

15 ENE. 1976

P.- 61.921

443440

Int. Cl.: AG1K

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 PARA PREPARAR UNA PASTA DE
DIENTES ACUOSA"

19-12-75

- 1 -

Esta invención se refiere a dentífricos, particularmente a pastas para dientes.

5 Ciertos aspectos de la invención se refieren a formulaciones de pasta para dientes, que contienen trihidratos de alfa-alúmina, obtenidos por el método Bayer, molidos y altamente alcalinos. Se encuentra que tales formulaciones de pasta para dientes, cuando se envasan en tubos de aluminio sin barnizar, reaccionan con las paredes de aluminio del tubo, para formar gas durante su almacenamiento, incluso cuando el pH de la pasta de dientes sea 10 substancialmente neutro, por ejemplo de 7,1. Se ha encontrado ahora que tal reacción con las paredes de aluminio del tubo, se puede evitar simplemente ajustando el pH de la pasta de dientes, antes de su almacenamiento, hasta un valor comprendido en el margen de aproximadamente 15 5,4 a 6,6 o 6,7, preferiblemente de aproximadamente 5,4 a 6,1 ó 6,2. El pH puede ajustarse por medio de un ácido carbónico orgánico, tal como ácido benzoico, cítrico, tartárico, málico, acético, propiónico u otro material ácido 20 adecuado (por ejemplo, no tóxico), tal como bisulfato sodico, fluoruro de aluminio, sulfato de aluminio o sulfato de cinc.

25 El trihidrato de alfa-alúmina, obtenido por el método Bayer, molido y altamente alcalino, es uno que en una suspensión al 10% en agua desionizada, da un pH supe-

5 rior a 8,5 aproximadamente (tal como de aproximadamen-
te 8,8 o más). Cuando se usa en la formulación A de
pasta para dientes, expuesta seguidamente, éste puede
proporcionar una pasta para dientes que tiene un pH
10 inicial (antes de su almacenamiento) de aproximadamen-
te 6,9 por lo menos. A tal pH o superior (por ejemplo
un pH inicial de 7,1 o 7,3) la pasta de dientes resul-
tante, cuando se envasa en un tubo de aluminio sin re-
vestir interiormente, produce una visible formación de
gas, acompañada por un hinchamiento del tubo por al-
macenamiento a 38°C durante 3 meses.

Formulación A de pasta para dientes.

	Trihidrato de alfa-alúmina molido	55%
	Solución acuosa al 70% de sorbita	27%
15	Carboximetilcelulosa sódica	0,8%
	Laurilsulfato sódico	1,5%
	Dióxido de titanio	0,5%
	Sacarina	0,2%
	Acido benzoico	0,15%
20	Aromatizante	1,0%
	Agua	el resto

Todas las proporciones en esta memoria son en peso, a menos que se indique de otro modo.

25 La formulación precedente se puede preparar
de una manera convencional, mezclando el humectante

(sorbita), el agente de gelificación (carboximetilcelu-
losa sódica de calidad para dentífrico) y agua, añadien-
do sacarina, ácido benzoico y aromatizante y, seguida-
mente, añadiendo el abrasivo (trihidrato de alfa-alúmi-
5 na), incluyendo el blanqueador de dióxido de titanio fi-
namente dividido, eliminando el aire, y mezclándole el
detergente (laurilsulfato sódico). Por lo tanto, se
puede preparar una mezcla previa de la carboximetil-
celulosa sódica, ácido benzoico, dióxido de titanio y
10 sacarina, añadirla seguidamente a la sorbita acuosa,
con agitación, mezclar a fondo con fuerte agitación du-
rante 15 minutos, después de lo cual se añade el agua y
se continúa el mezclado durante otros 15 minutos o más,
hasta que se obtiene una dispersión uniforme y exenta
15 de grumos; la mezcla resultante se coloca en un reci-
piente de mezclado a vacío, y el trihidrato de alúmina
se introduce en la mezcla bajo vacío, mientras se mez-
cla lentamente y, seguidamente, se aumenta el grado de
vacío y se realiza un mezclado a alta velocidad bajo el
20 alto vacío, durante 30 minutos, después de lo cual se
interrumpe el vacío, se añade el laurilsulfato sódico
en solución en agua, se restablece el alto vacío y se
continúa el mezclado durante otros 10 minutos; seguida-
mente, se emplea para la incorporación del aromatizante,
25 el mismo procedimiento utilizado para la adición y mezcla

do del laurilsulfato sódico.

Los trihidratos de alfa alúmina alcalinos que provocan la corrosión a un pH neutro, se describen, por ejemplo, en la página 1 de la patente alemana 2.509.399 publicada el 11 de Septiembre de 1975.

Un material obtenido por el método Bayer, molido, altamente alcalino, particular, es el material producido por Baco (British Aluminium Company) y vendido bajo la designación AF 260. Una muestra típica de este material mostraba un pH de aproximadamente 9,5, cuando se dispersó en agua en una concentración del 20%. Cuando una muestra típica de este material se incorporó a la formulación A de pasta para dientes anteriormente mencionada, pero sin el 0,15% de ácido benzoico, se encontró que el pH inicial de la formulación era de aproximadamente 8,1. Cuando este mismo material se incorporó en esta formulación A de pasta para dientes, que contenía el 0,15% de ácido benzoico, el pH inicial de la formulación era de aproximadamente 7,3; por almacenamiento durante 3 meses a 43°C, tuvo lugar una considerable formación de gases. Cuando la cantidad total de ácido benzoico en la formulación se aumentó hasta 0,26%, el pH inicial de la formulación era de aproximadamente 6,3; por almacenamiento durante 3 meses a 43°C, no se observó ninguna formación de gases.

El trihidrato de alfa-alúmina molido, altamente alcalino, tiene generalmente un tamaño de partícula medio comprendido en el margen de aproximadamente 2 y aproximadamente 15 micras. Típicamente, éste tiene una proporción relativamente grande (tal como del 40% o del 50% o más) de partículas menores de 7,5 micras y puede tener un bajo contenido de finos, tal como no más del 20% en peso de partículas menores de 3 micras. Por lo tanto, una muestra del Baco AF260 tiene la siguiente distribución de tamaños de partícula aproximada, típica, (medida por medio del contador Coulter): 20% más finas de 5 micras. 40% más finas de 7,5 micras, 58% más finas de 10 micras, 82% más finas de 15 micras, 91% más finas de 20 micras, con un tamaño de partícula medio de 8 micras y, como máximo, el 0,1% retenido en un tamiz BSS 350 (45 micras). Un análisis químico típico del material Baco AF 260 es : $65,5 \pm 0,5\%$ Al_2O_3 , $34,5 \pm 0,5\%$ de pérdidas por combustión a $1.150 \pm C$, 50 ppm como máximo de metales pesados calculados como plomo, 5 ppm como máximo de plomo, 1 ppm como máximo de arsénico, 0,35% de Na_2O .

Para medir el pH de una suspensión de trihidrato de alfa-alúmina molido, la mezcla del sólido y del agua desionizada se agita durante 5 minutos y, seguidamente, se introduce un medidor de pH convencional, mientras se continúa la agitación para mantener una suspensión

substancialmente uniforme. El instrumento de medida puede ser, por ejemplo, un electrodo de pH de combinación 1150 modelo ELL conectado a un medidor de pH/mV numérico Orion modelo 801; este puede ser empleado, también, para medir los valores de pH de las pastas para dientes.

5

Otro aspecto de la invención se refiere a formulaciones de pastas para dientes que contienen el trihidrato de alfa-alúmina molido, altamente alcalino, mezclado con fluoruro sódico. Se encuentra que dicha inclusión de fluoruro sódico en la pasta para dientes da como resultado una reacción química que aumenta el pH. Por ejemplo, cuando se incorporó 0,24% en peso de fluoruro sódico a una pasta para dientes que contenía 0,2% de ácido benzoico (ordinariamente suficiente para dar un pH de la pasta de dientes inferior a 7 aproximadamente, como se ha indicado anteriormente) el pH de la pasta para dientes resultó ser de aproximadamente 8,2. La adición de más ácido benzoico (por ejemplo hasta aumentar el contenido de ácido benzoico a 0,50% para dar un pH de 6,20) no superó la tendencia a reaccionar con las paredes del tubo; durante el almacenamiento se produjo una considerable formación de gases, como se ha descrito anteriormente. Sin embargo, se encuentra que cuando se suministra el contenido de

10

15

20

25

fluoruro mediante una mezcla de monofluorofosfato sódico ("MFP") y fluoruro sódico, en una proporción molar de MFP : NaF superior a 1:1, se inhibe la tendencia a la reacción. La proporción molar de MFP : NaF es, preferiblemente, de por lo menos aproximadamente 1,5 : 1 e inferior a aproximadamente 10 : 1, tal como de aproximadamente 2 : 1, 3 : 1, 4:1, 5:1, 6:1, 7:1, 8:1 ó 9:1. La proporción total de fluoruro soluble (por ejemplo, MFP calculado como F más NaF calculado como F) añadida a la pasta de dientes es, preferiblemente, no mayor de aproximadamente 1.500 ppm y de por lo menos aproximadamente 500 ppm, lo más preferiblemente en el margen de aproximadamente 800 a 1.100 ppm, por ejemplo de aproximadamente 1.000 ppm.

Se encuentra, también, inesperadamente que en estas formulaciones de MFP-NaF, el uso del trihidrato de alfa-alúmina molido, altamente alcalino, da como resultado una retención del fluoruro soluble, mayor que cuando se emplea trihidrato de alfa-alúmina molido, menos alcalino, para el mismo pH inicial de la pasta para dientes.

Además, el uso de tales formulaciones permite reducir substancialmente la solubilidad del esmalte dental, particularmente en comparación con una formulación que contiene fluoruro complejo (por ejemplo

MFP como única fuente de fluoruro). Por lo tanto, la solubilidad del esmalte se reduce en comparación con la situación en la que el MFP es la única fuente de fluoruro; al tiempo que se evita la formación de gases que normalmente tiene lugar en las formulaciones que contienen fluoruro de metal alcalino como única fuente de fluoruro. Los siguientes ejemplos ilustran el uso de mezclas de MFP y de NaF.

EJEMPLO 1

Se prepara una formulación de pasta para dientes, de una manera convencional, mezclando los siguientes ingredientes: glicerina 20,2%; carboximetilcelulosa sódica 1,1%, sacarina 0,2%, ácido benzoico 0,29%, Baco AF 260 51, 5%, dióxido de titanio 0,5%, monofluorofosfato sódico (una calidad técnica que contiene aproximadamente 94% de monofluorofosfato sódico, junto con productos de hidrólisis del mismo, tal como NaF, fosfatos, etc.) 0,82%. (aproximadamente 1.000 ppm de F); fluoruro sódico 0,12% (aproximadamente 500 ppm de F); laurilsulfato sódico 1,5%, aromatizante 0,8%, el resto de agua. El pH inicial de la pasta para dientes es de 6,7. Por almacenamiento en tubos de aluminio sin revestir interiormente, durante 3 meses a 43°C, ésta muestra una retención del fluoruro muy buena y los tubos no se hinchan.

EJEMPLOS 2 a 6.

Se repite el Ejemplo 1, a excepción de que las proporciones de MFP, NaF y ácido benzoico, y del pH inicial, son las siguientes:

	MFP	NaF	Propor-	pH ini	Acido ben-	
	<u>ppm F</u>	<u>ppm F</u>	<u>ción molar</u>	<u>cial</u>	<u>zoico, %</u>	
5	Ejemplo 2	900	100	9:1	6,7	0,250
	Ejemplo 3	800	200	4:1	6,3	0,313
	Ejemplo 4	700	300	2,33:1	6,5	0,317
10	Ejemplo 5	600	400	1,5:1	6,3	0,380
	Ejemplo 6	0	1000	0	6,2	0,50

En cada uno de los Ejemplos 2 a 5, el almacenamiento (como en el Ejemplo 1) no da como resultado la formación de gas, y el contenido de fluoruro soluble después de dicho almacenamiento, se mide en más de 700 ppm. En el ejemplo 6 de comparación, se produce una intensa formación de gases en los tubos durante dicho almacenamiento, y el contenido de fluoruro soluble medido es notablemente inferior.

De lo que antecede se observará que el uso de fluoruro sódico en la pasta para dientes que contiene trihidrato de alfa alúmina de elevada alcalinidad, tiende a causar el ataque de los tubos de aluminio sin revestir interiormente, aún cuando el pH inicial de la pasta para dientes sea tal que el ataque quedaría inhibido en ausen-

5 cia del fluoruro sódico. Cuando la proporción de fluoruro
sódico es tal que proporciona aproximadamente 500 ppm
de F (como en el Ejemplo 1), pero la proporción de MFP
es inferior a la del ejemplo 1 (es decir, una proporción
10 tal como para proporcionar aproximadamente 500 ppm de F,
en lugar de las 1000 ppm de F del Ejemplo 1) los resul-
tados han estado en el límite; por lo tanto, en dos
experimentos (utilizando la misma formulación, a excep-
ción de lo que se indica seguidamente), en los cuales
15 la proporción molar era de 1:1, utilizando específica-
mente cantidades de MFP y de NaF que proporcionan cada
una de ellas 500 ppm de F (para un total de 1.000 ppm
de F como en los ejemplos 2 a 6), no se observó ninguna
formación de gases cuando la cantidad de ácido benzoico
era de 0,40% y el pH inicial era de 6,6, mientras que
se observó una intensa formación de gases (bajo las mis-
mas condiciones de almacenamiento de 3 meses a 43°C)
cuando la cantidad de ácido benzoico era de 0,33% y el
pH inicial era de 6,4.

20 Como un aspecto adicional de esta invención
se ha encontrado, bastante inesperadamente, que cuando
la pasta para dientes contiene un detergente que com-
prende un ácido carboxílico que tiene una cadena de hi-
drocarburo alifático larga unida al carboxilo a través
25 de un enlace amida, en lugar del detergente sulfoxi, el

ataque del tubo de aluminio sin revestir interiormente queda inhibido, aún cuando se utilice fluoruro sódico como única fuente de fluoruro y esté presente en cantidades relativamente grandes. El uso de este detergente se ilustra en los ejemplos 7 a 10 siguientes.

EJEMPLOS 7 a 10.

Se repite el Ejemplo 1, a excepción de que el 1,5% de laurilsulfato sódico se reemplaza por 2% de N-lauroilsarcosinato sódico, y las proporciones de MFP, NaF y ácido benzoico, y el pH inicial, son los siguientes:

	MFP	NaF	pH inicial	Acido
	<u>ppm F</u>	<u>ppm F</u>	<u> </u>	<u>benzoico %</u>
Ejemplo 7	500	500	6,5	0,40
15 Ejemplo 8	0	1000	6,8	0,50
Ejemplo 9	1000	500	-	0,33
Ejemplo 10	0	1500	6,3	0,80

En cada uno de los Ejemplos 7 a 10, el almacenamiento (como en el Ejemplo 1) no da como resultado la formación de gases, y las medidas de fluoruro soluble después de dicho almacenamiento, indican una buena retención del fluoruro.

Se encuentra también que el uso del detergente que es un ácido graso interrumpido por un enlace amida, en lugar del detergente sulfoxi, tiene también un efecto be-

neficioso cuando el trihidrato de alfa alúmina es de un tipo menos alcalino. Un ejemplo de tal material es el Alcoa C-333, un producto de la Alcoa (Aluminium Company of America). Sus especificaciones indican que su tamaño de partícula medio es de aproximadamente 6,5 a 8,5 micras y, mediante análisis hidrométrico, del 94 al 99% es inferior a 30 micras, del 85 a 93% es inferior a 20 micras, del 56 al 67% es inferior a 10 micras, y del 28 al 40% es inferior a 5 micras. Otras propiedades típicas dadas por el fabricante, son : Al_2O_3 65,0 % (64,5% como mínimo), SiO_2 0,01% (0,02 % como máximo), Fe_2O_3 0,005 % (0,005% como máximo), Na_2O 0,15% (0,25 % como máximo), Na_2O soluble (por métodos de ensayo Alcoa normalizados) 0,02% (0,04 % como máximo), humedad (110°C) 0,4 % (0,70% como máximo), densidad aparente (suelto) 0,7 g/cm³, densidad aparente (envasado) 1,2 g/cm³, peso específico 2,42, análisis granulométrico 99% a través del tamiz de abertura de malla 0,044 mm (98% mínimo). Su pH medido en una suspensión al 20% en agua desionizada es, generalmente, de aproximadamente 8,5 o menos. Cuando este material se emplea en la formulación A de pastas para dientes, indicada anteriormente, proporciona típicamente una pasta para dientes que tiene un pH inicial muy inferior a 6,7, tal como de aproximadamente 6,2. Los ejemplos 11 a 14 siguientes se refieren a es-

te aspecto de la invención.

EJEMPLOS 11 a 14

5 Se repite el Ejemplo 1, a excepción de que el 51,5% de Baco AF 260 y el 0,5% de dióxido de titanio, se reemplazan por 52% de Alcoa C-333, el 1,5% de lauril sulfato sódico se reemplaza (en los ejemplos 11 y 12) por 2% de N-lauroilsarcosinato sódico, y las proporciones de MFP, NaF y ácido benzoico, y el pH inicial son las siguientes:

10		MFP ppm F	NaF ppm F	pH ini- cial	Acido ben- zoico %
	Ejemplo 11	0	1500	6,3	0,833
	Ejemplo 12	500	500	6,8	0,40
	Ejemplo 13				
15	(laurilsulfato sódico)	0	1000	6,4	0,50
	Ejemplo 14				
	(laurilsulfato sódico)	0	1000	6,5	0,63

20 El almacenamiento (como en el Ejemplo 1) no da como resultado la formación de gases para los Ejemplos 11 y 12 (que contiene la N-lauroilsarcosina), pero da como resultado una intensa formación de gases para los ejemplos 13 y 14.

25 En relación con la retención del fluoruro

durante dicho almacenamiento, ésta es significativamente mejor cuando se utiliza la calidad más alcalina (de los Ejemplos 1 a 10), que cuando se emplea la calidad menos alcalina (de los Ejemplos 11 a 14).

5 En estos ejemplos se incluyen los compuestos de fluoruro, en forma de polvos secos, en la mezcla previa (con ácido benzoico) como se ha mencionado anteriormente. Estos pueden añadirse de otras maneras, como en la solución acuosa del detergente, que se incorpora des-
10 pués de que se ha añadido el trihidrato de alúmina.

 Se observará que el trihidrato de Baco, que parece ser algo menos reactivo con el fluoruro, tiene un contenido de finos más bajo que el trihidrato de Alcoa y, por lo tanto, puede tener un área superficial
15 menor para la reacción.

 El fabricante de BACO AF-260 ha avisado que su superficie específica (según se mide por extinción de luz) es muy inferior a 1,5 m²/g. específicamente
alrededor de 1,0 m²/g, por ejemplo 1,1 m²/g.

20 El fabricante de ALCOA C-333 ha avisado que su superficie específica (según se mide por adsorción con nitrógeno por el método BET) es alrededor de 2-25 m²/g. El método de extinción de luz para medir superficies específicas se describe en las páginas 10-12 de
25 la publicación "The Physical Examination of Alumina"

publicada por B.A. Chemicals Ltd. de Londres, que enseña que el método se correlaciona bien con otros procedimientos.

5 Otro aspecto de la invención se refiere al trihidrato de alfa-alúmina molido, que ha sido modificado durante su producción.

Una manera convencional de producir trihidrato de alfa-alúmina (al que se hace referencia aquí para simplificar, como "trihidrato"), es mediante el método Bayer. 10 En este método el trihidrato se precipita desde una solución de aluminato sódico. Véase Encyclopedia of Chemical Technology, Kirk-Othmer, 2ª edición, volumen 1, página 937 a 941 y volumen 2, páginas 41 a 45, 50 a 51. El trihidrato se precipita en forma de gránulos o de aglomerados, que son demasiado grandes para uso general como 15 abrasivo para dentífrico, por ejemplo de un diámetro de aproximadamente 40 a 100 micras. Por lo tanto, los gránulos o aglomerados, después del secado (algunas veces después de lavado con agua y secado) se muelen hasta 20 un tamaño de partícula adecuado, por ejemplo hasta un diámetro de partícula medio comprendido en el margen de aproximadamente 2 a 20 micras, tal como de aproximadamente 5 a 10 micras de diámetro.

25 Los gránulos sin moler y lavados muestran, generalmente, una reacción alcalina cuando se ponen en

suspensión en agua. Por ejemplo, dependiendo del grado de lavado antes del secado, el pH de una suspensión de trihidrato al 10 ó 20% en peso, a la temperatura ambiente, puede estar comprendido en el margen de aproximadamente 7,5 a 8,5, 9 ó 9,5.

5

El pH se puede medir con un medidor de pH/mv, numérico, modelo 801 de Orion, el cual está provisto de una combinación de electrodo de pH y de referencia ELL modelo 1150. El instrumento se calibra primeramente a la temperatura ambiente, colocando el electrodo en 50 ml de solución tampón para pH, en un vaso de 100 ml, y ajustando el control de calibrado hasta que la lectura del instrumento corresponde al pH del tampón. El electrodo se retira seguidamente, se lava con agua desionizada, y se introduce en 125 g de una suspensión preparada al 20% de la muestra de trihidrato en agua desionizada, en un vaso de 250 ml, y se toma su lectura de pH.

10

15

Por la molienda, la alcalinidad así medida, aumenta, y el pH medido (como anteriormente) del material molido y sin lavar, es generalmente superior a aproximadamente 8. Por ejemplo, por la molienda puede variar el pH de la manera siguiente: 7,5 (antes de la molienda) a 8,8 (después de la molienda); 8,8 (antes) a 9,2 (después).

20

De acuerdo con un aspecto de la invención, un dentífrico comprende un medio o vehículo acuoso y, como

25

abrasivo, trihidrato molido preparado por el método Bayer, habiendo sido efectuada la molienda en presencia de un agente modificador de la superficie.

5 Se cree que mediante la molienda del trihidrato en presencia de un agente modificador de la superficie, las inclusiones de álcali expuestas por fractura de los gránulos de trihidrato durante la molienda, o los puntos altamente activos producidos por la fractura durante la molienda, pueden llevarse a un íntimo contacto con el agente modificador de la superficie y, de este modo, ser neutralizados o inactivados.

La invención reduce el riesgo de corrosión localizada en el dentífrico durante el almacenamiento.

15 La cantidad requerida de agente modificador de la superficie estará, generalmente, dentro del margen de aproximadamente 0,01 a 2%, tal como de aproximadamente 0,1% ó 0,5% en peso, con relación al peso del trihidrato.

20 Los agentes modificadores de la superficie pueden actuar desactivando los puntos reactivos del trihidrato y/o formando por lo menos un recubrimiento molecular sobre el trihidrato, por lo menos durante la iniciación de la molienda. Los agentes modificadores de la superficie que pueden emplearse, son no tóxicos e incluyen ácidos orgánicos que contienen un grupo polar y un grupo no polar, y sales de los mismos, tales como

ácido benzoico, ácido láurico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido nafténico, acilamidas grasas de aminoácidos, tales como N-lauroil- (ó N-oleoil- ó N-estearoil-) sarcosina, fenol y similares, que tienen una baja solubilidad en agua y sales de los mismos, así como ácidos orgánicos sólidos o líquidos, de mayor solubilidad en agua, tales como ácido acético, ácido propiónico, u otros ácidos alcohilo inferior-carboxílicos, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido málico, y sales de los mismos, tales como sales de metales alcalinos, por ejemplo sodio. Acidos carboxílicos y sales, polares y no polares, se describen en la patente de Estados Unidos número 2.274.521, concedida el 24 de Febrero de 1942. Las sales formadoras de ácidos inorgánicos, tales como el disulfato sódico y el cloruro de aluminio, el sulfato de aluminio y el sulfato de cinc, pueden también emplearse.

Los agentes modificadores de la superficie, no tóxicos, adicionales que se pueden emplear, incluyen alcoholes monovalentes y polivalentes; agentes espesantes y abrillantadores dentalmente aceptables; y polielectrolitos. Los materiales más preferidos son aquéllos que son más ácidos que el trihidrato.

Los alcoholes monovalentes y polivalentes incluyen metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-oc

tanol, etilenglicol, trietilenglicol, éter monometílico de etilenglicol, 1-amino-2-propanol, monoetanolamina y trietanolamina.

5 Los materiales abrillantadores dentalmente
aceptables, que pueden modificar la superficie del trihi
drato, incluyen metafosfato sódico insoluble, fosfato
dicálcico, carbonato cálcico y otros fosfatos y carbona
10 tos de metales alcalinotérreos, aluminosilicato sódico
y sílice cristalina y coloidal. El agente modificador
de la superficie puede ser un material de tamaño de par
tícula muy fino, por ejemplo inferior a un diámetro de
una micra; se pueden utilizar partículas de sílice áci
da, tales como sílice pirogénica, por ejemplo "Cabosil".

15 También los polielectrolitos, particular
mente aquellos polielectrolitos polímeros iónicos que
pueden adquirirse bajo el nombre Tamol, tales como Tamol
731 y Tamol 850, pueden modificar la superficie del tri
hidrato. Para este fin se pueden utilizar ácidos carbo
xílicos poliméricos, tales como el copolímero de éter
20 vinilmetílico y anhídrido maleico.

Además de los agentes modificadores de la
superficie mencionados anteriormente, los materiales
adecuados incluyen detergentes tales como sulfatos y
fosfatos aniónicos, condensados no iónicos, incluida
25 una unidad de óxido de etileno, y anfolíticos, tales como

derivados de imidazol. Seguidamente se describen detergentes típicos.

También pueden modificar la superficie del trihidrato los materiales no polares, incluidas las ceras, aceites vegetales, tales como aceite de palma y aceite de palma hidrogenado, y los aceites y grasas hidrocarbonados, por ejemplo aceite minerales, tales como parafina líquida, por ejemplo, vaselina ligera o pesada, jalea de petróleo y cera de petróleo.

Se prefiere que la cantidad presente de agente modificador de la superficie sea, por lo menos, la necesaria para formar un recubrimiento monomolecular en las partículas de trihidrato, de tal modo que entre en reacción con ella y desactive los puntos del trihidrato, por lo menos durante la iniciación de la molienda; se usa preferiblemente un exceso, tal como un exceso de un 5% (o más), particularmente cuando se muele en molino de bolas. El área superficial de los gránulos de trihidrato antes de la molienda es generalmente bien inferior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$ y ésta se puede aumentar durante la molienda hasta aproximadamente $1 \text{ m}^2/\text{g}$ o más, tal como hasta 3 ó 5 m^2/g o más.

El agente modificador de la superficie puede estar en forma líquida a la temperatura ambiente de la molienda. Esta puede ser, por ejemplo, una solución,

por lo tanto, un agente modificador de la superficie, sólido, en un disolvente, o una mezcla líquida de agentes modificadores de la superficie sólidos y líquidos, tal como una mezcla 50-50 de etilenglicol y ácido benzoico, aceite mineral y ácido esteárico y aceite mineral y ácido benzoico. La temperatura de molienda es generalmente muy inferior a los 100°C, tal como de aproximadamente 20, 30 ó 40°C.

El material que está siendo molido está preferiblemente sustancialmente seco, por ejemplo, su contenido de agua es preferiblemente inferior al 20% del peso del trihidrato, tal como un 1% o un 2%.

La molienda del trihidrato en presencia del agente modificador de la superficie se puede practicar utilizando técnicas y aparatos reconocidos en la técnica. Por ejemplo, la molienda en molino de bolas se describe en "Surface Activity in Fine Dry Grinding", Berry & Kamack, páginas 196 a 202, en Solid/Liquid Interface; Cell/Water Interface (Biological) Volumen 4, publicado por J. H. Schulman (Proceedings of the Secon International Congress on Surface Activity, London, 1957) Academic Press, New York, 1958, "Grinding Low-Soda Alumina", de Hart y Hudson, Ceramic Bulletin, volumen 43, Nº 1 (1964); y la patente de Estados Unidos 3.358.937 concedida el 19 de Diciembre de 1967; la

molienda por energía vibracional se describe en el artículo de Hart y Hudson, y la molienda de tipo de púas o agujas se describe en Perry, Chemical Engineers' Handbook, 5ª edición, 1973, páginas 8 - 37 a 8 - 71.

5 El agente modificador de la superficie se puede añadir al material que está siendo alimentado al molino, puede ser dosificado en el molino propiamente dicho durante el funcionamiento, o puede ser añadido a la suspensión o pasta húmeda antes de la molienda. También está dentro del amplio alcance de la invención, el 10 añadir el agente modificador de la superficie a la zona de clasificación por tamaños asociada con el molino. Por lo tanto, es corriente pasar el producto del molino a una zona de clasificación por tamaños (por ejemplo, un 15 ciclón) desde el cual se devuelven al molino para su molienda adicional, las partículas de tamaño excesivo e insuficientemente molidas.

Ejemplo 15.

20 Un trihidrato, obtenido por el método Bayer, sin moler y lavado, del tipo más alcalino (Baco), se muele en presencia de 0,5% de ácido benzoico, y el trihidrato molido resultante se utiliza en una formulación como la expuesta en el ejemplo 1 anterior. El pH de la pasta para dientes es de 6,3 aproximadamente. Al 25 envejecerla a 43°C durante 3 meses, en tubos de aluminio

sin revestir interiormente, solamente se observa una formación de gases muy ligera.

EJEMPLOS 16 a 20.

5 La pulverización y reducción del tamaño de
partícula de los gránulos de trihidrato de alúmina, obte-
nido por el método Bayer, lavado, se efectúa cargando un
recipiente de molino de bolas, de porcelana, que contiene
una carga de bolas de un 50%, de bolas de porcelana, con
diámetros que varían de 1 cm a 2,5 cm, con los gránulos
10 de trihidrato de alúmina junto con 0,5% de ácido benzoico,
con relación al peso del trihidrato, de tal manera que
la proporción de volumen de las bolas a volumen del polvo
sea de 2:1. Los tamaños de los recipientes del molino
oscilan entre 0,5 litros y 30 litros, dependiendo del ta-
15 maño de la carga; se utiliza de 1 litro.

El recipiente se cierra herméticamente, y
se coloca en un molino de bolas de laboratorio, Pascall,
número 2, accionado a motor, de tal modo que gira hori-
zontalmente alrededor de su eje, sobre un par de cilin-
20 dros recubiertos de caucho, uno accionado y otro loco,
cada uno de 343 mm de longitud. El accionamiento se
efectúa mediante un motor eléctrico de 1/4 H.P., con un
control de velocidad variable. El motor se pone en mar-
cha y se ajusta la velocidad de tal modo que las bolas
25 volteen en el recipiente del molino para reducir el ta-

maño de partícula del trihidrato. Seguidamente, se detiene el motor, se retira el recipiente y se separa la carga de las bolas por tamizado y, seguidamente, se clasifica adecuadamente para eliminar las partículas grandes, tales como aquellas que son más grandes de 20 micras, las cuales partículas grandes se devuelven al molino de bolas.

Ejemplo número

<u>Ingredientes</u>		<u>16</u>	<u>17</u>	<u>18</u>	<u>19</u>	<u>20</u>
10	<u>Abrasivo</u> - Trihidrato molido preparado como anteriormente	52,0	52,0	52,0	52,0	52,0
	<u>Humectante</u>					
	Glicerina	20,0	20,0	20,0	15,0	20,0
	Sorbita	-	-	-	5,0	-
15	<u>Espesante</u>					
	Carboximetilcelulosa sódica	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1
	<u>Aromatizante y edulcorante</u>					
	Aromatizante	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
20	Sacarinato sódico	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
	<u>Detergente (Nota 2)</u>					
	Laurilsulfato sódico	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
	<u>Agente profiláctico</u>					
25	Monofluorofostato sódico	0,5	0,4	-	-	-

(cont.)

		Ejemplo número				
		16	17	18	19	20
	Fluoruro sódico	-	0,1	0,2	-	-
5	<u>Agua</u>	23,9	23,9	24,2	23,9	23,9

Nota 1. En los ejemplos modificados, la carboximetilcelulosa sódica se reemplaza por hidroxietilcelulosa y por líquen de Irlanda.

10 Nota 2. En otros ejemplos modificados, el laurilsulfato sódico, es reemplazado por el N-lauroilsarcosinato sódico.

Las pastas para dientes se envasan en tubos de aluminio sin revestir interiormente.

15 Los agentes modificadores de la superficie mencionados anteriormente, se pueden incorporar a la formulación de pasta para dientes sin ponerlos en contacto primeramente con el abrasivo. Un agente particularmente adecuado para este fin, es la sílice pirogénica, tal como la que se vende como Aerosil o Cabosil, como se
20 ilustra en el Ejemplo siguiente.

EJEMPLO 21.

Se prepara una pasta para dientes a partir de aproximadamente un 20,2% de glicerina, un 0,9% de
25 carboximetilcelulosa sódica, un 0,2% de sacarina,

un 46 % de trihidrato (Baco AF-260), un
2,5% de sílice pirogénica, un 1,54% de lauroilsarcosinato
sódico, un 0,8% de aromatizantes y el resto de agua. El
pH inicial de la pasta para dientes es de aproximadamente
7,8. Cuando se envasa en tubos de aluminio sin revestir
5 interiormente, no corroe ni produce gas, por envejeci-
miento durante 3 meses a 43°C. El Aerosil 200 es una
sílice pirogénica hidrófila, que tiene una reacción ácida.
Típicamente, la calidad 200 tiene un área superficial
BET de $200 \pm 25 \text{ m}^2/\text{g}$, y un pH (en suspensión en agua al
10 4%) de aproximadamente 3,6 a 4,3. Se encuentran des-
cripciones detalladas de este material en las publicacio-
nes del fabricante, Degussa; véase por ejemplo Kautschuk
und Gummi, Kunststoffe 20 (1967) página 578 a 586. Las
partículas de Aerosil tienen grupos silanol en sus super-
15 ficies y, en dispersión acuosa, las partículas se mueven,
bajo la influencia de un campo eléctrico, hacia el polo
positivo, es decir que llevan una carga negativa.

Como se ha ilustrado anteriormente, las
pastas para dientes contienen, generalmente, un vehícu-
20 lo acuoso, que incluye un agente de gelificación y un
detergente o agente tensioactivo, junto con un aromati-
zante y un edulcorante, además del trihidrato de alfa
alúmina. Asimismo, puede haber presentes otros ingre-
dientes. Naturalmente, los expertos en la técnica de-
25 ben seleccionar tales ingredientes y en tales proporcio-

nes que no afecten perjudicialmente la aptitud de las formulaciones para la finalidad que se persigue.

5 Se pueden utilizar en el dentífrico agentes tensioactivos orgánicos, para conseguir una acción profiláctica acrecentada, para ayudar a conseguir una dispersión a fondo y completa de las composiciones por toda la cavidad oral, y para hacer que las composiciones sean más aceptables desde el punto de vista cosmético. Se prefiere emplear como agente tensioactivo un material detergente que comunica al dentífrico propiedades 10 detergentes y espumantes. La proporción de agente tensioactivo está comprendida, generalmente, dentro del margen de aproximadamente 0,05 a 5%, más usualmente dentro del margen de aproximadamente 0,5 y 3%, tal como de aproximadamente 15 1 a 2%. Como se ha indicado anteriormente, un agente tensioactivo o detergente particularmente preferido es un agente tensioactivo de N-acilsarcosina, que tiene por lo menos aproximadamente 10 átomos de carbono (por ejemplo de 12 a 18 átomos de carbono) en el grupo acilo, 20 tal como el N-lauroilsarcosinato sódico. Está también dentro de la invención el utilizar otros agentes tensioactivos carboxílicos con enlaces amida, tales como los compuestos de acilo alifático superior-amidas de ácidos alifático inferior-aminocarboxílicos (tales como los que 25 tienen, por ejemplo de 12 a 16 ó 18 átomos de carbono en

el radical acilo superior, el cual es preferiblemente del tipo saturado, y hasta 4 átomos de carbono en el resto carboxílico y se incluyen los descritos en las páginas 37 a 39 de la obra de Schwartz y Perry" Surface Active Agents and Detergents", volumen II, publicado en 1958 por Interscience Publishers. El agente tensioactivo carboxílico con enlaces amida puede ser substancialmente el único agente tensioactivo; en el alcance más general de este aspecto de la invención, puede haber presentes también otros agentes tensioactivos aniónicos, anfóteros o no iónicos, preferiblemente en cantidades menores en relación con el agente tensioactivo con enlaces amida (tales como menos de aproximadamente un 1% de la formulación total de pasta de dientes, por ejemplo de 0,7 ó 0,5%). Los detergentes aniónicos incluyen sales solubles en agua de monoglicéridos de ácidos grasos superiores (es decir, que tienen por lo menos 12 átomos de carbono) - monosulfatos, tales como la sal sódica del monoglicérido monosulfatado de ácidos grasos de aceite de coco hidrogenado, alcohilo superior-sulfatos, tales como laurilsulfato sódico, alcohol-aril-sulfonatos, tales como dodecylbenceno sulfonato sódico, olefin-sulfonatos, tales como olefin sulfonato sódico, en los que el grupo olefínico contiene de 12 a 21 átomos de carbono, alcohilo superior-sulfoace

tatos, ésteres de ácidos grasos superiores de 1,2-di
hidroxipropanosulfonatos.

5 Los agentes tensioactivos no iónicos in-
cluyen materiales tales como condensados de monoesteara
to de sorbitán, con aproximadamente 60 moles de óxido
de etileno, con condensados de óxido de propileno de
propilenglicol ("Plüronics" - PLURONIC es una marca
registrada), otros ejemplos de detergentes no iónicos
10 adecuados son los productos de condensación de alcohol
fenoles con óxido de etileno, por ejemplo el producto
de reacción de isoocetilfenol con de 6 a 30 unidades de
óxido de etileno; productos de condensación de alcohol
tiofenoles con 10 a 15 unidades de óxido de etileno;
15 productos de condensación de alcoholes grasos superio-
res y monoésteres de alcoholes hexavalentes y sus éte-
res internos, tales como monolaurato de sorbitán, mo-
nooleato de sorbita y monopalmitato de manitán.

Ejemplos de detergentes anfóteros son el
ácido N-alcohol-beta-aminopropiónico; y el ácido N-al
20cohol-beta-imino-dipropiónico; y la N-alcohol,-N,N-di
metil-glicina. El grupo alcohol puede ser, por ejem-
plo, el derivado del alcohol graso de coco, del alcohol
laurílico, del alcohol miristílico (o de una mezcla de
laurílico-miristílico), alcohol de sebo hidrogenado,
25 alcohol cetílico, alcohol estearílico o mezclas de tales

alcoholes. Los ácidos substituídos aminopropiónicos e imino dipropiónicos se suministran, frecuentemente, en forma de sales sódicas o de otras sales, que pueden ser utilizadas igualmente en la práctica de esta invención.

5 Ejemplos de otros detergentes anfóteros son las betaínas que contienen un grupo sulfónico en lugar del grupo carboxílico; las betaínas en las cuales el substituyente de la cadena larga está unido al grupo carboxílico sin la intervención de un átomo de nitrógeno, por ejemplo las sales internas de ácidos 2-trimetilamino grasos, tales como el ácido 2-trimetilamino laúrico, y los compuestos de cualesquiera de los tipos anteriormente mencionados, en los que el átomo de nitrógeno está reemplazado por el fósforo.

10
15 También está dentro del alcance más general de la invención, el emplear un agente tensioactivo o detergente catiónicos. Ejemplos de estos son las diaminas tales como las del tipo

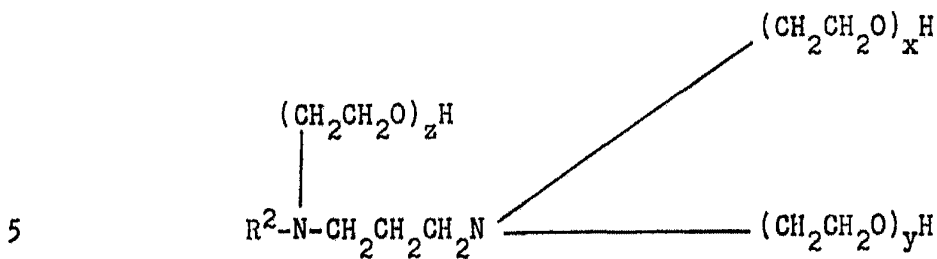


en la que R es un grupo alcohol de 2 a 22 átomos de carbono, tal como N-2-aminoetil-estearil-amina y N-2-aminoetil-miristil-amina; aminas con enlaces amido, tales como las del tipo $R^1CONHC_2H_4NH_2$, en la que R^1 es un grupo alcohol de 9 a 20 átomos de carbono, tal como la N-2-amino

etil-estearilamida y la N-aminoetil-miristil-amida; com-
puestos de amonio cuaternario, en los que típicamente uno
de los grupos unidos al átomo de nitrógeno es un grupo
alcohilo que contiene un grupo alcohilo de 10 a 18 átomos
5 de carbono, y cada uno de los otros grupos alcohilo con-
tienen típicamente de 1 a 3 átomos de carbono que pueden
llevar sustituyentes inertes, tales como grupos fenilo,
y hay presente un anión, tal como halógeno, acetato o
metosulfato. Detergentes típicos de amonio cuaternario
10 son el cloruro de etil-dimetil-estearilamonio, el cloru-
ro de bencil-dimetil-miristilamonio, el bromuro de ben-
cil-dimetil-estearilamonio, el cloruro de trimetilestearil-
amonio, el bromuro de trimetilcetilamonio, el cloruro de
dimetil-etil-dilaúrilamonio, el cloruro de dimetil-propil-
15 -miristil-amonio, y los correspondientes metosulfatos y
acetatos. También pueden utilizarse otros compuestos ger-
micidas y antibacterianos tensioactivos catiónicos, tales
como cloruro de diisobutilfenoxietoxietildimetilbencilamo-
nio, cloruro de bencil-dimetil-estearil-amonio, aminas
20 terciarias que tienen un grupo alcohilo graso (de 12 a
18 átomos de carbono) y dos grupos (poli)oxietilénicos
unidos al nitrógeno (conteniendo típicamente un total de
20 a 50 grupos etanoxi por molécula) y sus sales con áci-
dos, y compuestos de la estructura.

25

19-12-75



en la que R² es un grupo alcoholo graso que contiene típicamente de 12 a 18 átomos de carbono, y x, y y z totalizan 3 o más, así como sus sales con ácidos minerales u orgánicos.

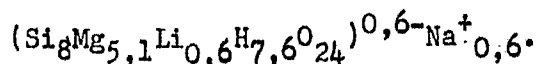
10 El vehículo acuoso del dentífrico forma, preferiblemente, con las partículas abrasivas, una masa de una consistencia que puede ser extruida desde un tubo de aluminio aplastable. El vehículo contendrá generalmente líquidos y sólidos. En general, la porción líquida

15 comprende agua, glicerina o sorbita acuosa, incluyendo mezclas adecuadas de los mismos. Generalmente, es ventajoso utilizar una mezcla tanto de agua como de un humectante, tal como glicerina o sorbita. El contenido de líquido total es generalmente de 20 a 90% en peso del

20 dentífrico y, típicamente, incluye hasta un 30% en peso de agua, de 0 a 80% en peso de glicerina y de 0 a 80% en peso de sorbita. Preferiblemente están presentes en el dentífrico hasta un 20% en peso de agua, de 15 a 40% en peso de glicerina y de 0 a 50% en peso de sorbita.

25 La porción sólida del vehículo puede ser

un agente de gelificación, tal como las gomas naturales y sintéticas y los materiales similares a las gomas, tales como el liquen de Irlanda, la goma de tragacanto, la carboximetilcelulosa de metal alcalino y la hidroxietilcarboximetilcelulosa, la polivinilpirrolidona, el almidón soluble en agua, los polímeros carboxivinílicos coloidales hidrófilos, tales como los que se venden bajo la marca registrada Carbopol 934 y 940 y las arcillas de silicatos inorgánicos, tales como los que se venden bajo la marca registrada Laponite CP y Laponite SP. Estas calidades de Laponite tienen la fórmula



La porción sólida del vehículo está típicamente presente en una cantidad de hasta un 10% en peso de dentífrico y, preferiblemente, de 0,5 a 5% en peso. Cuando se emplean, las calidades de Laponite se utilizan preferiblemente en una cantidad de 1 a 5% en peso.

En la formulación de un aromatizante para el dentífrico se pueden emplear cualesquiera materiales aromatizantes o edulcorantes adecuados. Ejemplos de constituyentes aromatizantes adecuados incluyen aceites aromatizantes, por ejemplo, aceites de hierbabuena, de menta, de gaulteria, de sazafrán, de clavo, de salvia,

de eucalipto, de mejorana, de canela, de limón y de naranja, así como metil salicilato. Agentes edulcorantes adecuados incluyen sacarosa, lactosa, maltosa, sorbita, perillartina y sacarina. Adecuadamente, los agentes
5 aromatizantes y edulcorantes pueden constituir, juntos, del 0,01 al 5% o más del dentífrico. También se puede utilizar cloroformo. También está dentro del alcance de la invención (particularmente, los aspectos en los
10 que la superficie del trihidrato es modificada y/o cuando se utiliza una mezcla del monofluorofosfato y fluoruro) emplear un trihidrato de alfa-alúmina molido, menos alcalino, en lugar de parte (por ejemplo 1/4, 1/2 o 3/4) o todo el material altamente alcalino.

En los aspectos más generales de la invención, particularmente en lo que respecta al material
15 de superficie modificada, el trihidrato de alúmina no necesita ser el único abrasivo del dentífrico. Otros abrasivos dentales que pueden estar también presentes, incluyen carbonato cálcico, carbonato magnésico, fosfato
20 tricálcico, fosfato dicálcico hidratado, metafosfato sódico insoluble, pirofosfato cálcico, aluminosilicatos complejos amorfos sintéticos, sílice (incluido el gel de sílice deshidratado). La cantidad total de abrasivos incluido el trihidrato molido, estará, generalmente,
25 en el margen de 10 a 60%, preferiblemente de 20 a 60%

en peso del dentífrico.

Los monofluorofosfatos de metales alcali-
nos que pueden emplearse incluyen el monofluorofosfato
sódico, monofluorofosfato de litio, monofluorofosfato
5 potásico y monofluorofosfato amónico. La sal preferida
es el monofluorofosfato sódico, $\text{Na}_2\text{PO}_3\text{F}$, que, como se
adquiere en el comercio, puede variar considerablemente
de pureza. Se puede utilizar con cualquier pureza ade-
cuada, siempre que ninguna de las impurezas afecte de
10 un modo substancialmente perjudicial a las propiedades
deseadas. En general, la pureza es, deseablemente, de
un 80% por lo menos. Para los mejores resultados, ésta
debe ser de por lo menos el 85% y, preferiblemente, de
por lo menos el 90% en peso de monofluorofosfato sódico,
15 siendo el resto principalmente impurezas o productos se-
cundarios de la fabricación, tales como cloruro sódico
y sal de fosfato sódico soluble en agua. Expresado de
otra manera, el monofluorofosfato sódico tiene, típicamente,
un contenido de fluoruro total de más del 12%,
20 preferiblemente de más del 12,7%, y un contenido de has-
ta 1,5%, típicamente de hasta 1,2%, de fluoruro sódico
libre; y un contenido de monofluorofostato sódico de
12% por lo menos, preferiblemente de 12,1% por lo menos,
25 todos ellos calculados como flúor. Otras sales de mono-
fluorofosfato que pueden ser utilizadas incluyen monofluo

rofosfatos, tales como $\text{Na}_4\text{P}_3\text{O}_9\text{F}$, $\text{K}_4\text{P}_3\text{O}_9\text{F}$, $(\text{NH}_4)_4\text{P}_3\text{O}_9\text{F}$,
 $\text{Na}_3\text{KP}_3\text{O}_9\text{F}$, $(\text{NH}_4)_3\text{NaP}_3\text{O}_9\text{F}$, y $\text{Li}_4\text{P}_3\text{O}_9\text{F}$. En los aspectos
más generales de la invención, se pueden incorporar a
los dentífricos otros diversos materiales. Ejemplos de
5 los mismos son agentes colorantes o blanqueadores o tinte
s, agentes conservadores, siliconas, compuestos de cloro
fila, materiales amoniacados, tales como urea, fosfato
diamónico y mezclas de los mismos, agentes antibacterianos
y otros constituyentes. Los coadyuvantes se incorporan
10 a las composiciones en cantidades que no afecten de modo
sustancialmente perjudicial a las propiedades caracterís
ticas deseadas. Cuando hay presentes agentes antibacte
rianos, típicamente la cantidad es de 0,01 a 5% en peso.
Los agentes antibacterianos típicos incluyen N'-(4-cloro
15 bencil)-N⁵-(2,4-diclorobencil)-biguanida; para-clorofenil
biguanida; 4-clorobenzhidril biguanida; 4-clorobenzhidril
guanilurea; N-3-lauroxipropil-N⁵-para-clorobencibiguanida;
1,6-di-para-clorofenilbiguanidohexano; 1,6-bis-(2-etil
hexilbiguanido)hexano; dicloruro de 1-(laurildimetilam
20 nio)-8-(para-clorobencil-dimetilamonio)-octano; 5,6-dicloro
-2-guanidínobencimidazol; N¹-para-clorofenil-N⁵-lauril
biguanida; 5-amino-1,3-bis-(2-etilhexil)-5-metilhexahid
ropirimidina; y sus sales por adición de ácido no tóxi
cas. Todavía en los más generales aspectos de la inven
25 ción, el pH de la pasta de dientes puede ajustarse según

se desee, tal como por inclusión de las cantidades apropiadas de materiales ácidos (por ejemplo, ácido benzoico, ácido cítrico o sulfato de aluminio). Generalmente, el pH en la pasta para dientes estará en el margen de aproximadamente 5 a 9, determinado directamente en la pasta, preferiblemente de aproximadamente 6 a 8, tal como de aproximadamente 6,0, 6,5, 7,0, etc.

También pueden estar presentes, si se desea, otros ingredientes del dentífrico, en proporciones convencionales apropiadas. Para las descripciones de tales ingredientes y de las proporciones de ingredientes empleadas en las pastas para dientes, véanse las memorias de las patentes británicas números 1.249.742, 1.188.353 y 1.260.332.

Se entiende que de acuerdo con aspectos genéricos de esta invención, los materiales pulimentadores dentalmente aceptables adicionales se pueden moler con un agente modificador de la superficie como se describe, con el fin de aumentar sus características de estabilidad en las pastas para dientes y en sus recipientes. Por lo tanto, los ejemplos específicos precedentes son típicos, pero no deben ser considerados como limitaciones de la invención.

En esta solicitud todas las propor-

ciones son en peso a no ser que se indique otra cosa. En los Ejemplos se emplea la temperatura ambiente a no ser que se indique otra cosa.

5

REIVINDICACIONES

10

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:

15 1ª.- Un procedimiento para preparar una pasta de dientes acuosa, que contiene partículas abrasivas de trihidrato de alfa-alúmina molido, altamente alcalino, adecuadas para envasado en un tubo de aluminio sin revestir interiormente, que comprende premezclar exhaustivamente un humectante con un agente gelificante, agua, un aromatizante y un ácido y a continuación mezclar en dicha premezcla bajo vacío, dichas partículas abrasivas de trihidrato de
20 alfa-alúmina molido y altamente alcalino, y mezclar deter-
25

gente con el producto resultante, en el que dicho ácido se encuentra en una cantidad para proporcionar a dicha pasta de dientes un pH de 5,4 a 6,7; siendo dicho trihidrato de alfa-alúmina molido y altamente alcalino, tal que cuando la pasta para dientes contiene una cantidad menor de ácido, tal que el pH sea de 7,1, resulta una formación de gases por almacenamiento a 38°C durante 3 meses, en tubos de aluminio sin revestir.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª en el cual el ácido es ácido benzoico.

3ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª o 2ª, en el cual dicho trihidrato de alfa-alúmina molido es uno que en una suspensión al 10% en agua desionizada da un pH por encima de aproximadamente 8,5.

4ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, en el cual el tamaño de partícula del trihidrato de alfa-alúmina molido es tal que no más de un 20% en peso es menor de 3 micras.

5ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, en el cual dicho humectante se premezcla con ingredientes que incluyen monofluorofosfato de metal alcalino y fluoruro de metal alcalino en una proporción molar de 1:1 a 9:1, preferiblemente de por lo menos 1,5:1.

12^a.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9^a a 11^a, en el cual la proporción de dicho detergente es de aproximadamente 0,5 a 3%, dicho fluoruro de metal alcalino es NaF, y la proporción de NaF es de aproximadamente 0,1 a 0,3%.

13^a.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9^a a 12^a, en el cual la pasta contiene NaF y tiene un pH en el margen de aproximadamente 5 a 7.

14^a.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9^a a 12^a, en el cual el contenido de fluoruro de metal alcalino está en el margen de aproximadamente 500 a 1500 ppm de flúor.

15^a.- Un procedimiento para preparar una pasta de dientes acuosa.

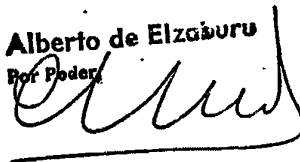
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuarenta y dos hojas escritas a máquina por una sola cara.

MADRID, 02.MAY.1977

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder



27.4.77