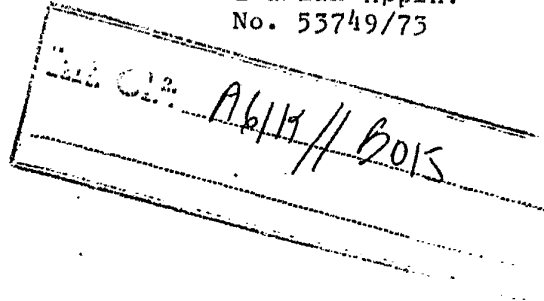


431241

14 ABR. 1975

P.- 58.889  
Italian Appln.  
No. 53749/75



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

A nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad norteamericana

establecida en 300 Park Avenue, Nueva York, Nueva  
York 10022, Estados Unidos de América.

por:

" UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA HACER  
MOTAS DE DENTIFRICO "

(Clase Internacional A61K)

Esta invención se refiere a un procedimiento mejorado para la obtención de motas para las composiciones dentífricas en pasta o en polvo y, más particularmente a la obtención de motas de una uniformidad mejorada en su tamaño y forma, y a los dentífricos que las contienen.

Es bien conocido preparar partículas moteadas macroscópicas visibles para las composiciones dentífricas en pasta o en polvo, cuyas motas pueden contener, además de un aglutinante orgánico, uno o más componentes funcionales y/o estéticos del dentífrico. La incorporación de motas en tales dentífricos, además de proporcionar un aspecto atractivo, tiene ventajas adicionales cuando un componente funcional o ingrediente "activo" de un dentífrico está presente en el material formador de motas. Así pues, componentes funcionales, cuando son distribuidos homogéneamente a través del dentífrico, pueden ser reducidos en efectividad o tienden a ser reactivos con otros componentes dentífricos funcionales, particularmente durante el envejecimiento. Sin embargo, su inclusión como motas tiende a mantenerlos aislados de otros ingredientes y permite una mayor latitud en la formulación de las composiciones dentífricas. Las adiciones de estos ingredientes funcionales al dentífrico pueden también ser controladas mejor cuando estos agentes activos se añaden unidos

en un material formador de motas y su presencia es a menudo también visualmente evidente. La incorporación de componentes funcionales en las motas proporciona una estabilidad o integridad satisfactoria del componente hasta su liberación durante el uso, es decir, durante el cepillado de los dientes dichas motas, si son de un material lipófilo en una base acuosa, se desbaratan y pueden emulsificarse en los materiales hidrófilos de tal manera que liberan el efecto deseado del ingrediente funcional incorporado en el material formador de motas.

Los procedimientos de la técnica anterior para preparar partículas para la incorporación en dentífricos, de aquí en lo que sigue denominadas motas, han tenido serias desventajas en relación con la obtención de motas de tamaños y formas uniformes deseados. Generalmente, las motas han sido preparadas fundiendo un aglutinante orgánico fisiológicamente aceptable, tal como una resina termoplástica, cera o un éster de alto peso molecular, por ejemplo, triestearato de glicerilo y, si se desea, mezclando o uniendo con el mismo un componente dentífrico funcional y/o estético. Un método de la técnica anterior de convertir la masa resultante formadora de motas en forma de partículas sólidas ha sido fundir una mezcla, luego enfriarla para solidificar el aglutinante y luego moler la masa solidificada en forma de partículas.

Las partículas resultantes, sin embargo, son algo irregu-  
lares en aspecto y tamaño. Solamente por medio de un  
cribado o tamizado tedioso y costoso pueden ser obteni-  
das partículas de un tamaño uniforme, deseablemente en  
5 el margen de alrededor de 0,05 a 1 mm. Tal cribado o ta-  
mizado generalmente da como resultado una pérdida del ma-  
terial formador de motas, por ejemplo, pérdidas de tanto  
como un 50% o más del material formador de motas que es  
originalmente cargado al procedimiento de cribado o tami-  
10 zado, pero que es de un tamaño demasiado grande o dema-  
siado pequeño para ser aceptable. Además, las motas re-  
sultantes, aunque tienen una uniformidad deseada de ta-  
maño, sin embargo son de formas irregulares menos atrac-  
tivas. Con el fin de superar las desventajas de los mé-  
15 todos típicos de molido o reducción del tamaño antes men-  
cionados, otros procedimientos de tales como el secado por  
atomización, enfriado por atomización, extrusión, prensa-  
do y técnicas de cortado han sido sugeridos o aplicados al  
problema de la obtención de las motas dentífricas. Sin  
20 embargo, el enfriado por atomización, aunque proporciona  
motas con una uniformidad mejorada de forma, sin embargo,  
causa un cribado o tamizado desventajoso del material for-  
mador de motas en partículas enfriado con las pérdidas an-  
tes mencionadas. Las otras técnicas producen ya sea par-  
25 tículas menos uniformes o partículas de formas o aspecto

menos deseable, o también implican operaciones de calibrado o clasificación en las cuales se experimentan usualmente pérdidas de las motas o después de las cuales las motas recuperadas no de acuerdo con lo especificado tienen que ser vueltas a tratar.

De acuerdo con la presente invención se superan las desventajas discutidas arriba de los procedimientos de la técnica anterior y se proporciona una mejora en el procedimiento de obtención de las motas para el dentífrico con un tamaño y forma substancialmente uniformes cuya mejora comprende las etapas de:

1) someter a una agitación con una alta cizalla una mezcla de alrededor del 1 al 40% en peso del material formador de motas que comprende alrededor de 70 a 100 por ciento en peso de un aglutinante orgánico dentífrico y de 0 a alrededor de 30 por ciento en peso de componente o componentes dentífricos funcionales y/o estéticos y alrededor del 60 al 99% en peso de un medio dispersante el cual tiene un punto de ebullición de por lo menos 100°C. por encima del punto de solidificación de dicho aglutinante pero el cual está por debajo del punto normal de ebullición de dicho material aglutinante y el cual tiene un punto de solidificación de por lo menos alrededor de 20°C. por debajo del punto de solidificación de dicho aglutinante, siendo dicho aglutinante sustancialmente in-

soluble en dicho medio dispersante, siendo aplicada la agitación a una temperatura preferiblemente de por lo menos alrededor de 100C. por encima del punto de solidificación del aglutinante pero que está por debajo del punto normal de ebullición del medio dispersante de manera que se obtiene una dispersión homogénea de un material formador de motas sustancialmente fundido, usualmente caliente, en un medio líquido dispersante; y

2) enfriar dicha dispersión bajo dicha agitación con alta cizalla a una temperatura preferiblemente de por lo menos alrededor de 200C por debajo del punto de solidificación de dicho aglutinante para obtener motas sólidas de dentífrico que tienen una forma sustancialmente uniforme, preferiblemente globular, y un tamaño en el margen de alrededor de 0,05 a 1 mm de diámetro efectivo, dispersado homogéneamente en dicho medio dispersante, y opcionalmente separar las motas sólidas del medio dispersante líquido. La invención también incluye las motas nuevas preparadas por este procedimiento y dentífricos orales, incluyendo polvos, que contienen una distribución uniforme de estas motas. El procedimiento mejorado de la presente invención proporciona materiales dentífricos de un tamaño y forma esférica sustancialmente uniformes en el margen de 50 a 1000 micras, evitando la necesidad de emplear operaciones costosas o tediosas de cribado y tamizado.

En la descripción dada arriba de la invención una agitación con alta cizalla significa una agitación de flujo turbulento que tiene un consumo alto de energía dentro de la mezcla que se está tratando. Por ejemplo, este puede ser de desde alrededor de 0,002 a alrededor de 0,2 C.V. por kilogramo para viscosidades de una mezcla en el margen de alrededor de 0,1 a 500 centipoises, a la temperatura de funcionamiento. Los mezcladores empleados tendrán usualmente tamaños equivalentes de cuchillas de por encima de siete centímetros de diámetro, girando por encima de 150 revoluciones por minuto. Por ejemplo, la cuchilla del mezclador o turbina puede tener un diámetro de alrededor de 10 centímetros a 1 metro y puede girar a 150 a 4.000 r.p.m., por ejemplo, a una velocidad periférica lineal de alrededor de 5 a 100 metros por segundo.

Por punto de solidificación se entiende el punto de fusión o alternativamente el punto de reblandecimiento o preferiblemente el punto de endurecimiento en los casos en los cuales el material no tiene un punto de fusión bien definido.

Por punto normal de abullición se entiende el punto de ebullición a la presión atmosférica (después, el procedimiento puede ser modificado para trabajar además a presiones subatmosféricas o superatmosféricas).

En el procedimiento el medio dispersante es un líquido a la temperatura a la que se enfría la dispersión caliente y las motas solidificadas enfriadas se separan del medio líquido dispersante por cualquier técnica convencional de separación de fases, tal como por centrifugación, filtración o ventajosamente por sedimentación y decantación. Deseablemente el medio dispersante es o bien agua o bien un vehículo dentífrico líquido convencional del tipo descrito más adelante en esta memoria. En la última realización del procedimiento puede ser conveniente incorporar todo o una porción del medio dispersante junto con las motas en el dentífrico en lugar de efectuar una separación completa de las motas primeramente desde el medio dispersante. Tal puede también hacerse con un medio acuoso.

Al llevar a cabo el procedimiento de la presente invención la mezcla sometida a una agitación de alta cizalla contiene preferiblemente alrededor del 5 al 35%, especialmente alrededor del 10 al 25% en peso del material formador de motas y alrededor del 65 al 95%, especialmente alrededor del 75 al 90% en peso de un medio dispersante.

Aunque el aglutinante puede ser usado solo para proporcionar un material formador de motas es generalmente preferible incorporar en el mismo un componente o

componentes convencionales funcionales y/o estéticos en una cantidad de hasta alrededor del 30 por ciento por peso basado en la cantidad de material formador de motas. Preferiblemente la concentración del componente funcional y/o estético es de alrededor de 0,01 a 25%. En una realización especialmente preferida de la invención el material formador de motas contiene de 0,01 a 10% en peso de un colorante dentífrico convencional, además de cualquier otro componente dentífrico funcional y/o estético.

10 El material formador de motas que de acuerdo con una realización preferida de la invención contiene componentes dentífricos convencionales funcionales y/o estéticos, se prepara de acuerdo con la práctica convencional fundiendo el componente aglutinante del mismo, mezclándolo con el componente o componentes dentífricos funcionales y/o estéticos, que puede ser un sólido o un líquido, y agitando a fondo la mezcla caliente resultante para asegurar la obtención de una solución o dispersión homogénea del componente funcional y/o estético en el aglutinante fundido. En una realización preferida de la invención la composición o material formador de motas fundido resultante y el medio dispersante son precalentados, con anterioridad a ser mezclados, a aproximadamente la temperatura a la cual una agitación con alta cizalla va a ser aplicada a los mismos. La viscosidad es de alrede-

dor de 0,1 a 500, preferiblemente 1 a 100 centipoises a la temperatura de dispersión.

La aplicación de una agitación de alta cizalla de acuerdo con la invención puede ser efectuada en cualquier mezclador capaz de proporcionar este tipo de agitación, por ejemplo un mezclador Petzholdt. La agitación es preferiblemente tal que el líquido está en forma de un flujo esencialmente o sustancialmente radial, con lo que tiene lugar una dispersión satisfactoria. Generalmente la dispersión homogénea se obtiene después de 1 a 5 minutos de aplicación de una agitación con alta cizalla. El enfriado de la dispersión caliente agitada puede ser logrado por medio de un intercambiador de calor apropiado convencional, o ventajosamente, mediante la dilución de la dispersión caliente agitada con un medio dispersante a o por debajo de la temperatura a la cual se desea enfriar la dispersión para solidificar el material de las motas. Convenientemente se emplea de 1 a 10 veces preferiblemente 1,5 a 4 veces y especialmente alrededor de 2,5 veces de dilución de la dispersión caliente con el medio dispersante frío para enfriar la dispersión agitada.

En las realizaciones preferidas de la invención el aglutinante orgánico empleado tiene un punto de solidificación de por lo menos alrededor de 40°C. y un punte normal de ebullición de por encima de alrededor de

200°C., preferiblemente por encima de 300°C, la temperatura elevada a la cual se efectúa la dispersión es de entre alrededor de 50°C. y 290°C., preferiblemente 50 a 200°C., más preferiblemente por debajo de alrededor de 100°C. y más  
5 preferiblemente por debajo de 90°C., por ejemplo, 50-90°C. y 80°C. Preferiblemente el medio dispersante frío está a la temperatura ambiente, es decir, 15-25°C., generalmente alrededor de 20°C., y la temperatura a la cual se enfría la dispersión es a alrededor de la temperatura ambiente.  
10 te. El enfriado lleva desde 5 a 600 segundos, más preferiblemente desde 5 a 100 segundos.

Las motas de la invención son incorporadas en pastas, geles o polvos dentales orales, de acuerdo con las técnicas que son convencionales en la rama de preparar  
15 dentífricos moteados. En general los dentífricos que tienen motas uniformemente distribuidas de acuerdo con la invención contienen alrededor de 0,1 a 50% en peso o más de motas, preferiblemente de desde 0,5 a 20%, y más preferiblemente alrededor de 0,5 a 10%.

20 Los tamaños de las motas preparadas por el procedimiento de la presente invención pueden ser variados dentro del margen de alrededor de 0,05 a 1 mm escogiendo las condiciones de dispersión, es decir, el uso de un grado mayor de agitación con alta cizalla, dentro del margen  
25 dado y una temperatura más alta en la etapa de dispersión

da como resultado tamaños de partículas más pequeños. En general un tamaño de mota en el margen de alrededor de 0,2 a 0,6 mm es particularmente deseable. Sin embargo, pueden hacerse motas más grandes, de hasta 2 mm.

5 El agente aglutinante empleado en preparar las motas de acuerdo con la invención es cualquiera de un gran número de compuestos orgánicos fisiológicamente aceptables los cuales son conocidos como compatibles con los componentes dentífricos funcionales y/o estéticos de ma-  
10 nera de que se forme una mota o aglomerado estable en el mismo. Tales productos son insolubles en el medio dispersante. En particular, pueden ser usados aglutinantes insolubles en agua que incluyen uno o más de los materiales termoplásticos, resinas, gomas, geles, parafinas, ce-  
15 ras, polímeros, ácidos grasos superiores y sales de los mismos, tales como ácido esteárico, estearato de magnesio, estearato de calcio y similares.

Un grupo representativo de aglutinantes de acuerdo con este aspecto de la invención son los materia-  
20 les naturales y sintéticos, insolubles en agua, clasificados como termoplásticos, es decir, materiales que se reblandecen o funden y se hacen fluidos cuando se calientan. Representativos de éstos son los polímeros, particularmente los polímeros etilénicamente insaturados tales  
25 como polietileno, polipropileno, poli(cloruro de vinilo),

poli(acetato de vinilo), copolímeros de poli(cloruro de vi  
nilo) y alcohol vinílico, acetato de vinilo; cloruro de  
vinilideno; polimetacrilatos, tales como poli(metacrilato  
de metilo), poli(metacrilato de etilo), poli(metacrilato de  
5 isopropilo), poli(metacrilato de isobutilo); poliacrilatos;  
poliamidas, tales como nilones; materiales celulósicos ta-  
les como acetatos y butiratos; policarbonatos; resinas de  
cumaronaideno; parafinas y ceras, incluyendo ceras natura-  
les, tales como carnaúba, ventajosamente parafinas y ceras  
10 con puntos de fusión por encima de 50°C.; y mezclas de los  
materiales anteriores.

Una ventaja de los aglutinantes insolubles  
en agua es una máxima estabilidad de las partículas en el  
dentífrico, y estas son particularmente descables cuando  
15 hay combinados en las motas ingredientes activos solubles  
en agua, así como componentes insolubles en agua. Al sa-  
car del envase el dentífrico, las partículas no se corren  
sino que se mantienen brillantes y distintivas. Sorpren-  
dentemente, aún cuando las partículas son de un tamaño ma  
20 croscópicamente visible, pueden ser de tamaños y caracte-  
rísticas tales que son substancialmente impalpables en la  
boca durante el cepillado.

Los agentes aglutinantes termoplásticos dan  
resultados particularmente ventajosos al preparar motas que  
25 incluyen en las mismas un material termoplástico insoluble

en agua que tiene un peso molecular entre alrededor de 500 y alrededor de 20.000, preferiblemente por lo menos alrededor de 1.000. La dureza, expresada como décimos de mm de penetración de la aguja (100 gramos/5 seg./25°C., ASTM D1321), de materiales preferidos en esta clase, es típicamente de entre alrededor de 1 y 15, aunque pueden ser usadas calidades más duras si no son objetables en la pasta dental final. La siguiente tabla enumera las propiedades de los agentes termoplásticos aglutinantes representativos de esta clase.

T A B L A

	Resina	P.M.P <sup>1</sup>	P.R. <sup>2</sup> Aprox.	Dureza <sup>3</sup>	P.E <sup>4</sup>	V.P <sup>5</sup> (Cps.)	Temp. (°C.)
15	Polietileno <sup>6</sup>	2.000	105°C.	3,5	0,92	200	140
	"	2.200	107°C.	3,0	0,92	220	"
	"	3,500	116°C.	1,0	0,93	350	"
	"	1.500	102°C.	7,5	0,91	145	"
	"	1.100	195°C.	80,0	0,89	40	"
20	"	2.000	96°C.	9,5	0,91	230	"
	"	3.500	204°C.	7,0	0,92	500	"
	Polietileno oxidado <sup>7</sup>	1.800	104°C.	4,0	0,94	320	125
	"	3.000	106°C.	3,0	0,94	1.200	"
	Poliamida <sup>8</sup>	6.000 9.000	110°C.	4,0	0,98	2.200	150
	"	6.000 9.000	95°C.	15,0	0,98	1.100	"

- 1 \* Peso Molecular Promedio
- 2 = Punto de Reblandecimiento (Aprox.) ASTM E-28
- 3 = 0,1 mm. Penetración de la Aguja ASTM D-1321 (100 gramos/5 seg./25°C)
- 5 4 = Peso específico
- 5 = Viscosidad
- 6 = Disponible de la Allied Chemical Company bajo la marca de fábrica A-C polietileno, calidades 6, 6a, 7, 7a, 8, 8A, 615, 617, 617A, G-201 y 400.
- 10 7 = Disponible de la Eastman Chemical Products, Kingsport, Tennessee, bajo la marca de fábrica EPOLENE. Estos materiales son emulsificables y tienen tanto un índice de acidez como número de saponificación de 9-10. Materiales similares están disponibles de la Allied Chemical Company bajo la marca de fábrica A-C polietileno,
- 15 calidades 656, 629, 655 y 680.
- 8 = Productos a partir de etilendiamina de acuerdo con la Patente de los EE.UU. No. 2.370.413. Disponible de la División Química de la General Mills Co., Kankakee,
- 20 Illinois, bajo la marca de fábrica Versamid, calidades 930, 940 y 950.

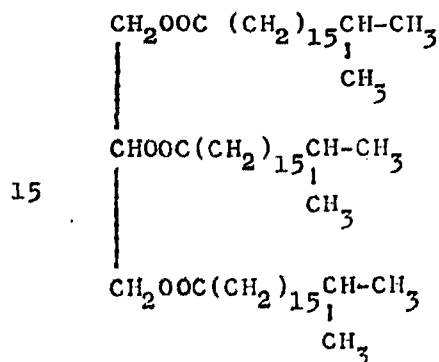
Una clase preferida de aglutinantes insolubles en agua incluye los alcoholen-glicoles inferiores y di-ésteres superiores de polioles, particularmente los

25 diésteres de etilenglicol y los di- y tri-ésteres de gli-

cerilo de ácidos grasos superiores de 10 a 22 átomos de carbono, preferiblemente de 12 a 18 átomos de carbono y en los cuales los ácidos grasos son preferiblemente saturados. Estos ésteres son normalmente sustancias grasas blandas que tienen puntos de fusión particularmente apropiados en el margen de alrededor de 45 a 80°C. Ejemplos típicos representativos de ésta clase preferida de agentes aglutinantes incluyen los siguientes:

5 triestearato de glicerilo; tripalmitato de glicerilo; trilaurato de glicerilo; tridocosilato de glicerilo; diestearato de glicerilo; dimiristarato de glicerilo;

10



glicerina triesterificada con una mezcla equimolar de ácidos láuricos y esteáricos; tricocato de glicerilo; tricocato de glicerilo hidrogenado; diestearato de etilenglicol; dilaurato de etilenglicol; dipalmitato de etilenglicol; dicocato de etilenglicol; dicocato de etilenglicol hidrogenado. Se obtiene un resultado especialmente bueno usando el triestearato de glicerilo fácilmente disponible (p. de f. 71,6°C). "Cocato" es éster de ácido de coco.

20

25

El medio dispersante de la invención es cualquier líquido orgánico o inorgánico aceptable cuyo punto normal de ebullición y punto de solidificación tie  
nen la relación descrita arriba con los puntos de solidi  
5 ficación y ebullición normal de los aglutinantes orgáni-  
cos. Preferiblemente, como se indica arriba, el medio  
dispersante es agua, una solución acuosa u otro vehículo  
dentífrico líquido convencional tal como glicerina, solu  
10 ción acuosa de sorbita, propilenglicol, polietilenglicol  
400, manita o alcohol polivalente inferior similar de 2 a  
6 átomos de carbono. El más preferido es el agua, prefe-  
riblemente desionizada, en especial para las motas de tri  
estearato de glicerilo.

Las notas de esta invención son preferible  
15 mente empleadas en las pastas dentales orales, geles o cre-  
mas, incluyendo pastas o cremas transparentes, translúci-  
das y opacas, pero pueden también ser empleadas en los  
pólvos dentales orales. La siguiente descripción de los  
componentes funcionales y/o estéticos de los dentífricos  
20 orales está dirigida a las cremas, geles y pastas pero se  
entenderá por los expertos en la técnica que pueden ser  
preparados polvos apropiados los cuales difieren de las  
cremas, geles, etc., principalmente en que están sustan-  
cialmente desprovistos de vehículos dentífricos líquidos,  
25 agua y agentes espesantes. También se entenderá que la

concentración dada a continuación para los componentes  
dentífricos convencionales funcionales y/o estéticos son  
concentraciones totales para el componente en el dentífrico,  
incluyendo la cantidad que puede estar presente en  
5 las motas. Normalmente estas contienen del 10 al 100%,  
preferiblemente 50 al 100% de tales materiales añadidos  
cuando tales están en forma de motas.

Un componente funcional importante del dentífrico es un agente contra las caries. Ejemplos de sustancias que contienen flúor dentalmente efectivas incluyen  
10 los materiales que contienen flúor inorgánicos y orgánicos,  
preferiblemente sales de fluoruro. Fluoruros inorgánicos  
apropiados incluyen el monofluorofosfato sódico, fluoruro  
sódico, fluoruro estannoso, fluoruro índico, fluoruro  
15 potásico-estannoso ( $\text{SnF}_2\text{-KF}$ ), fluorozirconato potásico,  
hexafluoroestannato sódico y clorofluoruro estannoso.  
Pueden ser usados compuestos orgánicos de flúor tales  
como aminofluorhidratos por ejemplo, fluorhidrato de lauril-  
-amina y fluoruro de cetilpiridinio.

20 La función de un ingrediente que contiene flúor es proporcionar un efecto beneficioso en el cuidado e higiene de los dientes reduciendo la solubilidad de los tejidos del esmalte en un medio ambiente ácido y proteger los dientes contra las caries. Los materiales de  
25 flúor anteriormente citados, que se disocian o liberan

iones que contienen flúor, pueden estar presentes apropiadamente en una cantidad efectiva pero no tóxica, usualmente dentro del margen de alrededor de 0,01 al 1% en peso del contenido de flúor soluble en agua del mismo.

5 Los agentes antimicrobianos se incorporan en las fórmulas dentífricas orales para favorecer la higiene oral, y generalmente pueden ser efectivos reduciendo el sarro dental, mejorando los estados gingivales, inhibiendo la formación de cálculos dentales, o reduciendo o modificando el número de tipos de microorganismos.

10 Agentes antimicrobianos representativos incluyen compuestos catiónicos y particularmente los materiales de biguanida incluyendo:

15  $N^1$ -(4-clorobencil)- $N^5$ -(2,4-diclorobencil)biguanida; p-clorofenilbiguanida; 4-clorobenzhidrilguanilurea; N-3-lauroxi-propil- $N^5$ -p-clorobencilbiguanida; dicloruro de 1-(laurildimetilamonio)-0-(p-clorobencildimetilamonio) octano; 5,6-dicloroguanidinobenzimidazol;  $N^1$ -p-clorofenil- $N^5$ -laurilbiguanida; 1,6-di-p-clorofenilbiguanidohexano; 1,6-bis(2-etilhexilbiguanido)hexano; 5-amino-1,3-bis(2-etilhexil)-5-metilhexahidropirimidina y sus sales ácidas de adición no tóxicas, tales como cloruros, bromuros y metosulfatos.

20

25 Agentes antimicrobianos útiles adicionales en la invención son el carbamato, tiocarbamato y ditiocarbamato de amonio cuaternario, y compuestos de carbamida

tales como los descritos en la patente de los EE.UU.

3.621.048; las dicloro-2-guanidino benzimidazoles descritos en la patente de los EE.UU. 3.523.154; y los imidazoles de la patente de los EE.UU. 3.497.591. Los agentes antimicrobianos anteriores se emplean generalmente en concentraciones de alrededor de 0,01 a 5 por ciento en peso, más a menudo de 0,1% a 2% en las fórmulas dentífricas.

Otros ingredientes funcionales que pueden ser usados en cantidades similares apropiadas incluyen los materiales amoniados tales como urea y fosfato de diamonio; clorofilinas solubles en agua, vitaminas tales como complejo de vitaminas B<sub>6</sub>, B<sub>12</sub> o vitamina E; materiales desensibilizadores tal como las sales de estroncio, por ejemplo, cloruro de estroncio; antibióticos tales como tirotricina, vancomicina, tilosina, desmicosina y las macrolidas de la patente de los EE.UU. 3.342.687; prostaglandinas; enzimas tales como la dextranasa y productos enzimáticos que tienen cierta actividad de proteasa neutra de por lo menos alrededor de 700.000 a 2 millones de unidades de caseína por gramo y derivados de B.Subtilis; fenoles; hexaclorofeno; abrillantadores ópticos tales como 4-metil-7-hidroxi- o 4-metil-7-dietilamincumarina; astringentes tales como el cloruro de zinc, sulfato de zinc, lactato de aluminio, etc., y agentes de conservación tales como el benzoato sódico.

En los ingredientes activos están incluí  
dos materiales que tienden a refrescar el aliento tal co  
mo aceites saporíferos, por ejemplo, aceite de menta pi-  
perita, menta romana anís, mentol y otros que son bien  
5 conocidos y agentes edulcorantes talés como sacarina y  
sorbita (la cual tiene cierto efecto edulcorante). Gene-  
ralmente un agente saporífero está presente en una con-  
centración de alrededor de 0,1 a 10%, preferiblemente  
0,2 a 3% del dentífrico.

10 Se usan agentes orgánicos tensioactivos  
en composiciones dentífricas orales para ayudar a lograr  
una dispersión completa y a fondo de la composición a tra-  
vés de la cavidad oral y para hacerlas más aceptables cos  
méticamente. El material orgánico tensioactivo puede ser  
15 de naturaleza aniónica, no iónica, anfóptica o catiónica,  
y se prefiere emplear en calidad de agente tensioactivo  
un material deterativo que comunica a la composición pro-  
piedades deterativas y espumantes. Se usan preferiblemen-  
te los agentes tensioactivos aniónicos. Tales compuestos  
20 pueden incluir grupos grasos o poli(alcoxi inferior) de  
cadena larga más radicales hidrófilos. Estos usualmente  
estarán en forma de sales, especialmente sales solubles  
en agua de los metales alcalinos alcalinotérreos. Entre  
los detergentes aniónicos útiles se pueden mencionar los  
25 monosulfatos monogliceridos de ácidos grasos superiores  
tal como las sales sódicas de los monogliceridos monosul-

fatados del ácido graso del aceite de coco hidrogenado; alcohol superior-sulfatos, tales como el laurilsulfato sódico; alcohol superior-aril sulfonatos, tales como el dodecylbencenosulfonato sódico lineal, olefinsulfonatos superiores, tales como el olefinsulfonato superior en el cual el grupo de olefina es de 12 a 21 átomos de carbono; alcohol superior-sulfoacetatos de potasio; ésteres de ácidos grasos superiores de 1,2-dihidroxiopropanosulfonatos, tales como las sales de magnesio; las acilamidas alifáticas superiores, substancialmente saturadas, de las sales de metal alcalino de ácidos aminocarboxílicos alifáticos inferiores, tales como las que tienen de 12 a 16 átomos de carbono en los radicales acilo grasos; poli(alcoxi inferior) alcohol superior-sulfatos sódicos de (10 a 100 grupos alcoxi); los jabones de sodio y potasio de ácido graso superior de aceite de coco y sebo, y similares. Como se puede notar, lo más frecuentemente, los detergentes son compuestos sulfatados o sulfonados, conocidos como productos de reacción sulfúricos. Ejemplos de amidas aniónicas útiles que pueden ser empleadas son la N-lauroil-sarcosina y las sales de sodio, de potasio y de etanolamina de N-lauroil-, N-miristoil- y N-palmitoil-sarcosinas. En las descripciones dadas arriba, "superior" se refiere a longitudes de cadena de 12 a 22 átomos de carbono, preferiblemente de 12 a 18 átomos de carbono y

más preferiblemente de 12 a 16 átomos de carbono. Inferior significa de 2 a 4 átomos de carbono, preferiblemente 2 a 3 átomos de carbono y más preferiblemente dos átomos de carbono. Descripciones adicionales de tales compuestos pueden ser encontradas en el libro de texto, Surface Active Agentes, Vol. II (1958), por Schwartz, Perry y Berch.

Los detergentes no iónicos incluyen los que contienen cadenas de óxido de alcoholeno inferior, por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno, en los cuales hay presente de 10 a 100 ó más moles de un óxido de alcoholeno inferior. Entre tales materiales se encuentran los copolímeros de bloque de óxido de etileno, óxido de propileno y propilenglicol, vendidos como Pluronic; los alcohol-fenil-polietoxi-etanoles, vendidos como Igepals; los copolímeros mixtos de óxido de etileno y óxido de propileno, vendidos como Ucons; y diversos otros no iónicos bien conocidos derivados de los alcoholes o ácidos grasos y poli(óxido de etileno). Los agentes anfóteros y anfotéricos incluyen los derivados de imidazol cuaternizados, tales como "Miranoles", por ejemplo, Miranol C<sub>2</sub>M; y entre los detergentes germicidas catiónicos apropiados se encuentran tales como el cloruro de diisobutilfenoxietoxietil-dimetil-bencil-amonio; cloruro de bencil-dimetil-estearil-amonio; y las aminas terciarias que tienen un grupo alcoholi

hilo graso superior y dos grupos de polioxietileno unidos al nitrógeno de las mismas. Desde luego, la referencia al texto mencionado y a Detergents and Emulsifiers 1969 Annual, por McCutcheon, indicará a un experto en la técnica otros diversos detergentes tensioactivos apropiados y constituyentes espumantes que pueden ser empleados en estas composiciones. Mezclas de los mismos pueden ser usadas para ajustar las propiedades para obtener el efecto más deseado. Sin embargo, al preparar tales mezclas será generalmente deseable evitar usar tanto los reactivos catiónicos como catiónicos juntos.

Los detergentes constituyen del 0,5 al 5% del dentífrico en la mayoría de los casos, a pesar de que en algunos casos pueden ser utilizadas proporciones ligeramente mayores de detergente. Raramente, sin embargo, será ésta mayor del 10%. En realizaciones preferidas de la invención, el contenido de detergente puede ser disminuido hasta alrededor del 1 al 3%. Los detergentes utilizados más preferidos son el laurilsulfato sódico o miristil- o palmitoil-sulfatos y N-lauroil- sarcosida sódica, o los correspondientes compuestos de miristóilo y palmitóilo. También son útiles las fórmulas en las cuales se emplean mezclas de estos dos tipos diferentes de materiales detergentes. Cuando se utilizan compuestos no iónicos, serán normalmente del 0,1 al 3% del producto,

preferiblemente de 0,5 a 2% del mismo. Los compuestos anfóteros y catiónicos pueden normalmente estar presentes en proporciones de menos del 2%, preferiblemente menos del 1%, pero generalmente se emplea más del 0,1%.

5 Los agentes abrillantadores son ingredientes particularmente importantes en los dentífricos, llevando a cabo una función limpiadora mecánica importante. Los agentes abrillantadores son usualmente materiales en polvo finamente dividido insoluble en agua de tamaños de  
10 partículas tales que pasan a través de un tamiz con una abertura de malla de 105 micras. Preferiblemente son de un tamaño de partícula de 1 a 40 micras, más preferiblemente de 2 a 20 micras siendo normal la distribución de los tamaños de partícula por encima del intervalo.

15 Entre los agentes abrillantadores que son útiles en la preparación de dentífricos pueden mencionarse el fosfato dicálcico, fosfato tricálcico, metafosfato sódico insoluble, sílice cristalina, sílice coloidal, aluminosilicatos complejos, hidróxido de aluminio (incluyendo trihidrato de alúmina), fosfato de magnesio, carbonato  
20 de magnesio, carbonato de calcio, pirofosfato de calcio, bentonita, talco, silicato de calcio, aluminato de calcio, óxido de aluminio, silicato de aluminio y xerogeles de sílice. En los casos de muchos de tales agentes abrillantadores iónicos pueden ser empleados los correspondientes  
25

a las sales de metal alcalino o de metal alcalinotérreo, respectivamente. La enumeración dada arriba de los agentes abrillantadores, y otras enumeraciones de otros constituyentes de la composición dentífrica que se dan en la presente memoria descriptiva no se ha de entender que son exhaustivas y por lo tanto, para otros materiales de estos tipos se debe hacer referencia a un libro de texto tipo tal como Cosmetics: Science and Technology, por Sagarin, segunda edición, 1963, publicada por Interscience Publishers, Inc. La mayoría de los agentes abrillantadores mencionados son los más útiles en la preparación de dentífricos opacos, pero algunos de ellos, tales como las sílices coloidales, especialmente los xerogeles de sílice y aluminosilicatos sódicos complejos, pueden ser utilizados en la fabricación de dentífricos de gel transparentes o claros debido a que sus índices de refracción se aproximan a los del resto de los constituyentes del dentífrico en un vehículo apropiado. Desde luego, los aspectos moteados originados por las motas regulares de esta invención son los más eficaces visualmente en un gel transparente o en otras preparaciones dentales transparentes, incluyendo enjuagues bucales transparentes de tipo gel y otros productos orales.

El contenido de agente abrillantador en el producto dentífrico final es variable, siendo generalmente

mayor para los geles dentales opacos que para los trans  
lúcidos o transparentes. Por ejemplo, en la fabricación  
de cremas dentales extruibles opacas que retienen su for  
ma y que son comercialmente aceptables habrá usualmente  
5 presente del 20 al 75% de un agente abrillantador, por  
ejemplo, fosfato dicálcico, pero en la fabricación de ge  
les dentales transparentes, que también retienen su for  
ma y son extruibles, el contenido de agente abrillantador  
es típicamente del 5 al 40%. Las proporciones preferidas  
10 de tales constituyentes son del 40 al 60% y 10 al 30%  
respectivamente. En el caso del agente abrillantador para  
productos opacos, una composición preferida incluye fos-  
fato dicálcico hidratado y fosfato dicálcico anhidro, es-  
tando el último presente hasta una cantidad del 5 al 20%  
15 del contenido total de fosfato dicálcico. Con respecto a  
los geles dentales transparentes o translúcidos, pueden  
usualmente emplearse, separadamente, ya sea complejo de  
aluminosilicato sódico o xerogel de sílice, a pesar de que  
mezclas de los mismos pueden tener ventajas especiales en  
20 algunos productos en los que las propiedades abrillanta  
doras deseadas pueden ser reguladas de esta manera. Se po-  
drá ver que los agentes abrillantadores utilizados de acuer  
do con la invención son óxidos, hidróxidos, sales o hidra-  
tos de metal, inorgánicos, normalmente insolubles en agua,  
25 pero pueden también ser empleados en substitución de los

5 mismos compuestos orgánicos insolubles en agua a pesar de que usualmente lo sean para solamente pequeñas proporciones del total del agente abrillantador. Por ejemplo, pueden ser utilizados poliacrilamidas, poliésteres de poli- (metacrilato de metilo y nilones de una dureza suficiente.

De los agentes abrillantadores insolubles en agua, la mayoría son compuestos químicos bien conocidos. Las sales complejas de aluminosilicato, que parecen contener sílice y alúmina interenlazadas, teniendo enlaces de Al-O-Si, están descritas por Tamele en "Chemistry of the Surface and the Activity of Aluminum-Silica Cracking Catalysts", apareciendo en Discussions of the Faraday Society, No. 8, páginas 270-279 (1950), particularmente en la página 273, Figura 1, Curva 3, y en el artículo por Milliken et al., titulado "The Chemical Characteristics and Structure of Cracking Catalysts", en "Discussions of Faraday Society", No. 8, 279-290 (1950), particularmente en el párrafo entre las páginas 284 y 285. Las sílices coloidales usadas son xerogeles de sílice. Típicamente, contienen hasta alrededor del 20% de agua, tienen un índice de refracción de 1,44 a 1,47 y tienen una densidad aparente al estado libre de alrededor de 0,07 a 0,12 g/cc y son de tamaños de partículas de 1 a 20 micras. Xerogeles apropiados han sido vendidos comercialmente bajo las marcas de fábrica Syloid 63 y Syloid 74.

Entre los componentes estéticos importantes de las composiciones dentífricas están los colorantes o agentes colorantes, incluyendo el blanco, el cual puede ser cualquier tinte o pigmento que sea fisiológicamente aceptable. Desde luego, si el aglutinante es de color o blancura deseados puede ser omitido un colorante. Usualmente se emplean colorantes sólidos para los dentífricos en una forma finamente dividida, por ejemplo, como partículas que tienen un tamaño promedio de partícula de menos de 2 micras y ventajosamente menos de 1 micra, no excediendo el tamaño máximo de partícula de 5 ó 10 micras. Los pigmentos inorgánicos que pueden ser usados como colorantes incluyen dióxido de titanio, fosfato tricálcico, carbonato cálcico, y sulfato cálcico y además, son útiles pigmentos coloreados por ejemplo, pigmentos de óxido de hierro, azul ultramar, ocre, carmín y ftalocianina. Entre los tintes orgánicos es particularmente ventajoso emplear los certificados para su uso en los alimentos, tales como el Índice de Color 75.120, 75.130, 69.800, 42.051, 75.470, 1.758, 14.720, 16.185, 15.985, 15.980, 75.300, 19.140 y 44.270. Son usualmente preferidos los tintes solubles en aceite. Las lacas metálicas de tales tintes son útiles como colorantes para los dentífricos. Otros tintes que pueden ser usados incluyen los tintes naturales tales como clorofila soluble en aceite (Índice de color 75.810) y caroteno (In-

dice de color 75.130). Agentes colorantes registrados típicos útiles para colorar dentífricos incluyen también el Pigmento Rojo 5 (Índice de color 15.490), Pigmosol Car-  
mín G, Pigmosol Verde GN, Pigmosol Azul B, Irgalite Car-  
mín FB, Viscofil Verde 2GL y Fenalac Azul B. Además de  
5 los colorantes sólidos anteriores, pueden también ser usa-  
dos colorantes líquidos tales como azulin. El pigmento  
debe ser dispersable en agua o el tinte soluble en aceite  
si se usa un aglutinante o base aceitoso, graso, parafí-  
nico o céreo, de manera que tengan su mayor efecto colo-  
10 rante.

Como se ha mencionado, el dentífrico puede ser un polvo pero es preferiblemente un gel o pasta. Los geles o pastas se preparan a manera de crema y son extrui-  
bles desde un tubo aplastable, tal como un tubo de alumi-  
nio, de plomo o de plástico, por la presencia de un vehí-  
culo que contiene un componente líquido, es decir, agua y  
el vehículo líquido orgánico dentífrico discutido arriba,  
y un componente sólido, es decir, uno o más agentes geli-  
ficantes tales como gomas naturales y sintéticas y mate-  
20 riales que semejan gomas, por ejemplo, Musgo Irlandés,  
tragacanto, carboximetilcelulosa de metal alcalino, hidro-  
ximetilcarboxietilcelulosa, polivinilpirrolidona, almidón,  
polímeros hidrófilos coloidales de carboxivinilo solubles  
25 en agua tales como los vendidos bajo la marca de fábrica

Carbopol 934 y 940, y aerogeles de sílice. La concentración de vehículo líquido orgánico en dentífricos extruibles varía desde alrededor de 10 a 90 por ciento en peso siendo una concentración de 10 a 55 por ciento en peso una con  
5 centración típica para el vehículo líquido orgánico en una pasta opaca y siendo una concentración de desde alrededor del 40 al 90 por ciento en peso una concentración típica para un vehículo líquido orgánico en un dentífrico de gel transparente. El contenido de agua del dentífrico de gel o de pasta, incluyendo el agua introducida con ve  
10 hículos orgánico alcohólicos u otros constituyentes, tal como los agentes tensioactivos, es a menudo mayor para las pastas opacas, geles o cremas que para los productos trans  
parentes. Por ejemplo, los contenidos de agua de las pastas opacas usualmente varían desde alrededor de 5 a 50% en peso mientras que los de los dentífricos de gel transparen  
15 tes son de desde alrededor de 0 a 30% en peso. La concentración del agente gelificante es usualmente de alrededor del 0,2 al 10% en peso del dentífrico, por ejemplo, 0,5%.

20 La presente invención incluye la realización de uno o varios de los componentes dentífricos funcionales y/o estéticos mencionados arriba en las motas, preferiblemente uno seleccionado del grupo que consiste en agentes contra las caries, agentes antimicrobianos, co  
25 lorantes, agentes tensioactivos, enzimas, astringentes,

aromas, edulcorantes, agentes abrillantadores ópticos y agentes pulidores.

En las motas separadas tales componentes pueden ser mantenidos en una forma más estable cuando son distribuidos a través de toda la preparación dental.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención pero no la limitan. Todas las partes, porcentajes y proporciones son en peso a no ser que se indique lo contrario y las temperaturas están en °C.

EJEMPLO 1

	<u>Partes</u>
Triesteurato de glicerilo	99,5
Clorofila soluble en aceite (Índice de color 75810)	0,5

El triesteurato de glicerilo se funde y se agita con la clorofila. La masa verde fundida resultante se calienta a alrededor de 80° y mezclada con 300 partes de agua desionizada la cual ha sido precalentada a 80°. La masa acuosa resultante se somete a una agitación con alta cizalla a alrededor de 80° en un mezclador de eje vertical que tiene una cuchilla mezcladora de gran diámetro durante 2 minutos a 300 r.p.m. hasta que la mezcla se vuelve homogénea. Los diámetros del mezclador y de la cuchilla son de alrededor de 50 cm y el mezclador es de 1 metro de alto, con un espesor de cuchilla de alrede-

dor de 2 cm a una altura de 40 cm por encima de la base. La mezcla se enfría a la temperatura ambiente por dilución con 600 partes de agua desionizada a 10°C. La agitación es discontinua y después de 5 minutos de reposo  
5 la dispersión acuosa de partículas verdes esféricas es filtrada para recuperar alrededor de un 90% de rendimiento de motas verdes caracterizadas por su tamaño uniforme y su forma esférica substancialmente uniforme. Las motas verdes húmedas se reservan para una distribución uni-  
10 forme en una pasta dentífrica oral a una concentración de alrededor de 0,5% (en peso), como se describirá en el Ejemplo 6 que se da más adelante. Son esferas con alrededor del 90% de las mismas de 0,4 a 0,6 mm de diámetro.

Cuando la proporción de clorofila es dismi-  
15 nuída a tan poco como 0,05% la coloración decididamente verde aún se nota. Usualmente no serán empleadas concentraciones de más del 5% ya que tienden a hacer que las motas parezcan negras a concentraciones tan altas. La separación del medio acuoso puede hacerse también por cen-  
20 trifugación, reposo y decantación o simple tamizado. Subsiguientemente las partículas pueden ser secadas por un chorro o corriente de aire. Si no se secan, pueden ser añadidas a un producto dental junto con el medio empleado, el cual es un componente dentífrico.

25

EJEMPLO 2

<u>Parte A</u>	<u>Partes</u>
Triestearato de glicerilo	99
Caroteno (Indice de color 75.130)	1

5                    Se repite el procedimiento del Ejemplo  
1 substancialmente como se ha descrito excepto que se  
usa Caroteno en lugar de clorofila, las motas sólidas  
no son recuperadas se la dispersión acuosa del produc-  
to enfriada, y el mezclador descrito se mantiene pues-  
10 to a la misma velocidad durante un minuto a 300 r.p.m.,  
proporcionando una agitación con alta cizalla correspon-  
diendo a una energía en caballos de vapor por kg que va-  
ría según se ha descrito previamente. Las motas amari-  
llas resultantes de la dispersión acuosa están caracte-  
15 rizadas por una forma redondeada substancialmente unifor-  
me. Más del 90% de las motas son de un tamaño substan-  
cialmente uniforme de 0,45 mm  $\pm$  33%, de diámetro efecti-  
vo.

Parte B

20                    Se repite el procedimiento de la Parte A  
dada arriba, empleando la posición de alta velocidad del  
mezclador, proporcionando una agitación con alta cizalla  
durante 3 minutos a 300 r.p.m. a la misma viscosidad co-  
mo en la Parte A. La dispersión acuosa resultante de mo-  
25 tas amarillas atractivas es de una forma esférica substan

cialmente uniforme y de un tamaño substancialmente uniforme de  $0,54 \text{ mm} \pm 47\%$ .

Cuando se usa el mismo mezclador u otro equivalente con alta cizalla para producir la agitación con alta cizalla a velocidades de cuchilla de alrededor de 5 a 100 metros por segundo, se preparan buenas dispersiones y se producen partículas globulares. Este es también el caso cuando la temperatura se varía de  $50^{\circ}\text{C}$ . a  $90^{\circ}\text{C}$ . pero preferiblemente se mantiene en el margen de  $60$  a  $80^{\circ}\text{C}$ . para fundir y dispersar el aglutinante. El consumo de caballos de vapor por kg puede ser de  $0,002$  a  $0,2$ .

Los siguientes ejemplos, 3 y 4, ilustran la preparación de motas que contienen tanto componentes dentífricos estéticos como funcionales.

EJEMPLO 3

	<u>Partes</u>
Triestearato de glicerilo	79
Silicato de zirconio	20
Clorofila (como en el Ejemplo 1)	1

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 substancialmente como se ha descrito para producir una dispersión acuosa de motas sólidas a partir de los ingredientes dados arriba. Las partículas verdes resultantes que contiene tanto un componente dentífrico estético, colorante de clorofila, como un agente dentífrico funcional,

un agente abrillantador de silicato de zirconio, están  
caracterizadas por una uniformidad substancial en su ta  
maño, alrededor de 0,8 mm de diámetro y forma esférica.  
Productos similares resultan cuando se emplean ceras de  
5 parafina, polietileno, tripalmitato de glicerilo, dieste  
tearato de etilenglicol, diestearato de glicerilo, nilo  
nes o poli(cloruro de vinilo), siendo el calentamiento  
a 200°C., por encima del punto de fusión del mismo y por  
debajo del punto de ebullición del medio dispersante em-  
10 pleado, con enfriamiento rápido, de 5 a 60 segundos, a  
una temperatura por debajo del punto de solidificación.

EJEMPLO 4

	<u>Partes</u>
Triestearato de glicerilo	79
15 Mentol	20
Clorofila (como en el Ejemplo 1)	1

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1  
para preparar una dispersión acuosa de motas sólidas de  
los materiales enumerados arriba. Las partículas verdes  
20 dispersadas resultantes, las cuales contienen dos compo  
nentes dentífricos estéticos diferentes, están caracte  
rizadas por una uniformidad substancial en su tamaño y for  
ma esférica.

### EJEMPLO 5

	<u>Partes</u>
Poli <del>et</del> ileno (punto de reblan- decimiento 130º)	99,6
Clorofila (como en el Ejemplo 1)	0,4

5                                    En un recipiente equipado con un mezclador  
Lightnin se funde el polietileno se calienta a 140ºC. y  
se mezcla con la clorofila. El polietileno caliente, co-  
loreado, se mezcla con 300 partes de glicerina, que ha  
sido precalentada a 140ºC. La mezcla resultante se some-  
10                                   te a una agitación con alta cizalla como en el Ejemplo 1  
para obtener una dispersión homogénea del polietileno  
fundido, coloreado, en forma de gotas o globular; en la  
glicerina. La dispersión caliente se enfría a la tempe-  
ratura ambiente bajo una agitación con alta cizalla me-  
15                                   diante la adición de 1.000 partes de glicerina a 10º,  
utilizando además medios de enfriamiento (una camisa de  
agua refrigerante sobre el recipiente. Cuando se comple-  
ta el enfriado a 30ºC. la agitación se para y la disper-  
sión se deja reposar durante 10 minutos y se decantan de  
20                                   la dispersión 1.000 partes de glicerina. La dispersión  
de glicerina resultante, concentrada, de motas coloreaa-  
das de polietileno se mezcla con un gel dental oral para  
proporcionar un dentífrico uniformemente moteado con mo-  
tas verdes, en el que las motas están caracterizadas por  
25                                   su tamaño y forma esférica substancialmente uniformes, de

alrededor de 0,5 mm de diámetro  $\pm$  20%. En otras operaciones los diámetros se hacen variar selectivamente de 0,1 a 0,8 mm por medio de modificaciones de la temperatura y condiciones de cizalla en la agitación. También, las motas son incluidas en lavados bucales de gel, así como en composiciones para la limpieza de los dientes en forma de gel convencional y en algunos casos, la base de gel es ligeramente colorada con el mismo o diferente colorante a una concentración más baja, por ejemplo, 0,001 a 0,02%.

Algunos dentífricos transparentes en los que se incorporan las motas son los de la patente de los EE.UU. 3.711.604, Ejemplos 5-11.

EJEMPLO 6

		<u>Partes</u>
15	Glicerina (99,5%)	19,8
	Carboximetilcelulosa sódica	8,5
	Sacarina sódica	0,2
	Benzoato sódico	0,5
	Pirofosfato tetrasódico	0,3
20	Agua	19,9
	Fosfato de magnesio	0,2
	Carbonato cálcico	5,0
	Dihidrato de fosfato dicálcico	46,3
	N-lauroil-sarcosinato sódico	5,7
25	Aroma de menta	0,8
	Triestearato de glicerilo	0,5
	Clorofila (como en el Ejemplo 1)	0,003

El producto con motas verdes preparado a partir de clorofila y el agente dispersante de triesterato de glicerilo en la forma del Ejemplo 1, se distribuye uniformemente a una concentración de 0,5 por ciento en peso en el resto del producto, un dentífrico opaco, de acuerdo con una técnica convencional de mezclado, para proporcionar una pasta atractiva, opaca, con motas verdes, de la composición dada arriba. También se preparan dentífricos correspondientes visualmente transparentes.

A pesar de que la pasta es opaca, las motas son visibles, especialmente en las porciones exteriores de la cinta extruída. El producto limpia los dientes bien y tiene un aroma refrescante al aliento, siendo además de un aspecto distintivo y atractivo. En otras variaciones de la fórmula las muestras contienen otros colorantes, incluyendo tintes y pigmentos orgánicos y pigmentos inorgánicos los cuales son dispersables en aceite. Se incluyen también en las motas coadyuvantes adicionales tales como germicidas, por ejemplo, hexaclo-rofeno; agentes abrillantadores, por ejemplo, carbonato cálcico; agentes tensioactivos, por ejemplo, N-lauroil-sarcosida sódica; gomas, por ejemplo, carboximetilcelulosa sódica; y oxidantes, por ejemplo, perborato sódico, hasta una cantidad de alrededor de 0,1 a 2% de cada uno.

Tienen también estabilidades mejoradas y actividades no  
tables en el uso. Los dentífricos transparentes son tam  
bién mejorados de esta manera.

La presente solicitud que corresponde a  
5 la presentada en Italia, el 16 de Noviembre de 1973, ba  
jo el N2 53749A/73, se acoge a los beneficios del Artí-  
culo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

#### REIVINDICACIONES

15 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:

1a.- Un procedimiento mejorado para  
hacer motas de dentífrico de un tamaño y forma substan-  
20 cialmente uniformes, que comprende las etapas de:  
1) someter a una agitación con alta cizalla una mezcla  
que contiene alrededor del 1 al 40% en peso de un mate-  
rial formador de motas que comprende alrededor del 70 al  
100 por ciento en peso de un aglutinante de dentífrico  
25 orgánico y de 0 a alrededor del 30 por ciento en peso de

un componente o componentes dentífricos funcionales y/o  
estéticos y alrededor del 60 al 99% en peso de un medio  
dispersante que tiene un punto normal de ebullición que  
es por lo menos alrededor de 100C. por encima del punto  
5 de solidificación de dicho aglutinante pero que está por  
debajo del punto normal de ebullición de dicho aglutinan  
te y el cual tiene un punto de solidificación de por lo  
menos alrededor de 200C. por debajo del punto de solidi-  
ficación del aglutinante siendo dicho aglutinante substan  
10 cialmente insoluble en el medio dispersante, el cual es-  
tá en estado líquido, siendo aplicada la agitación a una  
temperatura que se mantiene de forma que esté por encima  
del punto de solidificación del aglutinante pero la cual  
está por debajo del punto normal de ebullición del medio  
15 dispersante, de manera que se obtenga una dispersión ho-  
mogénea de un material formador de motas substancialmen-  
te fundido en un medio líquido dispersante, y 2) enfriar  
dicha dispersión bajo una agitación con alta cizalla a  
una temperatura que se mantiene de forma que esté por de  
20 bajo del punto de solidificación de dicho aglutinante, a  
cuya temperatura el medio dispersante no se solidifica,  
para obtener motas sólidas de dentífrico que teniendo ta  
maño y forma substancialmente uniformes en el margen de  
alrededor de 0,05 a 1 mm de diámetro efectivo, dispersa-  
25 das homogéneamente en dicho medio dispersante.

2a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1a en el que la mezcla se somete a una agitación con alta cizalla y contiene alrededor del 5 al 35% de un material formador de motas y 65 al 95% de un medio dispersante, el cual es agua o un vehículo de dentífrico líquido, dicho material formador de motas y dicho medio dispersante, con anterioridad a o durante el mezclado, son cada uno calentados a alrededor de la temperatura a la cual se aplica una agitación con alta cizalla, y la temperatura a la cual se enfría la dispersión es por lo menos de alrededor de 20°C. por debajo del punto de solidificación del aglutinante.

3a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1a y 2a en el que el material formador de motas contiene alrededor de 0,01 al 25% de un componente o componentes de dentífrico funcionales y/o estéticos, la temperatura de solidificación del aglutinante es de por lo menos alrededor de 40°C., el punto normal de ebullición del aglutinante está por encima de la temperatura de dispersión, el medio dispersante es un líquido a la temperatura ambiente, el punto normal de ebullición del medio dispersante está por debajo de alrededor de 30°C., la temperatura a la cual se efectúa la dispersión está entre alrededor de 50°C. y 100°C. y la temperatura a la cual se enfría la dispersión caliente es

alrededor de la temperatura ambiente.

4a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1a - 3a en el cual la mezcla que se dispersa contiene alrededor del 10 al 25% de un material formador de motas y alrededor del 75 al 90% de un medio dispersante, el componente de dentífrico funcional y/o estético es un agente contra las caries, un agente antimicrobica, un agente tensioactivo, un colorante, una enzima, un astringente, un aroma, un edulcorante, un agente abrillantador óptico o un agente pulidor o mezclas de los mismos, cuyo componente o componentes es tá(n) presentes en una concentración de 0,01 al 25% basado en el peso del material formador de motas, el aglutinante es un diéster de etilenglicol ó di- ó triéster de glicerilo de un ácido graso saturado de 10 a 22 átomos de carbono, el medio dispersante es agua, la temperatura elevada a la cual se efectúa la dispersión está por debajo de 100°C. y las motas sólidas son separadas del medio dispersante.

5a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1a - 4a en el cual el material formador de motas contiene alrededor de 0,01 a 10% de colorante, el aglutinante es triestearato de glicerilo y la temperatura elevada a la cual se efectúa la dispersión es de alrededor de 80°C.

5 6a.- Un procedimiento de acuerdo con cual  
quiera de las reivindicaciones 1a - 5a en el cual está  
presente en el material formador de motas un colorante,  
a una concentración de alrededor del 1% basado en el pe-  
so del mismo.

7a.- Un procedimiento de acuerdo con cual  
quiera de las reivindicaciones 1a - 6a en el cual está  
presente un colorante que es clorofila soluble en aceite.

10 8a.- Un procedimiento de acuerdo con cual  
quiera de las reivindicaciones 1a - 7a en el que el mate-  
rial formador de motas contiene alrededor del 20% de un  
silicato de zirconio en calidad de agente abrillantador.

15 9a.- Un procedimiento de acuerdo con cual  
quiera de las reivindicaciones 1a - 8a en el cual el ma-  
terial formador de motas contiene alrededor del 20% de  
mentol como un agente saporífero.

10a.- " UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA  
HACER NOTAS DE DENTIFRICO "

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

Esta Memoria consta de cuarenta y cuatro ho-  
jas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A.

14 ABR. 1975

Fernando de Castro  
Por Poder