	7,5
	Densidad g/cc.	0,91
	Viscosidad c.p.s. 140 C Brockfield	145

son mezcladas con 80 partes de silicato de zirconio ($Zr SiO_4$)
20 en forma de partículas, que tienen un diámetro medio de partícula de 1 micra, y una dureza Mohs de 8 y 1 parte de pigmento de laca de aluminio FD&C Rojo número 2 en un recipiente apropiado. El recipiente que contiene la mezcla seca es calentado en un aparato calentador apropiado. La mezcla seca
25 es agitada mientras está siendo calentada. Cuando se alcanza

403269



5 el punto de ablandamiento del agente aglutinante de polietileno y antes de que se funda, el recipiente es retirado del aparato calentador y enfriado mientras se continúa agitando. La masa enfriada es entonces nolidada en forma de partículas en un aparato de tipo mezclador y tamizada. Las fracciones que pasan a través de un tamiz de una malla de 420 micras de abertura y son retenidas por un tamiz de una malla de 250 micras de abertura son recogidas para ser usadas de acuerdo con la invención. Los aglomerados recogidos tienen un color rojo distintivo, un diámetro medio de 10 entre alrededor de 250 y 420 micras y pueden ser combinados ventajosamente con diversos vehículos de pastas dentales para producir una pasta dental moteada estéticamente atractiva teniendo características mejoradas de lustre o pulido y limpieza. Si se desean partículas blancas, el ingrediente de pigmento puede ser omitido en la formulación anterior.

Ejemplo 2

20 Se repite el Ejemplo 1 usando en calidad de agente aglutinante una resina de polietileno oxidada que tiene un punto de ablandamiento de alrededor de 104°C y un peso molecular medio de alrededor de 1800. La proporción en peso de material aglutinante al abrasivo es de 1:3.

25



Ejemplo 3

Se repite el Ejemplo 1 usando en calidad de agente aglutinante una resina de poliamida que tiene un punto de ablandamiento de 110°C, y un peso molecular medio de entre 6000 y 9000. La proporción en peso entre el agente aglutinante y el abrasivo es de 4:1.

Ejemplo 4

Se repite el Ejemplo 1 usando en calidad de agente aglutinante una resina de copolímero de alfa metil-estireno y vinil-tolueno, que tiene un punto de ablandamiento de alrededor de 100°C y un peso molecular medio de 1000. La proporción en peso entre el agente aglutinante y el abrasivo es de 1:7.

Ejemplo 5

Se repite sustancialmente el método del Ejemplo 1 usando en calidad de agente aglutinante cera natural de carnauba que tiene un punto de ablandamiento entre 81°C y 86°C. La proporción en peso del agente aglutinante al abrasivo es de 1:1.

El método del Ejemplo 1 es variado alternativamente calentando la cera de carnauba hasta que está fundida y mezclando las subpartículas de silicato de zirconio dentro de la masa fundida, seguido por el enfriado, molido y

403269



tamizado.

Ejemplo 6

5 20 partes de agente aglutinante de polietileno de acuerdo con el ejemplo 1, que tiene un tamaño de partícula entre 250 y 420 micras son mezcladas en seco con 80 partes de partículas de silicato de zirconio, que tienen una distribución de tamaño de partícula entre 0,5 micras y 3 micras en un recipiente apropiado. El recipiente que contiene la mezcla es entonces colocado en un lecho de arena fluidizada, calentada a 105°C y hecho girar a 80 rpm dando vueltas a la mezcla. La mezcla es calentada mientras está dando vueltas hasta que las partículas de silicato de zirconio son sustancialmente capturadas debajo de la superficie de las partículas de polietileno. Los aglomerados son entonces enfriados y reunidos. Las partículas producidas por este método tienen una superficie lisa con una corteza de partículas de silicato de zirconio y polietileno circundando un núcleo de polietileno sólido. Algunos 10 de los aglomerados producidos por el método anterior tienen un núcleo hueco en contraposición al núcleo más común de polietileno sólido y algunos parecen ser agregados de aglomerados de pequeñas partículas. 15 20

403269



Ejemplo 7

Se repite el Ejemplo 6 usando en calidad de agente aglutinante una resina de polietileno oxidado teniendo un punto de ablandamiento de alrededor de 106°C y un peso molecular medio de 3.000. La proporción en peso entre el agente aglutinante y el abrasivo es de 1:8.

Ejemplo 8

Se repite el Ejemplo 6 usando una resina de copolimero de alfa-metil-estireno y vinil-tolueno, que tiene un punto de ablandamiento de alrededor de 100°C y un peso molecular medio de 1.000. La proporción en peso del agente aglutinante al abrasivo es de 1:6.

15 Ejemplo 9

Se repite el Ejemplo 6 usando en calidad de agente aglutinante cera de carnauba natural que tiene un punto de ablandamiento de entre 81°C y 86°C. La proporción en peso del agente aglutinante al abrasivo es de 1:9.

20 Todos los ejemplos anteriores producen aglomerados abrasivos apropiados para su incorporación en una variedad de formulaciones de pastas dentales. Desde luego, el color de los aglomerados puede ser variado usando otros materiales colorantes apropiados. Aglomerados abrasivos apropiados pueden ser producidos por los métodos de los Ejemplos 1 y 6

403269



5 usando como el material abrasivo fosfato dicálcico en polvo dihidratado (dureza Mohs 2-2,5), fosfato dicálcico anhidro en polvo (dureza Mohs 3,5), carbonato cálcico en polvo (dureza Mohs 3-4), alúmina en polvo (tamaño medio de partícula 6 micras, dureza Mohs 8), sílice en polvo (tamaño medio de partícula 5 micras, dureza Mohs 5), SnO₂ en polvo (tamaño medio de partícula 3 micras, dureza Mohs 6), feldspato en polvo (KAlSiO₃O₈, tamaño medio de partícula 6 micras, dureza Mohs 6), topacio molido (tamaño medio de partícula 8 micras, dureza Mohs 8) y vidrio pyrex molido (tamaño medio de partícula 10 micras, dureza Mohs 7).

10 Las formulaciones específicas de pastas dentales con las cuales se pueden combinar los aglomerados abrasivos producidos de acuerdo con los ejemplos anteriores, están descritas en los ejemplos siguientes. Sin embargo, deberá apreciarse que cualquiera de los aglomerados abrasivos pueden ser combinados con cualquier base de pasta dental apropiada que tenga características mejoradas de limpieza y lustre o pulido.

20

Ejemplo 10

Se formula por las técnicas usuales una crema dental blanca, opaca, que tiene la siguiente composición.

25

403269



	<u>Componentes</u>	<u>Partes</u>
	Glicerina	22,63
	Pirofosfato tetrasódico	0,24
	Carboximetilcelulosa sódica	0,74
5	Sacarina sódica	0,19
	Benzoato sódico	0,49
	Agua desionizada irradiada	14,57
	Carbonato cálcico	4,97
	Fosfato dicálcico	46,14
10	Lauril-sulfato sódico (calidad dental)	0,97
	N-lauril-sarcosinato sódico	0,71

5 partes en peso de los aglomerados abrasivos producidos por el método del Ejemplo 1 son añadidos a la formulación anterior de crema dental y dispersados uniformemente en la misma.

15

La crema dental formulada de acuerdo con este ejemplo puede ser envasada en tubos de aluminio sin revestimiento, tiene una apariencia muy atractiva y propiedades mejoradas de lustre y eliminación de las manchas sin raspar indebidamente los tejidos duros de los dientes. Los aglomerados dispersados no se sedimentan apreciablemente durante la vida normal en las estanterías y son sustancialmente impalpables en la cavidad oral durante el uso.

20

25

403269



Ejemplo 11

Se formula por la técnica usual una pasta dental transparente que tiene la siguiente composición:

	<u>Componentes</u>	<u>Partes</u>
5	Glicerina	25,00
	Carboximetilcelulosa sódica	0,70
	Sacarina sódica	0,17
	Benzoato sódico	0,50
	Sorbita (solución acuosa al 70%)	44,83
10	Solución de colorante (Rojo)	0,80
	Agua	3,00
	Aluminosilicato sódico	16,00
	Sílice pirogénica Syloid 244	5,00
	Agente de sabor	1,00
15	Lauril-sulfato sódico	2,00
	Cloroformo	1,00

El aluminosilicato sódico empleado es un complejo que tienen un índice de refracción de 1,46, un contenido de humedad de alrededor de 6 por ciento, un tamaño medio de partícula de alrededor de 35 micras y una densidad aparente tal como sale del tamiz de alrededor de 0,07 g/cc.

2 partes por peso de los aglomerados abrasivos producidos por el método del Ejemplo 6 son añadidos y uniformemente mezclados con la formulación anterior. La pasta

403269



5 dental resultante tiene una apariencia moteada agradable y características mejoradas de limpieza y lustre con relación a la misma formulación sin los aglomerados, sin un aumento significativo en la abrasión de la dentina. Además, los aglomerados no se disgregan en un grado significativo cuando son mezclados con la base de gel, y son sustancialmente impalpables en la boca durante el cepillado de los dientes.

10 Similarmente dos partes en peso de los aglomerados de uno cualquiera de los Ejemplos 7 a 9 pueden ser incorporados dentro del gel transparente anterior para producir una pasta dental de acuerdo con la invención.

Ejemplo 12

15 Se prepara la siguiente pasta dental visualmente transparente:

<u>Componentes</u>	<u>Partes</u>
Sorbita (solución acuosa al 70%)	75,0
Glicerina	25,0
Arcilla silicatada sintética Laponite SP	2,03
20 N-lauril-sarcosinato sódico	2,0
Sacarina sódica	0,1
Aerosil D200 sílice pirogénica	3,0
Aluminosilicato sódico	16,0
Agente de sabor	1,0
25 Colorante	1,0
Agua	20,0

403269



2 partes en peso de los aglomerados abrasivos blancos del Ejemplo 1 son dispersados uniformemente en la formulación anterior para producir un producto dentífrico de acuerdo con la invención.

5 Similarmente, tres partes en peso de los aglomerados abrasivos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5 pueden ser incorporados dentro de la formulación de pasta dental de gel transparente para producir una pasta dental de acuerdo con la invención.

10

Ejemplo 13

3 partes en peso de las partículas abrasivas del Ejemplo 9 son dispersadas en el vehículo dental de gel transparente del Ejemplo 11 con Xerogel de sílice
15 Sylloid 74 sustituida por el material abrasivo de aluminosilicato sódico.

Las formulaciones específicas de los ejemplos anteriores son atractivas estéticamente y exhiben funcionalmente una mejora en las propiedades deseables para la higiene oral, tal como en las características de eliminación de
20 manchas y lustre, con respecto a las mismas pastas dentales antes de que se añadan los aglomerados abrasivos, sin exhibir una abrasión significativamente mayor a los tejidos de la dentina de los dientes o afectar adversamente la trans-
25 parencia visual del vehículo de gel transparente. Desde



luego, las características de eliminación de manchas y lustre de las fórmulas de las pastas dentales, que contienen las nuevas partículas aglomeradas abrasivas, varían de acuerdo con el tipo de subpartículas abrasivas usadas, su concentración en las partículas aglomeradas y la concentración de las partículas aglomeradas en la pasta dental. Sin embargo, tales formulaciones pueden ser preparadas según se desee para poseer una mejora significativa en la eliminación de las manchas y en el pulido sin un aumento significativo en la abrasión de la dentina. La presencia en una pasta dental de gel transparente de 2 por ciento en peso de partículas abrasivas de acuerdo con la invención puede aumentar la capacidad de eliminación de las manchas desde alrededor de 30 a 40% hasta tanto como 60 a 70 por ciento. La capacidad pulidora del dentífrico usualmente mejora una cantidad correspondiente y la abrasión a la dentina humana no es cambiada apreciablemente.

Aunque los ejemplos anteriores incluyen formulaciones preferidas y típicas, no se deben considerar como limitaciones de la invención.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 3 de Junio de 1971 con el nº 149.786, (parcial), se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

403269



- 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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

5 1a.- Un método para producir una formulación de pasta dental, que comprende mezclar en seco partículas termoplásticas de un agente atador insoluble en agua que tienen un diámetro medio de desde 100 a 1000 micras
10 son subpartículas abrasivas que tienen una dureza Mohs de por lo menos 2 y un diámetro medio entre 0,1 y 10 micras, siendo la proporción en peso de aproximadamente 90 hasta 10 partes de abrasivos a 10 hasta 90 partes
15 de agente atador, hacer girar dicha mezcla a una velocidad suficiente para causar volteo, calentar dicha mezcla hasta el punto de reblandecimiento de dicho material termoplástico, calentar y hacer girar simultáneamente dicha
20 mezcla hasta que dichas subpartículas queden capturadas debajo de la superficie de dichas partículas, enfriar dicha mezcla y dispersar en una base de pasta dental aglomerados macroscópicamente visibles de subpartículas abrasivas enlazadas juntas por un agente atador insoluble



en agua, en una proporción en peso de 90 hasta 10 partes de abrasivo a 10 hasta 90 partes de agente atador.

5 2a.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1a, en el cual el agente atador insoluble en agua se escoge del grupo que incluye resinas termoplásticas, gomas, geles, polímeros, parafinas y ceras.

10 3a.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1a, en el cual se dispersa en una base de pasta dental transparente macroscópicamente un agente pulidor dental, impalpable, insoluble en agua, teniendo substancialmente el mismo índice refractario que la base transparente y teniendo dispersados en la misma aglomerados macroscópicamente visibles de subpartículas de material abrasivo.

15 4a.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3a, en el cual dicho agente pulidor dental es una sustancia conteniendo sílice amorfa.

20 5a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3a y 4a, en el cual dicho agente pulidor dental tiene un índice refractario entre 1,44 y 1,47.

 6a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3-5, en el cual dicho agente pulidor dental es un complejo de aluminosilicato de metal alcalino.

25 7a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las

403269

11 FEB. 1976



reivindicaciones anteriores, en el cual las subpartículas abrasivas tienen una dureza Mohs de alrededor de 2 a 10.

5 8ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 7ª, en el cual las subpartículas abrasivas tienen una dureza Mohs de por lo menos 5.

10 9ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dichas subpartículas abrasivas tienen un diámetro medio entre 0,1 y 10 micras.

10ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dichos aglomerados comprenden desde 0,5 al 10 por ciento por peso de dicha formulación de pasta dental.

15 11ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dichas subpartículas abrasivas son escogidas del grupo consistente de silicato de zirconio, sílice, SnO₂, feldespato, topacio, silicato cálcico, carburo de silicón, piedra pómez, alúmina ilmenita, hematita y dióxido de titanio.

20 12ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª y la reivindicación 2ª, en el cual la base de pasta dental es opaca.

25 13ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 12ª, en el cual la base de pasta dental opaca incluye



partículas impalpables de agente pulidor dental dispersado uniformemente a través de la misma teniendo una dureza Mohs de alrededor de 2 a 5.

5 14^a.- Un método de acuerdo con la reivindicación 13^a, en la cual los aglomerados contienen subpartículas de abrasivo teniendo una dureza Mohs de por lo menos 5.

15 15^a.- Un método de acuerdo con las reivindicaciones 2^a y 3^a, en el cual dichos aglomerados incluyen además desde 90 a 10 por ciento por peso del agente atador.

10 16^a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicho agente atador es un polietileno de bajo peso molecular.

15 17^a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dichos aglomerados tienen un tamaño medio de partícula entre 100 y 1000 micras.

20 18^a.- Un método de acuerdo con las reivindicaciones 3^a a 6^a, en el cual dicha base de pasta dental transparente tiene un índice refractario entre alrededor de 1,4 a 1,5 y dichas subpartículas abrasivas tienen un índice refractario entre alrededor de 1,5 y 2,7.

25 19^a.- Un método de acuerdo con la reivindicación 18^a, en la cual dichas subpartículas tienen un índice refractario entre alrededor de 1,7 y 2,2

20^a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las

403269



reivindicaciones anteriores, en el cual dichos aglomerados contrastan con dicha base de pasta dental e imparten una apariencia moteada a la formulación de pasta dental.

5 21a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dichos aglomerados macroscópicamente visibles comprenden una corteza exterior incluyendo una pluralidad de dichas subpartículas dispersadas en el material de agente atador y un
10 centro interior substancialmente libre de dichas subpartículas.

 22a.- Un método de acuerdo con la reivindicación 21a, en el cual dicho centro interior consiste esencialmente de un material de agente atador.

15 23a.- Un método para producir una formulación de pasta dental.

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

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

Madrid,

11 FEB. 1976

P.A.

Alberte de Elizaburu

Por Poder.