



00 83905

ITANTE

(71) Nombres y Apellidos o Razón Social

HERCULES INCORPORATED

No. de Identificación

Representante Legal (Persona Jurídica)

País de Domicilio

ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

Departamento o Estado

DELAWARE

Dirección

AT 1313 N. Market Street, Hercules Plaza

Ciudad

WILMINGTON

Teléfono

(74) DATOS DEL APODERADO

Nombre

Humberto RUBIO CAMACHO

Dirección y Domicilio

Carrera 7 No. 74-64, Oficina 506

Ciudad

Bogotá, D.C.

Teléfono

3 13 24 08

DATOS DEL INVENTOR

(72) Nombre del Inventor (es)

Weldon WRIGHT HARCUM

Jashawant J. MONDI

Identificación

Dirección

ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

Ciudad

Teléfono

DATOS DE LA PATENTE DE INVENCION

(54) Título de la Invención "PROCESO PARA LA PRODUCCION DE COMPOSICIONES DE CUIDADO ORAL UTILIZANDO POLIMEROS DISPERSABLES AGLOMERADOS"

PRIORIDAD REIVINDICADA SI ☒ NO ☐ TIPO DE PRIORIDAD ANDINA ☐ UNIONISTA ☐
CONVENCION DE PARIS, Art. 4

(33) País ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

(32) Fecha 03 DE NOV. 1999

(31) No. Solicitud USSN 09/432,542

Para Publicar a los ☐ 6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses a partir de la fecha de la presente solicitud

(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL

A 61 K 7/16

RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA PATENTE DE MODELO DE UTILIDAD

Un proceso mejorado para la preparación de una composición de cuidado oral de mez-
clar al menos un ingrediente seco de cuidado oral y un polímero seco, soluble en
agua o hinchable en agua, el mejoramiento consiste en reemplazar el polímero seco,
soluble en agua o hinchable en agua con un polímero soluble en agua o hinchable en
agua en partículas que han sido al menos parcialmente aglomeradas por tratamiento con
agua o una solución acuosa de polímero o polímeros y secar las partículas aglomeradas.

ANEXOS DE LA SOLICITUD

Certificado de Existencia y Representación Legal cuando el solicitante sea Persona Jurídica	☐
Los poderes debidamente otorgados, o mención de su protocolización ante la SIC	☒
* Protocolo No. 17912 de 7 de noviembre de 1.997.	☒
Recibo de la tasa respectiva	☒
Recibo de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación	☐
Si se reivindica prioridad Andina:	
Copia de la primera solicitud	☐
Traducción oficial	☐
Si se reivindica prioridad Unionista:	
Copia certificada primera solicitud:	☒
Nota: Debe presentarse dentro de los tres (3) meses, contados a partir de la fecha de radicación de la solicitud posterior	
Traducción simple	☒
Capítulo descriptivo	☒
Dibujos, planos necesarios	☐
Capítulo reivindicatorio	☒
Tarjeta archivo propietarios según formato	☒
Tarjeta archivo temático según formato	☒
Extracto para publicación según formato	☒
Arte final 12 x 12 cms y 6x6 cms	☐
Otros Documentos	☐

**SOLICITO LA CONCESION DE LA PATENTE DE MODELO DE UTILIDAD Y DECLARO
QUE LA INVENCION ES NUEVA Y DE MI PROPIEDAD**

FIRMA



NOMBRE Humberto RUBIO CAMACHO

CC. 17'192.062 Bogotá

T.P. No. 50.007



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

SOLICITUD PATENTE:
"PROCESO PARA LA PRODUCCION DE
COMPOSICIONES DE CUIDADO ORAL
UTILIZANDO POLIMEROS DISPERSABLE
AGLOMERADOS"

S

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : - 48,313
 FECHA : AGOSTO 2 DE 2000

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
 Radicacion : 00083905 00000000 Folios: 59
 Fecha (AND): 2000-11-03 16:22:44
 Franque : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
 Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

C O P I A

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
HUMBERTO RUBIO CAMACHO	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	2874293	01/08/2000	10,000,000.00
HUMBERTO RUBIO CAMACHO	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	2874294	01/08/2000	3,062,000.00

***** C O N C E P T O *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	608,000.00
	TOTAL :	\$ 608,000.00

SON: SEISCIENTOS OCHO MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____



Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
 Conmutador: 334 12 21
 Fax: 281 31 25
 Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

TRADUCCIÓN DE UN DOCUMENTO ESCRITO EN INGLES, HOY 02 DE NOVIEMBRE DEL 2000 EN LA CIUDAD DE SANTAFE DE BOGOTÁ D.C., REPÚBLICA DE COLOMBIA.

NOTA DEL TRADUCTOR: DE LOS DOCUMENTOS QUE SE TRADUCEN A CONTINUACIÓN FORMA PARTE DE UN PAQUETE DE DOCUMENTOS PERTINENTES A UNA PATENTE SOLICITADA EN ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA, TODOS LOS CITADOS DOCUMENTOS ESTÁN UNIDOS MEDIANTE UN GANCHO.

LOS ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA

A TODOS A QUIENES ESTE DOCUMENTO LES INTERESE:

EL DEPARTAMENTO DE COMERCIO DE LOS ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA Oficina de Marcas y Patentes de los Estados Unidos.

Octubre 17, 2000

CERTIFICA QUE LO ANEXO AQUÍ ES UNA COPIA VERDADERA DE LOS ARCHIVOS DE LA OFICINA DE PATENTES Y MARCAS DE LOS ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA DE AQUELLOS PAPELES DE LA SOLICITUD DE PATENTE IDENTIFICADA ABAJO Y QUE CUMPLEN LOS REQUERIMIENTOS PARA CONCEDERLE UNA FECHA DE PRESENTACIÓN BAJO 35 USC 111.

**SOLICITUD NUMERO 09/432,542
FECHA PRESENTACIÓN: Noviembre 3, 1999**

**Mediante la autoridad otorgada por
EL COMISIONADO DE PATENTES Y MARCAS**

**(fdo)
T WALLACE
Funcionario Certificador**

NOTA DEL TRADUCTOR: EN LA PARTE INFERIOR IZQUIERDA DEL DOCUMENTO HAY UN SELLO DORADO Y EN ALTO RELIEVE DE LA OFICINA DE MARCAS Y PATENTES DE LOS ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA.

5
9

2A 312568



THE UNITED STATES OF AMERICA

TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE

United States Patent and Trademark Office

October 17, 2000

THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED HERETO IS A TRUE COPY FROM THE RECORDS OF THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE OF THOSE PAPERS OF THE BELOW IDENTIFIED PATENT APPLICATION THAT MET THE REQUIREMENTS TO BE GRANTED A FILING DATE UNDER 35 USC 111.

APPLICATION NUMBER: 09/432,542

FILING DATE: November 03, 1999



**By Authority of the
COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS**

T. Wallace
T. WALLACE

Certifying Officer

11/03/99

00432542 11/03/99

10713 U.S. PTO

A 5

PATENT APPLICATION TRANSMITTAL LETTER
(Large Entity)

Docket No.
Harcum & Modi 1

TO THE ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS

Transmitted herewith for filing under 35 U.S.C. 111 and 37 C.F.R. 1.53 is the patent application of:

Weldon Wright Harcum and Jashawant J. Modi

For: **Process for making Toothpaste Using Agglomerated Dispersible Polymers**

Enclosed are:

- ☒ Certificate of Mailing with Express Mail Mailing Label No.
- ☐ sheets of drawings.
- ☐ A certified copy of a application.
- ☒ Declaration ☒ Signed. ☐ Unsigned.
- ☒ Power of Attorney
- ☐ Information Disclosure Statement
- ☐ Preliminary Amendment
- ☐ Other:

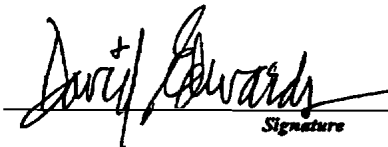
10713 U.S. PTO
09/432542
11/03/99

CLAIMS AS FILED

For	#Filed	#Allowed	#Extra	Rate	Fee
Total Claims	28	- 20 =	8	x \$18.00	\$144.00
Indep. Claims	1	- 3 =	0	x \$78.00	\$0.00
Multiple Dependent Claims (check if applicable) ☐					\$0.00
BASIC FEE					\$760.00
TOTAL FILING FEE					\$904.00

- ☐ A check in the amount of to cover the filing fee is enclosed.
- ☒ The Commissioner is hereby authorized to charge and credit Deposit Account No. 08-1800 as described below. A duplicate copy of this sheet is enclosed.
 - ☒ Charge the amount of \$904.00 as filing fee.
 - ☐ Credit any overpayment.
 - ☒ Charge any additional filing fees required under 37 C.F.R. 1.16 and 1.17.
 - ☐ Charge the issue fee set in 37 C.F.R. 1.18 at the mailing of the Notice of Allowance, pursuant to 37 C.F.R. 1.311(b).

Dated: 3 November 1999


Signature

David Edwards, Reg. No. 27,293

CC:

10 **PROCESS FOR MAKING TOOTHPASTE USING
 AGGLOMERATED DISPERSIBLE POLYMERS**

Field of the Invention

 This invention relates to using a composition of water-soluble or water-
15 swellable polymer agglomerated by treatment with water or an aqueous solution of
 the polymer and drying for making oral care compositions.

Background of the Invention

 Oral care compositions generally refer to dentifrice and dental adhesives.
20 Dentifrice formulations generally contain dentally acceptable abrasive, humectant,
 water, and water-soluble polymer which serves as a thickener and binder for the
 ingredients. A variety of other ingredients such as flavors, color, vitamins,
 antiplaque, anti-tarter, breath freshener, color, sweeteners, preservatives and
 fluoride are also used at low levels. Glycerol and sorbitol (usually as an aqueous
25 solution) are the most commonly used humectants for dentifrice, and depending on
 the characteristics desired in the product, polyethylene glycol or propylene glycol
 may be incorporated as well. Four types of dentifrice are widely produced: 1) cream,
 2) transparent or translucent gel, 3) stripes of cream and gel, and 4) dry powders.

 The thickeners or binders used for dentifrice are carboxymethyl cellulose
30 (CMC), hydroxyethyl cellulose (HEC), silica, magnesium aluminum silicate,
 carrageenan, xanthan, guar, alginate, polyacrylic acids, salts of polyacrylic acids,
 polymers of ethylene oxide, copolymer of ethylene oxide and propylene oxide,
 processed eucheimia seaweed (PES), starch, starch derivatives, pectin, and agar.

 In the manufacturing process for dentifrice, incorporation of a dry water-
35 soluble binder polymer into the composition often presents difficulties because of the
 tendency for lump formation when the dry polymers are added to and dispersed in
 aqueous systems. This increases the time required to obtain uniform hydration or

8
7

- 5 uniform dispersion of the binder polymer. And sometimes, portions of the polymer could remain in dentifrice in partially hydrated gel form. This can not only affect dentifrice shelf stability and rheology but would also make dentifrice aesthetically unappealing. A re-occurring problem in the dentifrice industry is to make a polymer that is universally dispersible regardless of the environment in which it is to be used.
- 10 Making a polymer dispersible based on a particular formulation has been done prior to the present invention but that makes a polymer formulation specific. Consequently, there is a need in the industry for a method of incorporating water-soluble binder polymers into dentifrice formulations universally which lead to dust-free and lump-free products, rapid viscosity development and reduced batch
- 15 preparation time, and allow convenient handling of the binder.

US Patent No. 5,869,029 discloses a dentifrice composition using an agglomerated composition of a water-soluble polymer at least partially agglomerated by treatment with at least one polyol. US Patent No. 3,396,034 discloses a process of converting a hard to disperse particulate cellulose ether material or vegetable gum

20 into a readily dispersible, dust-free particulate material by subjecting fine particles to water spray in an amount sufficient to cause superficial hydration. US Patent No. 4,557,938 discloses a process for preparing a dispersible agglomerated vegetable gum/carrier particles by dry blending particulate carrier, such as starch and the vegetable gum in a fluid bed dryer. The fluidized vegetable gum and starch particles

25 are sprayed with water to wet the surface of the particles to cause agglomeration. US Patent No. 3,455,714 discloses the agglomerating of a water-soluble polymer with water-soluble cellulose ether that does not have a tendency to agglomerate when added to water. Japanese Patent No. 93075369 B discloses a method of spraying water onto water-soluble powdery paste under fluidized state and drying

30 the formed granules. The starting powdery paste can be hydroxypropylcellulose or carboxymethylcellulose among other polymers.

None of the above patents discloses the use of water or aqueous polymer agglomerated water-soluble or water-swellaable polymer in oral care compositions.

This invention relates to an improved process for preparing an oral care composition comprising of at least one dry, water-soluble or water-swella-
ble polymer (excluding methylhydroxypropylcellulose alone), the improvement comprising substituting for the dry, water-soluble or water-swella-
ble polymer, a particulate
10 water-soluble or water-swella-
ble polymer which has been at least partially
agglomerated by treatment with water alone or an aqueous solution of a water-
soluble polymer or polymers and drying. The particulate water-soluble or water-
swella-
ble polymer which has been at least partially agglomerated by such treatment
with water alone or an aqueous solution of the water-soluble polymer and dried,
15 hydrates in polyhydric alcohol, water, or water-containing solvents substantially
faster than the corresponding untreated water-soluble or water-swella-
ble polymer,
without the formation of polymer lumps and being dust free.

Detailed Description of the Invention

20 It was surprisingly found that a particulate water-soluble or water-swella-
ble polymer at least partially agglomerated by treatment with water alone or an aqueous
solution of the polymer and dried has greater dispersibility without producing dust
and formation of polymer lumps in the preparation of oral care compositions.
Agglomeration is defined herein as the aggregation of individual particles resulting in
25 an increase in the particle size of the particulate material.

Any natural or synthetic water-soluble or water-swella-
ble polymer may be
employed to prepare the composition of this invention. Preferred water-soluble or
water-swella-
ble polymers are polysaccharides. Useful polysaccharides may include,
but are not limited to, cellulose ethers, guar, guar derivatives, locust bean gum,
30 psyllium, gum arabic, gum ghatti, gum karaya, gum tragacanth, carrageenan,
Konjac, agar, alginates, xanthan, scleroglucan, dextran, pectin, starch, starch
derivatives, chitin and chitosan.

Preferred polysaccharides are cellulose ethers, carrageenan, guar, guar
derivatives and pectin.

10
9

5 Cellulose ethers for use in the invention include hydroxyethyl cellulose (HEC), hydroxypropyl cellulose (HPC), water soluble ethylhydroxyethyl cellulose (EHEC), carboxymethyl cellulose (CMC), carboxymethylhydroxyethyl cellulose (CMHEC), hydroxypropylhydroxyethyl cellulose (HPHEC), methyl cellulose (MC), methylhydroxypropyl cellulose (MHPC)(when used in combination with other
10 polymers), methylhydroxyethyl cellulose (MHEC), carboxymethylmethyl cellulose (CMMC), hydrophobically modified carboxymethyl cellulose (HMC MC), hydrophobically modified hydroxyethyl cellulose (HMHEC), hydrophobically modified hydroxypropyl cellulose (HMHPC), hydrophobically modified ethylhydroxyethyl cellulose (HMEHEC), hydrophobically modified carboxymethylhydroxyethyl cellulose
15 (HMC MHEC), hydrophobically modified hydroxypropylhydroxyethyl cellulose (HMHPHEC), hydrophobically modified methyl cellulose (HMMC), hydrophobically modified methylhydroxypropyl cellulose (HMMHPC), hydrophobically modified methylhydroxyethyl cellulose (HMMHEC), hydrophobically modified carboxymethylmethyl cellulose (HMCMMC), cationic hydroxyethyl cellulose (cationic
20 HEC) and cationic hydrophobically modified hydroxyethyl cellulose (cationic HMHEC). Preferred cellulose ether is carboxymethyl cellulose.

Guar derivatives for use in the invention include carboxymethyl guar (CM guar), hydroxyethyl guar (HE guar), hydroxypropyl guar (HP guar), carboxymethylhydroxypropyl guar (CMHP guar), cationic guar, hydrophobically
25 modified guar (HM guar), hydrophobically modified carboxymethyl guar (HMC MC guar), hydrophobically modified hydroxyethyl guar (HMHE guar), hydrophobically modified hydroxypropyl guar (HMHP guar), cationic hydrophobically modified hydroxypropyl guar (cationic HMHP guar), hydrophobically modified carboxymethylhydroxypropyl guar (HMC MHP guar) and hydrophobically modified
30 cationic guar (HM cationic guar).

More preferred polysaccharides for use in preparing the oral care compositions of this invention are carboxymethyl cellulose and carrageenan, or mixtures thereof. Most preferred is carboxymethyl cellulose.

The synthetic water-soluble or water-swellaable polymers are homo- or
35 copolymer comprising an acrylic acid or acrylic acid salt monomer, homo or

10

5 copolymer comprising of ethylene oxide or propylene oxide, copolymer of poly(methyl vinyl ether/maleic anhydride), and polyvinylpyrrolidone. The preferred synthetic polymer is a homo- or copolymer comprising an acrylic acid or acrylic acid salt monomer.

10 Water or an aqueous solution of a polymer(s) is an ideal agglomeration agent because these components are already used in the dentifrice formulations. Hence, these agents are not adding any new or undesirable ingredient that may be undesirable in some formulations. In other words, the polymer is considered neat, i.e., one that does not have any foreign material on it that will affect or limit the final dentifrice product.

15 The agglomerated compositions may be prepared by spraying particulate polymer with water or an aqueous solution of the polymer or polymers. Commercially available fluidized bed spray units may be employed for the operation.

20 The agglomerated water soluble or water-swellaable polymers of this invention hydrate or dissolve without dusting in water or water-containing solvents or polyhydric alcohol substantially faster than do the corresponding untreated water-soluble or water-swellaable polymers. This hydration or dissolving rate is measured using a Haake Visco Tester 501, which measures the amount of torque (force) needed to maintain the rotation of the sensor in the solution at a set speed (400 rpm) as the polymer hydrates and thickening occurs. Hydration time is considered
25 to be the time in minutes it takes to achieve 95% of final viscosity, where the final viscosity is taken as the average of the last 5 minutes viscosity during a one-hour trial.

30 In this work, hydration in water was determined at 25°C and/or 55°C. For example, under the above conditions, untreated carboxymethyl cellulose lumped immediately and then required about 15 minutes to reach 95% viscosity; while carboxymethyl cellulose agglomerated by treatment with water or an aqueous solution of CMC quickly dispersed and dissolved in less than five minutes.

An added advantage of these agglomerated polymers is that the agglomeration serves to reduce the amount of dusting that occurs when the

5 untreated polymers are handled. Hence, this reduces both health and safety (e.g., slippery floor or dust inhalation) concerns in the industry.

In the present invention, the process of agglomeration/spray coating can be used for a single polymer coating or blend of polymers. Similarly, spray-coating solution can be of the same polymer as the base polymer or a different polymer or a
10 blend of polymers. The spray coating solution of polymer could be of a solvent such as water (when using CMC, HEC, HPC, guar, pectin, cross-linked acrylic acid polymers), water/ethanol (when using HPC, HPMC, HEC, HP guar), ethanol (when using HPC, cross linked acrylic acid polymers, and HMHEC), polyethylene glycol (when using HPC) propylene glycol (when using HPC, cross-linked acrylic acids) or
15 glycerol (when using HEC), ethanol/polyethylene glycol (when using HPC).

The spray coating solution could also contain ingredients of the oral care formulations, such as a buffering agent, vitamins, whitening agent, color, flavor, abrasive, breath freshener, salts, water, humectants, organic solvents, antimicrobial agent, antiplaque agent, anticavity agent for more uniform distribution of the active
20 ingredients throughout the formulation.

The dentifrice of this invention contains abrasives, humectants, and water-soluble polymers. Humectants are used to retain moisture in dentifrice, particularly at the nozzle end of the tube where the dentifrice can be in prolonged contact with air. The water-soluble polymers serve as thickeners and binders for the ingredients.
25 A variety of other ingredients such as secondary thickener (clay, silica, synthetic polymers), flavors, color, teeth whitening agent, salts (e.g. NaCl, Na benzoate, tetra sodium pyrophosphate), sweeteners, preservatives, detergents, opacifiers, sequestering agents, film formers, vitamins, antimicrobial agent, teeth whitening agents, tartar control agents, plaque control agents and fluoride may also be used at
30 low levels.

The dental abrasives for use in the dentifrice of this invention are typically silica and substantially insoluble inorganic salts. Preferred inorganic salts are dicalcium phosphate, calcium carbonate, dibasic calcium phosphate, tribasic calcium phosphate, calcium sulfate, sodium bicarbonate, insoluble sodium metaphosphate,

5 hydrated aluminum oxide, and magnesium carbonates and phosphates. Silica and silica xerogels are particularly useful for translucent or transparent dentifrice.

Typical humectants for use in the dentifrice of this invention include glycerol, sorbitol, propylene glycol, or mixtures thereof, which are mixed with a suitable humectant vehicle such as water. Other polyhydric alcohols could also be used as
10 humectants such as ribitol, xylitol, mannitol, arabitol, polyethylene glycol, and mixtures thereof.

Dentifrice may contain polyols at a level of from about 0.5 to about 99.5 wt.% based on the total weight of the dentifrice. A preferred level is from about 2 to about 50 wt. %, and a more preferred level is from about 10 to about 30 wt. %.

15 For preparation of the dentifrice of this invention, the water-soluble or water-swella-
ble polymer which has been agglomerated by treatment with water or aqueous solution of the polymer is stirred with: a) humectant or a mixture of humectants; b) humectant vehicle, most typically water; c) salts, colorants, and dentifrice actives; d) abrasive; e) surfactants; and f) flavors to obtain a complete dentifrice formulation. In
20 a preferred method of preparation, the agglomerated water-soluble polymer is added directly to the mixture of humectants and humectant vehicle and stirred until the polymer particles are fully dissolved or swollen; then any salts are added, followed by abrasive. The abrasive is added after complete dissolution of the salts. The mixture is stirred until the particles of abrasive are wetted out to form a paste; then
25 the surfactant is added, followed by adding flavors.

In accordance with this invention, the oral care composition can be in the form of a dental adhesive. A dental adhesive is needed mainly when the denture fits poorly to the gums. The function of the dental adhesive is to aid in retaining the denture in the mouth and to provide a cushion (to reduce discomfort) for the gums.
30 Dental adhesives provide an extra degree of security during eating and speaking. The characteristics desired in the dental adhesive, among others, are that it should: be easy to extrude from its container and apply, be stable to microbial growth, be non-toxic, be non-irritant, be odorless, have a non-greasy mouthfeel, and be easy to clean.

14
13

5 Generally, dental adhesives are either in the form of creams or powders. The
creams typically include an adhesive (e.g., CMC, copolymer of poly(methyl vinyl
ether/maleic anhydride), marketed under the trademark Gantrez by ISP Co. of
Wayne, New Jersey, karaya, polyethylene oxide, gelatin, etc.), a vehicle (e.g.,
petrolatum, mineral oil, wax, glycerin), a filler (e.g., magnesium oxide), flavor, color,
10 preservative, wetting agent, extrusion aid, and humectant. The powders are almost
similar to the creams in the composition except that they do not contain a liquid
vehicle. The powder may additionally contain an anticaking agent such as silica.

 This invention will be further illustrated by the following examples, which are
for illustration purposes only, and are not intended to be limiting thereon. All
15 percentages or parts are by weight unless otherwise indicated.

STANDARD PROCEDURE

 For all of the Examples, except where otherwise noted, the polymers were
treated in a Glatt Fluid Bed Processor (Model GPCG-5) top spray unit with water or
20 1% aqueous solutions of the polymer. After the appropriate particle sizes were
achieved, the samples were then dried in the Glatt Fluid Bed Processor with an inlet
hot air temperature of about 65° C to below 9% moisture content in the samples and
then cooled to ambient temperature. The batch sizes were about 3 kg.

Examples 1-4

 Examples 1-4 demonstrate the testing of carboxymethyl cellulose
agglomerated by treatment with water and an aqueous solution of the polymer.
Carboxymethyl cellulose was either CMC 9M31XF or CMC 7MXF (available from
Hercules Incorporated, Wilmington, DE).

30 The agglomerated samples and the untreated controls were evaluated for
their dispersibility and hydration/dissolution characteristics in deionized water at
25°C and/ or 55°C using a Haake VT501 viscometer equipped with a FL 10 sensor.
This instrument measures the amount of torque (force) needed to maintain the
rotation of the sensor in the solution at the set speed (400 rpm) as the polymer

09432542-110390

5 hydrates and thickening occurs. The data are then mathematically converted by computer to viscosity (cps) and % final viscosity.

The hydration time reported in Table 1 and 2 is the time in minutes required to reach 95% of the final viscosity. 100% viscosity is the average viscosity of the last five minutes of a one-hour hydration test.

10 The data are in Table 1. Comparative Example A and B is presented to show the hydration time for untreated carboxymethyl cellulose.

The data indicate that the hydration time and dust are substantially reduced by agglomeration with water or an aqueous solution of the polymer.

Table 1 Agglomerating CMC by Treatment with Aqueous Polymer Solution or Water					
Example No.	Polymer	Treatment	Dispersibility & Dusting	Time to 95% Viscosity @ 25°, min	Time to 95% Viscosity @ 55°, min
A	CMC 9M31XF	—	++ Lumping/Dust	18.4	23.4
	CMC 9M31XF	Water	No Lumping	1.0	0.6
			No Dust		
2	CMC 9M31XF	CMC 9M31XF Solution	No Lumping	0.6	0.6
			No Dust		
B	CMC 7MXF	—	++ Lumping/Dust	24	25
3	CMC 7MXF	1% CMC 7MXF Solution	No Lumping	0.6	0.6
			No Dust		
4	CMC 7MXF	Water	No Lumping	0.8	0.6
			No Dust		

15 ++Many large lumps at start of hydration test, with a few remaining after 60 minuets. CMC 9M31XF: it is anionic carboxymethylcellulose. It has carboxymethyl substitution between 0.8 and 0.95; and has Brookfield viscosity of 1500-3100cps at 2.0% at 25°C. It is available from Hercules Incorporated, Wilmington, DE.

20 CMC 7MXF: it is anionic carboxymethylcellulose. It has carboxymethyl substitution between 0.65 and 0.9; and has Brookfield viscosity of 400-800cps at 2.0% at 25°C. It is available from Hercules Incorporated, Wilmington, DE.

Examples 5 -11

25 These examples illustrate the agglomeration of Natrosol® 250H, HMHEC 2, and a 1/1 blend of HMHEC 2 and Benece® MP 843 product by treatment with an aqueous solution of the polymer and by water alone. The data are in Table 2. Comparative Example C, D1, D2, D3, E, and F are presented to show the hydration

5 time for untreated polymer. These Comparative Examples D1, D2, & D3 show that
 Benecel product alone does not produce an improvement over the prior art.
 Example 9, however, does show improvement over prior art when the Benecel
 product is used in combination with another polymer.

10 The data indicate that the dusting was reduced by agglomeration with water
 or an aqueous solution of the polymer.

Table 2					
Agglomerating Of HMHEC 2, Natrosol and Benecel 843 by Treatment with Aqueous Polymer Solution or Water					
Example No.	Polymer	Treatment	Dispersibility & Dusting	Time to 95% Viscosity @ 25°C. [min]	Time to 95% Viscosity @ 55°C. [min]
C	HMHEC 2	—	No Lumping Dust	5.4	2.4
5	HMHEC 2	Water	No Lumping No Dust	3.8	2.7
6	HMHEC 2	HMHEC 2	No Lumping No Dust	4.6	-
D1	Benecel® MP843	—	Lumping/Dust	200	-
D2	Benecel® MP843	Water	Lumping No Dust	+ 60	-
D3	Benecel® MP843	Benecel® MP843 solution	Lumping No Dust	+ 60	-
E	Natrosol® 250H	—	No Lumping Dust	14	9
7	Natrosol® 250H	Water	No Lumping No Dust	11.6	10.4
8	Natrosol® 250H	Natrosol 250H Solution	No Lumping No Dust	17	-
F	1:1, Benecel MP843/ HMHEC 2	—	A few small Lumps/ Dust	6.4	-
9	1:1, Benecel® MP843/ HMHEC2	HMHEC 2	No Lumping No Dust	5.5	-

HMHEC 2: Hydrophobically modified hydroxyethylcellulose. It is nonionic and has 1.0% aqueous solution viscosity of about 2000cps at 25°C. It is available from Hercules Incorporated of Wilmington Delaware.

15 Benecel® MP843: Hydroxypropyl methylcellulose. It is nonionic and has 2.0% aqueous solution viscosity of about 4,000 cps at 20°C. It is available from Hercules Incorporated of Wilmington, Delaware.

Natrosol® 250H: hydroxyethyl cellulose. It is nonionic and has 1.0% aqueous viscosity of 1500 to 2500cps at 25°C. It is available from Hercules Incorporated of Wilmington, Delaware.

Examples 10 and 11 and Comparative Examples G

10 These examples illustrate the dicalcium phosphate abrasive based formulation of dentifrice utilizing carboxymethyl cellulose agglomerated by treatment with water or with polymer solution. The comparative examples demonstrate formulation of control compositions where untreated carboxymethyl cellulose was used.

15 Examples 10 and 11 illustrate the preparation of dentifrice at room temperature using carboxymethyl cellulose CMC 9M31XF which was agglomerated by treatment with water and with 1.0% solution of CMC 9M31XF, respectively. Comparative example G demonstrates similar formulations where the CMC 9M31XF was untreated. The ingredients and ingredient levels for each formulation are listed
20 in Table 3.

Table 3 Dentifrice Formulations. Wt. %			
Ingredient	Example 10	Example 11	Comparative Example G
CMC 9M31XF agglomerated with water	0.90		
CC 9M31XF agglomerated with 1% solution of 9M31XF		0.90	
CMC 9M31XF			0.90
Glycerol	00.00	00.00	00.00
Sorbitol (70% aq. sol.)	35.43	35.43	35.43
Distilled Water	8.99	8.99	8.99
Dicalcium Phosphate, dihydrate	45.0	45.0	45.0
Tetrasodium Pyrophosphate	0.42	0.42	0.42
Sodium Saccharin	0.20	0.20	0.20
Sodium Monofluorophosphate	0.76	0.76	0.76
Sodium Benzoate	0.50	0.50	0.50
Distilled Water	6.25	6.25	6.25
Flavor	0.55	0.55	0.55
Sodium Lauryl sulfate	1.00	1.00	1.00

For the dentifrice formulations (Examples 10, 11 and Comparative Example G), the following procedure was used:

- 18
19
- 5 1. Tetra sodium pyrophosphate (0.42 parts), sodium saccharin (0.20 parts) sodium monofluorophosphate (0.76 parts) and sodium benzoate (0.50 parts) were added to 6.25 parts of water with stirring, and heat d to about 60°C to dissolve.
2. The carboxymethyl cellulose (0.9 parts) was added to the sorbitol solution (35.43 parts) in a beaker and stirred for 15 minutes or until adequately dispersed.
- 10 8.99 parts of water was then added and the resulting mixture was stirred for 15 to 30 minutes making sure the polymer was completely hydrated (no gels). Then the warm salt solution from Step 1 was added with stirring, which was continued for 15 minutes or until homogeneity (no lumps or gels). The mixture was then transferred to a Ross double planetary mixer.
- 15 3. The dicalcium phosphate dihydrate (DCP) (45.00 parts) was added to the mixer and mixing was continued for 10 minutes to completely wet the DCP. The mixer was then opened and the beaters and bowl sides were scraped down. The mixer was then closed; vacuum was applied; and mixing was continued at high speed for 20 minutes or until the mix was smooth.
- 20 4. The sodium lauryl sulfate (1.00 parts) was then added and mixing was continued for 5 minutes at low speed without vacuum. Then the flavor (0.55 parts) was added followed by mixing for 2 minutes at low speed. The mixer was then opened and the beaters and bowl sides were scraped down. The mixer was then closed; vacuum was applied; and mixing was continued at medium speed for 15
- 25 minutes. The mixer was then shut off; vacuum was broken; and dentifrice was packed out.

Examples 12 and Comparative Examples H

- 30 These examples illustrate the Calcium carbonate abrasive based formulation of dentifrice utilizing carboxymethyl cellulose 9M31XF agglomerated by treatment with water. The comparative examples demonstrate formulation of control compositions where untreated carboxymethyl cellulose was used. The ingredients and ingredient levels for each formulation are listed in Table 4.

Table 4 Dentifrice Formulations, Wt. %		
Ingredient	Example 14	Comparative Example H
CMC 9M31XF agglomerated with Water	1.20	
CMC 9M31XF		1.20
Glycerol	00.00	00.00
Sorbitol (70% aq. sol.)	24.00	24.00
Distilled Water	20.6	20.6
Calcium Carbonate	48.00	48.00
Sodium Saccharin	0.20	0.20
Sodium Monofluorophosphate	0.80	0.80
Sodium Benzoate	0.20	0.20
Flavor	0.50	0.50
Sodium Lauryl sulfate (33%)	4.5	4.5

For the dentifrice formulations (Examples 12 and Comparative Example H), the following procedure was used:

CMC was dispersed in sorbitol and water solution while stirring. The stirring was continued until the CMC was fully hydrated and no gels were observed. The agglomerated CMC dispersed easily without lumping and dusting. The lumping of CMC was observed with the unagglomerated control CMC. Next, sodium saccharin and sodium benzoate were added while mixing. Mixing was continued until no lumps were observed. The slurry was than transferred to Ross double planetary mixer. The abrasive calcium carbonate was added to the mixer and mixed for 10 minutes at low speed to complete wetting of abrasive. The mixer was open to scrape down the stirring blade and walls of the Ross mixer walls. The mixer was closed and mixed at high speed until the dentifrice appeared smooth. The detergent sodium lauryl sulfate and flavor were added and mixed under vacuum at a low speed for 5 minutes and

20
19

5 then at a medium speed at 5 minutes. The dentifrice then packed into tubes and glass jars.

Example 13

The polymers in this study were evaluated in a model cream denture adhesive formulation, which consisted of 50 wt % of CMC, 45 wt % of petrolatum, and 5 wt % of mineral oil. It should be noted that the adhesion value is not only affected by the adhesive type and its level, but also by the ratio of the petrolatum to mineral oil.

One hundred-gram batches of denture adhesive were prepared according to the following formula:

15	Petrolatum	45.0 wt %
	Mineral Oil	5.0 wt %
	CMC 7H3SXF	50.0 wt %
	Total	100.0 wt %

20 The petrolatum and mineral oil were weighed into a 250-ml beaker. The beaker was then placed in a circulating oil bath heated to 67°C. The contents were stirred at the lowest speed setting of a Caframo mixer which had two 1 1/2" diameter propellers spaced 1/4" apart on the shaft. When contents in the beaker were 65°C, the polymer was added slowly while adjusting the mixer speed to maintain a vortex in the mixture. Mixing was continued for one hour.

The dispersible CMC was free flowing and dust free when added to the mineral oil/petrolatum mixture in the beaker.

Artificial saliva was prepared from artificial saliva concentrate having the following composition:

30	Potassium thiocyanate	2.00
	Potassium chloride	14.00
	Sodium phosphate, dibasic, 7-hydrate	2.00
	Sodium phosphate, monobasic, monohydrate	1.80
	Deionized water, bailed	1000.00
35	TOTAL	1019.80

21
10

5

The artificial saliva concentrate was diluted as follows:

Concentrat	1 part by weight
Deionized water, boiled	9 parts by weight
TOTAL	10 Parts by weight

10 The pH of the diluted artificial saliva concentrate was adjusted to 7.0 with sodium phosphate, dibasic, 7H₂O.

MTS Cyclic Compression /Tension Test:

The apparatus included a specially designed fixture having a 3" diameter Plexiglas upper plate and a 2" diameter Plexiglas lower plate, surrounded by a 4.5" diameter Plexiglas cylinder to form a reservoir. Special adapters were fabricated for mounting in the MTS instrument. Two milliliters of the dental adhesive sample were dispensed from a 5-ml disposable syringe and spread evenly onto the lower stage of the test fixture. The fixture reservoir was filled with artificial saliva so as to barely immerse the surface of the sample (about 180 ml). The upper stage of the fixture was brought into contact with the sample, leaving a starting position span of 0.04" above the lower plate. The instrument was cycled to travel up to a span of 0.06" and down to a span of 0.03" at a crosshead speed of 0.20 inch per minute and full-scale load of 20 to 50 lbs. The test was operated for 200 cycles, and the tension and compression forces were recorded. Formulations were run in triplicate and the averages were reported.

5 What I claimed is:

1. In a process for preparing an oral care composition comprising at least one dry, water-soluble or water-swelling polymer, the improvement comprising substituting for the dry, water-soluble or water-swelling polymer, particulate water-soluble or water-swelling polymer (excluding methylhydroxypropylcellulose (MHPC) alone) which has been at least partially agglomerated by treatment with water or an aqueous solution of a polymer and dried.

2. The process of claim 1, wherein the agglomerated water-soluble or water-swelling polymer hydrates in polyhydric alcohols, water or water-containing solvents substantially faster than untreated water-soluble or water-swelling polymer, without formation of polymer lumps or significant dusting.

3. The process of claim 1, wherein the water-soluble or water-swelling polymer is a polysaccharide.

4. The process of claim 3, wherein the polysaccharide is at least one member selected from the group consisting of cellulose ethers (excluding MHPC alone), guar, guar derivatives, locust bean gum, psyllium, gum arabic, gum ghatti, gum karaya, gum tragacanth, carrageenan, konjac, agar, alginates, xanthan, scleroglucan, dextran, pectin, starch, starch derivatives, chitin chitosan, and processed eucheiria seaweed (PES).

5. The process of claim 3, wherein the polysaccharide is at least one cellulose ether selected from the group consisting of hydroxyethyl cellulose (HEC), hydroxypropyl cellulose (HPC), water soluble ethylhydroxyethyl cellulose (EHEC), carboxymethyl cellulose (CMC), carboxymethylhydroxyethyl cellulose (CMHEC), hydroxypropylhydroxyethyl cellulose (HPHEC), methyl cellulose (MC), methylhydroxypropyl cellulose (MHPC) (when used in combination with other polymers), methylhydroxyethyl cellulose (MHEC), carboxymethylmethyl cellulose (CMMC), hydrophobically modified carboxymethyl cellulose (HMCMC),

23
22

5 hydrophobically modified hydroxyethyl cellulose (HMHEC), hydrophobically modified hydroxypropyl cellulose (HMHPC), hydrophobically modified ethylhydroxyethyl cellulose (HMEHEC), hydrophobically modified carboxymethylhydroxyethyl cellulose (HMCMEHEC), hydrophobically modified hydroxypropylhydroxyethyl cellulose (HMHPHEC), hydrophobically modified methyl cellulose (HMMC), hydrophobically
10 modified methylhydroxypropyl cellulose (HMMHPC), hydrophobically modified methylhydroxyethyl cellulose (HMMHEC), hydrophobically modified carboxymethylmethyl cellulose (HMCMMC), cationic hydroxyethyl cellulose (cationic HEC) and cationic hydrophobically modified hydroxyethyl cellulose (cationic HMHEC).

15

6. The process of claim 3, wherein the polysaccharide is at least one guar derivative selected from the group consisting of carboxymethyl guar (CM guar), hydroxyethyl guar (HE guar), hydroxypropyl guar (HP guar), carboxymethylhydroxypropyl guar (CMHP guar), cationic guar, hydrophobically
20 modified guar (HM guar), hydrophobically modified carboxymethyl guar (HMCM guar), hydrophobically modified hydroxyethyl guar (HMHE guar), hydrophobically modified hydroxypropyl guar (HMHP guar), cationic hydrophobically modified hydroxypropyl guar (cationic HMHP guar), hydrophobically modified carboxymethylhydroxypropyl guar (HMCMP guar) and hydrophobically modified
25 cationic guar (HM cationic guar).

30

7. The process of claim 3, wherein the polysaccharide is selected from the group consisting of carboxymethyl cellulose, carrageenan, xanthan, guar, PES, starch, starch derivatives, pectin, and mixtures thereof.

8. The process of claim 3, wherein the polysaccharide is carboxymethyl cellulose.

35

9. The process of claim 3, wherein the polysaccharide is carrageenan.

24
13

5 10. The process of claim 3, wherein the polysaccharid is a mixture of
carboxymethyl cellulose and carrageenan.

 11. The process of claim 1, wherein the water-soluble or water-swella-
ble synthetic polymer is homo- or copolymer comprising an acrylic acid or acrylic acid
10 salt monomer, homo or copolymer comprising of ethylene oxide or propylene oxide,
copolymer of poly(methyl vinyl ether/maleic anhydride), and polyvinylpyrrolidone.

 12. The process of claim 1, wherein the water-soluble or water-swella-
ble polymer is a mixture of polysaccharide and a synthetic polymer.

15 13. The process of claim 12, wherein the polysaccharide is selected from
the group consisting of CMC, HEC, carrageenan, and xanthan gum.

 14. The process of claim 13, wherein the synthetic polymer is selected
20 from the group consisting of a homo- or copolymer comprising acrylic acid or acrylic
acid salt monomer, and a homo- or copolymer comprising ethylene oxide or
propylene oxide monomer.

 15. The process of claim 1, wherein the oral care composition is a
25 dentifrice or a dental adhesive.

 16. The process of claim 15, wherein the oral care composition is a
dentifrice composition and further comprises dental abrasive and humectant.

30 17. The process of claim 16, wherein the humectant is a polyhydric
alcohol.

 18. The process of claim 17, wherein the polyhydric alcohol is selected
from the group consisting of glycerol, sorbitol, polyethylene glycol, propylene glycol,
35 and mixtures thereof.

5

19. The process of claim 1, wherein the at least partially agglomerated particulate water-soluble or water-swelling polymer is prepared by spraying water or aqueous solution of the polymer onto particles of water-soluble or water-swelling polymer and drying the particles.

10

20. The process of claim 19, wherein the spraying of the water or aqueous solution of the polymer onto the particles takes place in a fluidized bed.

21. The process of claim 1, wherein the dentifrice further comprises ingredients selected from the group consisting of secondary thickener, flavors, herbs, sweeteners, preservatives, detergent, surfactants, antibacterial, coloring agents, opacifier, buffering agent, sequestering agents, film former, antiplaque agents, tartar control agents, vitamin, antimicrobial, breath freshener, teeth whitening agent and fluoride.

20

22. An oral care composition prepared by the process of claim 1.

23. The process of claim 21, wherein the dentifrice contains no polyhydric alcohols.

25

24. The process of claim 16, wherein the dentifrice is anhydrous.

25. The process of claim 15, wherein the dentifrice contains no humectants or organic solvents.

30

26. The process of claim 15, wherein the dental adhesive is in the form of a powder or paste.

26
25

5 27. The process of claim 26, wherein the paste comprises a
polysaccharide, tackifier, secondary adhesive, vehicle, filler, flavor, color, wetting
agent, extrusion aid, and humectant.

 28. The process of claim 26, wherein the powder comprises a
10 polysaccharide, secondary adhesive, tackifier, filler, flavor, and an anticaking agent.

10

PROCESS FOR MAKING ORAL CARE COMPOSITIONS USING AGGLOMERATE DISPERSIBLE POLYMERS

Abstract of the Disclosure

15 An improved process for preparing an oral care composition of mixing at least one dry oral care ingredient and a dry water-soluble or water-swella-
ble polymer, the improvement is by replacing the dry, water-soluble or water-swella-
ble polymer with a particulate water-soluble or water-swella-
ble polymer which has been at least partially agglomerated by treatment with water or an aqueous solution of polymer(s) and drying the agglomerated particles.

Docket No.
Harcum & Modi 1

Declaration and Power of Attorney For Patent Application

English Language Declaration

As a below named inventor, I hereby declare that:

My residence, post office address and citizenship are as stated below next to my name,

I believe I am the original, first and sole inventor (if only one name is listed below) or an original, first and joint inventor (if plural names are listed below) of the subject matter which is claimed and for which a patent is sought on the invention entitled

Process for Making Toothpaste Using Agglomerated Dispersible Polymers

the specification of which

(check one)

☒ is attached hereto.

☐ was filed on _____ as United States Application No. or PCT International
Application Number _____
and was amended on _____

(if applicable)

I hereby state that I have reviewed and understand the contents of the above identified specification, including the claims, as amended by any amendment referred to above.

I acknowledge the duty to disclose to the United States Patent and Trademark Office all information known to me to be material to patentability as defined in Title 37, Code of Federal Regulations, Section 1.56.

I hereby claim foreign priority benefits under Title 35, United States Code, Section 119(a)-(d) or Section 365(b) of any foreign application(s) for patent or inventor's certificate, or Section 365(a) of any PCT International application which designated at least one country other than the United States, listed below and have also identified below, by checking the box, any foreign application for patent or inventor's certificate or PCT International application having a filing date before that of the application on which priority is claimed.

Prior Foreign Application(s)			Priority Not Claimed
_____ (Number)	_____ (Country)	_____ (Day/Month/Year Filed)	☐
_____ (Number)	_____ (Country)	_____ (Day/Month/Year Filed)	☐
_____ (Number)	_____ (Country)	_____ (Day/Month/Year Filed)	☐

29
28

I hereby claim the benefit under 35 U.S.C. Section 119(e) of any United States provisional application(s) listed below:

(Application Serial No.)	(Filing Date)
(Application Serial No.)	(Filing Date)
(Application Serial No.)	(Filing Date)

I hereby claim the benefit under 35 U. S. C. Section 120 of any United States application(s), or Section 365(c) of any PCT International application designating the United States, listed below and, insofar as the subject matter of each of the claims of this application is not disclosed in the prior United States or PCT International application in the manner provided by the first paragraph of 35 U.S.C. Section 112, I acknowledge the duty to disclose to the United States Patent and Trademark Office all information known to me to be material to patentability as defined in Title 37, C. F. R., Section 1.56 which became available between the filing date of the prior application and the national or PCT International filing date of this application:

(Application Serial No.)	(Filing Date)	(Status) (patented, pending, abandoned)
(Application Serial No.)	(Filing Date)	(Status) (patented, pending, abandoned)
(Application Serial No.)	(Filing Date)	(Status) (patented, pending, abandoned)

I hereby declare that all statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code and that such willful false statements may jeopardize the validity of the application or any patent issued thereon.

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

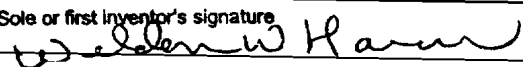
30
29

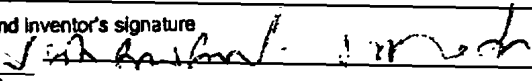
POWER OF ATTORNEY: As a named inventor, I hereby appoint the following attorney(s) and/or agent(s) to prosecute this application and transact all business in the Patent and Trademark Office connected therewith. (list name and registration number)

Hercules Incorporated, 1313 N. Market Str., Wilmington, Delaware 19894-0001, USA		Greenblum & Bernstein, PLC 1941 Roland, Clark Place, Reston, VA 22091, USA	
Boyd, Steven D., No. 31,000	Cairns, James A., No. 32,557	Bernstein, Bruce H.	No. 29,027
Edwards, David	27,293	Greenblum, Neil F.	28,394
Kuller, Mark D.	31,925	Rowland, James L.	32,674
Millikin, Margaret S.	38,969	Turk, Arnold	33,094
Morrison, Joyce L.	31,902		
O'Flynn O'Brien, Robert P.	35,629		
Rossi, Joanne Mary Fobare	43,061		
Sloan, Martin F.	38,618		
Wood, John L.	32,183		

Send Correspondence to: David Edwards
Hercules Incorporated
1313 North Market Street
Wilmington, DE 19894-0001 USA

Direct Telephone Calls to: (name and telephone number)
(302) 594-6974

Full name of sole or first inventor	Harcum, Weldon Wright	
Sole or first inventor's signature		Date 11/29/99
Residence	New Castle County Delaware	
Citizenship	USA	
Post Office Address	77 W. Cherokee Dr.	
	Newark, DE 19713 USA	

Full name of second inventor, if any	Modi, Jashawant J.	
Second inventor's signature		Date 11/29/99
Residence	New Castle County Delaware	
Citizenship	USA	
Post Office Address	57 Raphael Road, Bella Vista	
	Hockessin, Delaware 19707 USA	

REIVINDICACIONES

1. Se reivindica en un proceso para preparar una composición de cuidado oral que comprende al menos un polímero seco, soluble en agua o hinchable en agua, el mejoramiento que comprende substituir en lugar del polímero seco, soluble en agua o hinchable en agua, un polímero en partículas, soluble en agua o hinchable en agua (excluyendo la metilhidroxipropilcelulosa (MHPC) sola), que ha sido al menos parcialmente aglomerado por tratamiento con agua o una solución acuosa de un polímero y secado.
2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el polímero aglomerado, soluble en agua o hinchable en agua se hidrata en alcoholes polihídricos, agua o disolventes que contienen agua, de una manera esencialmente más rápida que el polímero soluble en agua o hinchable en agua no tratado, sin la formación de terrones de polímero o formación significativa de polvo.
3. El proceso de la reivindicación 1, en el que el polímero soluble en agua o hinchable en agua es un polisacárido.
4. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es al menos un miembro seleccionado del grupo consistente en éteres de celulosa (excluyendo MHPC sola), guar, derivados de guar, goma de algarroba, silio, goma arábiga, goma ghatti, goma Karaya, goma tragacanto, carrageenan, konjac, agar, alginatos, xantanos, escleroglucano, dextrano, peptina, almidón, derivados de almidón, chitina chitosan y alga marina de eucheimia procesada (PES).
5. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es al menos un éter de celulosa seleccionado del grupo consistente en celulosa de hidroxietilo (HEC), celulosa de hidroxipropilo (HPC), celulosa de metilhidroxietilo (MHEC) soluble en agua, celulosa de carboximetilo (CMC), celulosa de carboximetilhidroxietilo (CMHEC), celulosa de hidroxipropilhidroxietilo (HPHEC), celulosa de metilo (MC), celulosa de metilhidroxipropilo (MHPC) (cuando se utiliza en combinación con otros polímeros), celulosa de metilhidroxietilo (MHEC), celulosa de carboximetilmetilo (CMMC), celulosa de carboximetilo hidrofóbicamente modificada (HMC MC), celulosa de hidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMHEC), celulosa de

hidroxipropilo hidrofóbicamente modificada (HMHP), celulosa de etilhidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMEHEC), celulosa de carboximetilhidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMCMEC), celulosa de hidroxipropilhidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMHPHEC), celulosa de metilo hidrofóbicamente modificada (HMMC), celulosa de metilhidroxipropilo hidrofóbicamente modificada (HMMHP), celulosa de metilhidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMMHEC), celulosa de carboximetilmetilo hidrofóbicamente modificada (HMCMMC), celulosa catiónica de hidroxietilo (HEC catiónica) y celulosa de hidroxietilo catiónica hidrofóbicamente modificada (HMEHEC catiónica).

6. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es al menos un derivado de guar seleccionado del grupo consistente en guar de carboximetilo (guar de CM), guar de hidroxietilo (guar de HE), guar de hidroxipropilo (guar de HP), guar de carboximetilhidroxipropilo (guar de CMHP), guar catiónico, guar hidrofóbicamente modificado (guar HM), guar de carboximetilo hidrofóbicamente modificado (guar de HMC), guar de hidroxietilo hidrofóbicamente modificado (guar de HME), guar de hidroxipropilo hidrofóbicamente modificado (guar de HMHP), guar de hidroxipropilo catiónico hidrofóbicamente modificado (guar de HMHP catiónico), guar de carboximetilhidroxipropilo hidrofóbicamente modificado (guar de HMCMP) y guar catiónico hidrofóbicamente modificado (guar catiónico HM).
7. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido se selecciona del grupo consistente en celulosa de carboximetilo, carrageenan, xantano, guar, PES, almidón, derivados de almidón, pectina y mezclas de los mismos.
8. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es celulosa de carboximetilo.
9. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es carrageenan.
10. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es una mezcla de celulosa de carboximetilo y carrageenan.
11. El proceso de la reivindicación 1, en el que el polímero sintético soluble en agua o hinchable en agua es un homopolímero o un copolímero que comprende un monómero de ácido acrílico o sal de ácido acrílico, un homopolímero o copolímero que

- comprende óxido de etileno u óxido de propileno, un copolímero de poli(éter de metilvinilo/anhídrido maléico) y polivinilpirrolidona.
12. El proceso de la reivindicación 1, en el que el polímero soluble en agua o hinchable en agua es una mezcla de un polisacárido y un polímero sintético.
 13. El proceso de la reivindicación 12, en el que el polisacárido se selecciona del grupo consistente en CMC, HEC, carrageenan y goma xantano.
 14. El proceso de la reivindicación 13, en el que el polímero sintético se selecciona del grupo consistente en un homopolímero o un copolímero que comprende un monómero de ácido acrílico o sal de ácido acrílico y un homopolímero o copolímero que comprende un monómero de óxido de etileno u óxido de propileno.
 15. El proceso de la reivindicación 1, en el que la composición de cuidado oral es un dentífrico o un adhesivo dental.
 16. El proceso de la reivindicación 15, en el que la composición de cuidado oral es una composición de dentífrico y comprende además un abrasivo dental y un humectante.
 17. El proceso de la reivindicación 16, en el que el humectante es un alcohol polihídrico.
 18. El proceso de la reivindicación 17, en el que el alcohol polihídrico se selecciona del grupo consistente en glicerol, sorbitol, polietilenglicol, propilenglicol y mezclas de los mismos.
 19. El proceso de la reivindicación 1, en el que se prepara al menos un polímero en partículas, parcialmente aglomerado, soluble en agua o hinchable en agua, mojado en agua o una solución acuosa del polímero sobre las partículas del polímero soluble en agua o hinchable en agua y secando las partículas.
 20. El proceso de la reivindicación 19, en el que el rociamiento de agua o solución acuosa del polímero sobre las partículas tiene lugar en un lecho fluidizado.
 21. El proceso de la reivindicación 1, en el que el dentífrico comprende además ingredientes seleccionados del grupo consistente en espesador secundario, sabores, hierbas, dulcificadores, preservativos, detergente, agentes tensoactivos, agentes antibacterianos, agentes colorantes, opacificador, agente de amortiguación, agentes de captación, formador de película, agentes antiplaca, agentes para control de sarro,

vitamina, agentes antimicrobianos, refrescante de la respiración, agente para blanqueado de dientes y fluoruros.

22. Una composición de cuidado oral preparada por el proceso de la reivindicación 1.
23. El proceso de la reivindicación 21, en el que el dentífrico no contiene ningún alcohol polihídrico.
24. El proceso de la reivindicación 16, en el que el dentífrico es anhidro.
25. El proceso de la reivindicación 15, en el que el dentífrico no contienen ningún humectante ni ningún disolvente orgánico.
26. El proceso de la reivindicación 15, en el que el adhesivo dental está en la forma de un polvo o pasta.
27. El proceso de la reivindicación 26, en el que la pasta comprende un polisacárido, viscosificador, adhesivo secundario, vehículo, relleno, sabor, color, agente humectante, ayuda de extrusión y humectante.
28. El proceso de la reivindicación 26, en el que el polvo comprende un polisacárido, adhesivo secundario, viscosificador, relleno, sabor y un agente antipastel.

PROCESO PARA LA PRODUCCION DE COMPOSICIONES DE CUIDADO ORAL UTILIZANDO POLIMEROS DISPERSABLES AGLOMERADOS

Resumen

5 Un proceso mejorado para la preparación de una composición de cuidado oral de
mezclar al menos un ingrediente seco de cuidado oral y un polímero seco, soluble en agua o
hinchable en agua, el mejoramiento consiste en reemplazar el polímero seco, soluble en agua o
hinchable en agua con un polímero soluble en agua o hinchable en agua en partículas que han
sido al menos parcialmente aglomeradas por tratamiento con agua o una solución acuosa de
10 polímero o polímeros y secar las partículas aglomeradas.

15

20

25

PROCESO PARA LA PRODUCCION DE COMPOSICIONES DE CUIDADO ORAL UTILIZANDO POLIMEROS DISPERSABLES AGLOMERADOS

5 Esta invención se relaciona con el uso de una composición de un polímero soluble en agua o hinchable en agua, aglomerado por tratamiento con agua o una solución acuosa del polímero y el secado para producir composiciones de cuidado oral.

 Las composiciones de cuidado oral generalmente se refieren a dentífricos y adhesivos dentales. Las formulaciones de dentífricos generalmente contienen un abrasivo dentalmente
10 aceptable, un humectante, agua y un polímero soluble en agua que sirve como un espesador o aglutinador para los ingredientes. Se utilizan también en bajos niveles una variedad de otros ingredientes, tales como sabores, color, vitaminas, antiplaca, anti-sarro, refrescantes de la respiración, color, dulcificantes, preservativos y fluoruros. El glicerol y el sorbitol (generalmente como una solución acuosa) son los humectantes de dentífricos más
15 comúnmente utilizados y, dependiendo de las características deseadas en el producto, pueden incorporarse también polietilenglicol o propilenglicol. Cuatro tipos de dentífricos se producen generalmente: 1) crema, 2) gel transparente o translúcido, 3) cintas de crema y gel y 4) polvos secos.

 Los espesadores o aglutinantes empleados para dentífricos son celulosa de
20 carboximetilo (CMC), celulosa de hidroxietilo (HEC), sílice, silicato de aluminio o magnesio, carrageenan, xantano, guar, alginato o ácidos poliacrílicos, sales de ácidos poliacrílicos, polímeros de óxido de etileno, copolímero de óxido de etileno y óxido de propileno, alga marina eucheimia procesada (PES), almidón, derivados de almidón, peptina y agar.

 En el proceso de fabricación del dentífrico, la incorporación de un polímero aglutinante
25 seco soluble en agua en la composición presenta frecuentemente dificultades por causa de la tendencia a formar terrones cuando los polímeros secos se agregan y se dispersan en sistemas acuosos. Esto aumenta el tiempo requerido para obtener una hidratación uniforme o una

dispersión uniforme del polímero aglutinante. Y algunas veces, porciones del polímero podrían permanecer en el dentífrico en forma de gel parcialmente hidratado. Esto puede no solamente afectar a la estabilidad de anaquel del dentífrico y su reología, sino que también haría al dentífrico estéticamente inaceptable. Un problema que surge una y otra vez en la industria del dentífrico es hacer un polímero que sea universalmente dispersable sin tener en cuenta el ambiente en el que se va a utilizar. La producción de un polímero dispersable, basado en una formulación en partículas ha sido ya hecha antes de la presente invención, pero se produce una formulación de polímero específica. Por consiguiente, existe la necesidad en la industria de un método para incorporar universalmente polímeros aglutinantes solubles en agua en las formulaciones de dentífricos, con el que se consigan productos libres de polvo y libres de terrones, un rápido desarrollo de la viscosidad y una reducción del tiempo de preparación de los lotes. Y se permita el conveniente manejo del aglutinante.

La Patente de Estados Unidos N°5.869.029 expone una composición de dentífrico que utiliza una composición aglomerada de un polímero soluble en agua al menos parcialmente aglomerado por tratamiento con al menos un poliol. La Patente de Estados Unidos N°3.396.034 expone un proceso para convertir un material de éter de celulosa en partículas difícil de dispersar o una goma vegetal en un material en partículas libre de polvo y fácilmente dispersable, sometiendo las partículas finas a un rociamiento con agua en una cantidad suficiente para producir una hidratación superficial. La Patente de Estados Unidos N°4.557.938 expone un proceso para preparar goma vegetal aglomerada dispersable/partículas portadoras mezclando en seco el portador en partículas, tales como el almidón y la goma vegetal, en un secador de lecho fluido. La goma vegetal fluidizada y las partículas de almidón se rocían con agua para humedecer la superficie de las partículas para producir la aglomeración. La patente de Estados Unidos N°3.455.714 expone la aglomeración de un polímero soluble en agua con éter de celulosa soluble en agua que no tiene una tendencia a aglomerarse cuando se agrega al agua. La Patente japonesa N°93075369 B expone un método para rociar agua sobre una pasta en polvo soluble en agua bajo estado fluidizado y secar los

gránulos formados. La pasta en polvo inicial puede ser hidroxipropilcelulosa o carboximetilcelulosa entre otros polímeros.

Ninguna de las patentes anteriores expone el uso de un polímero soluble en agua o hinchable en agua, aglomerado con agua o un polímero acuoso, en composiciones de cuidado oral.

Esta invención se relaciona con un proceso mejorado para preparar una composición de cuidado oral que comprende al menos un polímero seco, soluble en agua o hinchable en agua (excluyendo solamente la metilhidroxipropilcelulosa), el mejoramiento que comprende substituir en lugar del polímero seco, soluble en agua o hinchable en agua, un polímero en partículas, soluble en agua o hinchable en agua que ha sido al menos parcialmente aglomerado por tratamiento con agua sola o una solución acuosa de un polímero o polímeros solubles en agua y secar. El polímero en partículas, soluble en agua o hinchable en agua, que ha sido al menos parcialmente aglomerado por dicho tratamiento con agua sola o una solución acuosa del polímero soluble en agua y secado, se hidrata en alcohol polihídrico, agua o disolventes que contienen agua de una manera substancialmente más rápida que el correspondiente polímero no tratado, soluble en agua o hinchable en agua, sin la formación de terrones del polímero y estado libre de polvo.

Se ha observado sorprendentemente que un polímero en partículas, soluble en agua o hinchable en agua, al menos parcialmente aglomerado por tratamiento con agua sola o una solución acuosa del polímero y secado tiene una mayor dispersabilidad sin producir polvo ni la formación de terrones del polímero en la preparación de composiciones de cuidado oral. La aglomeración se define aquí como la agregación de partículas individuales resultando en un aumento en el tamaño de partículas del material en partículas.

Cualquier polímero natural o sintéticos, soluble en agua o hinchable en agua, puede emplearse para preparara la composición de esta invención. Los polímeros preferidos solubles en agua o hinchables en agua son los polisacáridos. Los polisacáridos útiles pueden incluir, pero sin limitarse a, éteres de celulosa, guar, derivados de guar, goma de algarroba, silio, goma

} P/d

arábica, goma ghatti, goma karaya, goma tragacanto, carrageenan, Komjac, agar, alginatos, xantano, escleroglucano, dextrano, pectina, almidón, derivados de almidón, chitina y chitosan.

Los polisacáridos preferidos son éter de celulosa, carrageenan, guar, derivados de guar y pectina.

5 Los éteres de celulosa para utilizarse en la invención incluyen celulosa de hidroxietilo (HEC); celulosa de hidroxipropilo (HPC), celulosa de etilhidroxietilo soluble en agua (EHEC), celulosa de carboximetilo (CMC), celulosa de carboximetilhidroxietilo (CMHEC), celulosa de hidroxipropilhidroxietilo (HPHEC), celulosa de metilo (MC), celulosa de metilhidroxipropilo (MHPC) (cuando se utiliza en combinación con otros polímeros, celulosa de metilhidroxietilo
10 (MHEC), celulosa de carboximetilmetilo (CMMC), celulosa de carboximetilo hidrofóbicamente modificada (HMCMC), celulosa de hidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMHEC), celulosa de hidroxipropilo hidrofóbicamente modificada (HMHP), celulosa de etilhidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMEHEC), celulosa de carboximetilhidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMCMEC), celulosa de
15 hidroxipropilhidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMHPHEC), celulosa de metilo hidrofóbicamente modificada (HMMC), celulosa de metilhidroxipropilo hidrofóbicamente modificada (HMMHP), celulosa de metilhidroxietilo hidrofóbicamente modificada (HMMHEC), celulosa de carboximetilmetilo hidrofóbicamente modificada (HMCMMC), celulosa de hidroxietilo catiónica (HEC catiónica) y celulosa de hidroxietilo catiónica
20 hidrofóbicamente modificada (HMHEC catiónica). El éter de celulosa preferido es celulosa de carboximetilo.

Los derivados de guar para utilizarse en la invención incluyen guar de carboximetilo (guar de CM), guar de hidroxietilo (guar de HE), guar de hidroxipropilo (guar de HP), guar de carboximetilhidroxipropilo (guar de CMHP), guar catiónico, guar hidrofóbicamente
25 modificado (guar HM), guar de carboximetilo hidrofóbicamente modificado (guar de HMC), guar de hidroxietilo hidrofóbicamente modificado (guar de HMHE), guar de hidroxipropilo hidrofóbicamente modificado (guar de HMHP), guar de hidroxipropilo catiónico hidrofóbicamente modificado (guar catiónico de HMHP), guar de

carboximetilhidroxipropilo hidrofóbicamente modificado (guar de HMCMHP) y guar catiónico hidrofóbicamente modificado (guar catiónico HM).

Los polisacáridos más preferidos para utilizarse en la preparación de las composiciones de cuidado oral de esta invención son celulosa de carboximetilo y carrageenan o mezclas de los mismos. El más preferido es celulosa de carboximetilo.

Los polímeros sintéticos solubles en agua o hinchables en agua son un homopolímero o un copolímero que comprende un monómero de ácido acrílico o sal de ácido acrílico, un homopolímero o un copolímero que comprende óxido de etileno u óxido de propileno, un copolímero de poli(éter de metilvinilo/anhidrido maléico) y polivinilpirrolidona. El polímero sintético preferido es un homopolímero o un copolímero que comprende un monómero de ácido acrílico o sal de ácido acrílico.

El agua o una solución acuosa de un polímero o polímeros es un agente de aglomeración ideal porque estos componentes ya se utilizan en las formulaciones de dentífricos. Por lo tanto, estos agentes no están agregando ningún nuevo o indeseable ingrediente que puede ser indeseable en algunas formulaciones. En otras palabras, el polímero se considera nitido, es decir, uno que no tiene en él ningún material extraño que afecte o limite el producto final del dentífrico.

Las composiciones aglomeradas pueden prepararse el polímero en partículas con agua o una solución acuosa del polímero o polímeros. Pueden emplearse para la operación unidades de rociamiento de lecho fluidizado comercialmente disponibles

Los polímeros aglomerados solubles en agua o hinchables en agua de esta invención se hidratan o se disuelven sin espolvorearlos en agua o disolventes que contienen agua o alcohol polihídrico de una manera esencialmente más rápida que los correspondientes polímeros solubles en agua o hinchables en agua no tratados. Esta velocidad de hidratación o disolución se mide utilizando un Haake Visco Tester 501, que mide la cantidad de torsión (fuerza) necesaria para mantener la rotación del sensor en la solución a una velocidad establecida (400 rpm), según se hidrata el polímero y se produce el espesamiento. El tiempo de hidratación se considera que es el tiempo en minutos que lleva conseguir un 95% de viscosidad final, cuando

la viscosidad final se toma como el promedio de la viscosidad en los últimos 5 minutos durante un experimento de 1 hora.

En este trabajo, la hidratación en agua se determinó a 25°C y/o 55°C. por ejemplo, bajo las condiciones antes indicadas, la celulosa de carboximetilo no tratada formó terrenos
5 inmediatamente y necesitó después aproximadamente 15 minutos para conseguir una viscosidad del 95%; mientras que la celulosa de carboximetilo aglomerada por el tratamiento con agua o una solución acuosa de CMC se dispersó y se disolvió rápidamente en menos de 5 minutos.

Otra ventaja de estos polímeros aglomerados es que la aglomeración sirve para reducir
10 la cantidad de formación de polvo que ocurre cuando se manejan los polímeros no tratados. Por lo tanto, estos reduce en la industria los problemas tanto de salud como de seguridad (por ejemplo, el suelo resbaladizo o la inhalación de polvo).

En la presente invención, el proceso de revestimiento por aglomeración-rociamiento puede utilizarse para el revestimiento de un solo polímero o de una mezcla de polímeros. De
15 manera semejante, la solución de revestimiento por rociamiento puede ser del mismo polímero como el polímero base o de un polímero diferente o una mezcla de polímeros. La solución de revestimiento por rociamiento del polímero podría ser de un disolvente tal como agua (cuando se utilizan polímeros de CMC, HEC, HPC, guar, pectina, ácido acrílico con enlace cruzado), agua/etanol (cuando se utiliza guar o HPC, HPMC, HEC, HP), etanol (cuando se utilizan
20 HPC, polímeros de ácido acrílico con enlace cruzado y HMTTC), polietilenglicol (cuando se utiliza HPC), propilenglicol (cuando se utiliza HPC o ácidos acrílicos de enlace cruzado) o glicerol (cuando se utiliza HEC), etanol/polietilenglicol (cuando se utiliza HPC).

La solución de revestimiento por rociamiento podría también contener ingredientes de las formulaciones de cuidado oral, tales como un agente de amortiguación, vitaminas, agente
25 de blanqueado, color, sabor, abrasivo, refrescante de la respiración, sales, agua, humectantes, disolventes orgánicos, un agente antimicrobiano, un agente antiplaca, un agente anticavidad, para una distribución más uniforme de los ingredientes activos a lo largo de toda la formulación.

El dentífrico de esta invención contiene abrasivos, humectantes y polímeros solubles en agua. Los humectantes se utilizan para retener la humedad en el dentífrico, particularmente en el extremo de boquilla del tubo donde el dentífrico puede estar en contacto prolongado con el aire. Los polímeros solubles en agua sirven como espesadores y aglutinantes para los
5 ingredientes. Pueden también utilizarse en bajos niveles una variedad de otros ingredientes, tales como un espesador secundario (arcilla, sílice, polímeros sintéticos), sabores, color, agente de blanqueado de dientes, sales (por ejemplo, NaCl, benzoato de Na, pirofosfato de tetrasodio), dulcificantes, preservativos, detergentes, opacificadores, agentes de captación, formadores de película, vitaminas, un agente antimicrobiano, agentes para el blanqueado de
10 dientes, agentes de control del sarro, agentes de control de placa y fluoruro.

Los abrasivos dentales que se utilizan en el dentífrico de esta invención son típicamente sílice y sales inorgánicas esencialmente insolubles. Las sales inorgánicas preferidas son fosfato de dicalcio, carbonato de calcio, fosfato de calcio dibásico, fosfato de calcio tribásico, sulfato de calcio, bicarbonato de sodio, metafosfato de sodio insoluble, óxido
15 de aluminio hidratado y carbonatos y fosfatos de magnesio. La sílice y los xerogeles de sílice son particularmente útiles para los dentífricos translúcidos o transparentes.

Los humectantes típicos para utilizarse en el dentífrico de esta invención, incluyen glicerol, sorbitol, propilenglicol o mezclas de los mismos, que se mezclan con un vehículo humectante apropiado, tal como agua. Otros alcoholes polihídricos podrían también utilizarse
20 como humectantes, tales como ribitol, xilitol, manitol, arahitol, polietilenglicol y mezclas de los mismos.

El dentífrico puede contener polioles a un nivel desde aproximadamente 0.5 a aproximadamente 99.5% por peso en base al peso total del dentífrico. Un nivel preferido es desde aproximadamente 2 a aproximadamente 50% por peso, y un nivel más preferido es
25 desde aproximadamente 10 a aproximadamente 30% por peso.

Para la preparación del dentífrico de esta invención, el polímero soluble en agua o hinchable en agua que ha sido aglomerado por tratamiento con agua o solución acuosa del polímero se agita con: a) un humectante o una mezcla de humectantes; b) un vehículo

humectante, muy típicamente agua; o) sales, colorantes y activos de dentífrico, d) abrasivo; e) agentes tensoactivos; y f) sabores para obtener una formulación de dentífrico completa. En un método preferido de preparación, el polímero soluble en agua aglomerado se agrega directamente a la mezcla de humectantes y el vehículo humectante y se agita hasta que las partículas del polímero estén totalmente disueltas o hinchadas; después, se agregan cualesquiera sales, seguido por un abrasivo. El abrasivo se agrega después de completar la disolución de las sales. La mezcla se agita hasta que las partículas del abrasivo se humedecen para formar una pasta; entonces se agrega el agente tensoactivo, seguido por la agregación de sabores.

10 De acuerdo con esta invención, la composición de cuidado oral puede estar en la forma de un adhesivo dental. Un adhesivo dental es necesario principalmente cuando la dentadura encaja mal en las encías. La función del adhesivo dental es ayudar a retener la dentadura en la boca y proporcionar un almohadillado (para reducir las molestias) para las encías. Los adhesivos dentales proporcionan un grado extra de seguridad durante la comida y la conversación. Las características deseadas en el adhesivo dental, entre otras, son que debe ser: 15 fácil de extruir desde su envase y fácil de aplicar, estable al crecimiento microbiano, no tóxico, no irritante, inodoro, sin sensación grasienta en la boca y fácil de limpiar.

Generalmente, los adhesivos dentales están en la forma de cremas o polvos. Las cremas incluyen típicamente un adhesivo, por ejemplo, CMC, copolímero de poli(éter de metilvinilo/anhidrido maléico), comercializado bajo la marca comercial Gantrez por ISP Co. 20 do Wayne, New Jersey, karaya, óxido de polietileno, gelatina, etc.), un vehículo (por ejemplo, petrolato, aceite mineral, cera, parafina), un relleno (por ejemplo, óxido de magnesio), sabor, color, preservativo, agente humectante, ayuda de extrusión y humectante. Los polvos son casi similares a las cremas en la composición, excepto que no contienen un vehículo líquido. El 25 polvo puede contener además un agente anti-pastel, tal como sílice.

Esta invención se ilustrará todavía más por los siguientes ejemplos, que son solamente para propósito de ilustración y no se pretende que sean limitantes. Todos los porcentajes o partes son por peso, a no ser que se indique de otra manera.

En todos los ejemplos, excepto cuando se hace notar de otra manera, los polímeros fueron tratados en una unidad de rociamiento desde arriba, un Procesador de Lecho Fluido de Glatt (Modelo GPCG-5) con agua o soluciones acuosas del polímero al 1%. Después que se consiguieron los apropiados tamaños de partículas, las muestras fueron luego secadas en el
3 Procesador de Lecho Fluido de Glatt con una temperatura del aire caliente de entrada de aproximadamente 65°C y un contenido de humedad en las muestras por debajo del 9%, y después se enfriaron hasta la temperatura ambiente. Los tamaños de los lotes eran aproximadamente de 3 Kg.

Ejemplos 1-4

10 Los Ejemplos 1-4 demuestran la experimentación de la celulosa de carboximetilo aglomerada por tratamiento con agua y una solución acuosa del polímero. La celulosa de carboximetilo era o bien CMC 9M31XF o CMC 7MXF (disponible en Hercules Incorporated, Wilmington, DE).

Las muestras aglomeradas y los controles no tratados fueron evaluados en cuanto a sus
15 características de dispersabilidad e hidratación/disolución en agua desionizada a 25°C y/o 55°C, utilizando un viscómetro Haake VT501 equipado con un sensor FL 10. Este instrumento mide la cantidad de torsión (fuerza) necesaria para mantener la rotación del sensor en la solución a la velocidad establecida (400 rpm) según el polímero se hidrata y se produce el espesamiento. Los datos se convierten después matemáticamente por computadora en
20 viscosidad (cps) y % de viscosidad final.

El tiempo de hidratación reportado en las Tablas 1 y 2 es el tiempo en minutos necesario para alcanzar el 95% de la viscosidad final. El 100% de viscosidad es la viscosidad promedio de los últimos 5 minutos de una prueba de hidratación de 1 hora.

Los datos están en la Tabla 1. Se presentan los Ejemplos Comparativos A y B para
25 mostrar el tiempo de hidratación de la celulosa de carboximetilo no tratada.

Los datos indican que el tiempo de hidratación y el polvo quedan substancialmente reducidos por la aglomeración con agua o una solución acuosa del polímero.

Tabla 1
Aglomeración de CMC por Tratamiento con Solución Acuosa del Polímero o Agua

Ejemplo Nº	Polímero	Disolución	Manejabilidad y formación de polvo	Tiempo para viscosidad del 25% del 25°C. minutos	Tiempo para viscosidad del 25% del 50°C. minutos
1	CMC 9M31XF	Agua	Muchos terrones grandes	18.4	23.4
2	CMC 9M31XF	Solución de CMC 9M31XF	Nada de terrones Nada de Polvo	1.8	0.6
3	CMC 7MXF	Solución de CMC 7MXF al 1%	Nada de Terrones Nada de Polvo	0.6	0.6
4	CMC 7MXF	Agua	Muchos Terrones/Polvo	24	25
5	CMC 7MXF	Solución de CMC 7MXF al 1%	Nada de Terrones Nada de Polvo	0.6	0.6
6	CMC 7MXF	Agua	Nada de Terrones Nada de Polvo	0.3	0.6

*Muchos terrones grandes al comienzo de la prueba de hidratación, permaneciendo unas pocas después de 60 minutos. CMC 9M31XF: es carboximetilcelulosa aniónica. Tiene una substitución de carboximetilo entre 0.8 y 0.95; y tiene una viscosidad Brookfield de 1,500-3,100 cps al 2.0% y a 25°C. Está disponible en Hercules Incorporated, Wilmington, DE.

CMC 7MXF: es una carboximetilcelulosa aniónica. Tiene una substitución de carboximetilo entre 0.65 y 0.9; y tiene una viscosidad Brookfield de 400-800 cps al 2.0% y a 25°C. Está disponible en Hercules Incorporated, Wilmington, DE.

Ejemplos 5-11

Estos ejemplos ilustran la aglomeración de Natrosol® 250H, HMHEC 2, y una mezcla 1/1 de HMHEC 2 y el producto Benecel® MP 843 por tratamiento con una solución acuosa del polímero y con agua sola. Los datos están en la Tabla 2. Los Ejemplos Comparativos C, D1, D2, D3, E y F se presentan para mostrar el tiempo de hidratación del polímero no tratado. Estos Ejemplos Comparativos D1, D2 y D3 muestran que el producto Benecel solo no produce una mejora sobre la especialidad anterior. Sin embargo, el Ejemplo 9 sí muestra una mejora sobre la especialidad anterior cuando el producto Benecel se utiliza en combinación con otro polímero.

Los datos indican que se redujo la formación de polvo por aglomeración con agua o una solución acuosa del polímero.

Tabla 2**Aglomeración de HMHEC 2, Natrosol y Benecel #43 por Tratamiento con Solución****Agua o del Polímero o Agua**

Ejemplo en N°	Polímero	Tratamiento	Observación: Formación de polvo	Tiempo para viscosidad del 95% a 25° minutos	Tiempo para viscosidad del 95% a 25° minutos
C	HMHEC 2	-----	Nada de Trazas Polvo	3.4	2.4
3	HMHEC 2	Agua	Nada de Trazas Nada de Polvo	3.8	2.7
6	HMHEC 2	FRMHEC 2	Nada de Trazas Nada de Polvo	4.6	-
101	Benecel® MP#43	-----	Trazas/Polvo	218	-
102	Benecel® MP#43	Agua	Nada de Trazas Polvo	160	-
103	Benecel® MP#43	Solución de Benecel® MP#43	Trazas Nada de Polvo	160	-
5	Natrosol® 250H	-----	Nada de Trazas Polvo	14	9
7	Natrosol® 250H	Agua	Nada de Trazas Nada de Polvo	11.6	10.4
8	Natrosol® 250H 1:1 Benecel	Solución de Natrosol 250H	Nada de Trazas Nada de Polvo	17	-
1	MP#43/HMHEC 2	-----	Cuando pasa Trazas/Polvo	6.4	-
9	1:1 Benecel® MP#43/HMHEC 2	HMHEC 2	Nada de Trazas Nada de Polvo	5.5	-

HMHEC 2 : hidroxietilcelulosa hidrofóbicamente modificada. Es noiónica y tiene una viscosidad con

- 3 solución acuosa al 1.5% de aproximadamente 2.000 cps a 25°C. Está disponible en Hercules Incorporated de Wilmington, Delaware.

Benecel® MP#43; metilcelulosa de hidroxipropilo. Es noiónica y tiene una viscosidad con solución acuosa al 2.5% de aproximadamente 4.000 cps a 20°C. Está disponible en Hercules Incorporated de Wilmington, Delaware.

- 10 Natrosol® 250H: celulosa de hidroxietilo. Es noiónica y tiene una viscosidad con solución acuosa al 1.0% de 1.500 a 2.500 cps a 25°C. Está disponible en Hercules Incorporated de Wilmington, Delaware.

Ejemplos 10 y 11 y Ejemplos Comparativos G

Estos Ejemplos ilustran la formulación basada en abrasivo de fosfato de dicalcio del dentífrico, utilizando celulosa de carboximetilo aglomerada por tratamiento con agua o con

solución de polímero. Los Ejemplos Comparativos demuestran la formulación de las composiciones de control en la que se utilizó celulosa de carboximetilo no tratada.

Los Ejemplos 10 y 11 ilustran la preparación del dentífrico a la temperatura ambiente utilizando celulosa de carboximetilo CMC 9M31XF que fue aglomerada por tratamiento con agua y con solución al 1.5% de CMC 9M31XF, respectivamente. El Ejemplo Comparativo G demuestra formulaciones similares en las que la CMC 9M31XF no fue tratada. Los ingredientes y los niveles de ingredientes para cada formulación se enumeran en la Tabla 3.

Tabla 3
Formulaciones de Dentífricos, % por peso

Ingrediente	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo Comparativo G
CMC 9M31XF aglomerada con agua	0.90		
CMC 9M31XF aglomerada con solución al 1% de 9M31XF		0.90	
CMC 9M31XF			0.90
Glicerol	60.00	60.00	60.00
Sorbitol (solución acuosa al 70%)	35.43	35.43	35.43
Agua Destilada	8.99	8.99	8.99
Fosfato de Dicalcio, dihidrato	45.0	45.0	45.0
Pirofosfato de Tetrasodio	0.42	0.42	0.42
Sacarina de Sodio	0.20	0.20	0.20
Monofluorofosfato de Sodio	0.76	0.76	0.76
Benzato de Sodio	0.50	0.50	0.50
Agua Destilada	6.25	6.25	6.25
Sabor	0.55	0.55	0.55
Sulfato de Laurilo de Sodio	1.00	1.00	1.00

Para las formulaciones de dentífricos (Ejemplos 10, 11 y Ejemplo Comparativo G), se utilizó el siguiente procedimiento:

1. Pirofosfato de tetrasodio (0.42 partes), sacarina de sodio (0.20 partes), monofluorofosfato de sodio (0.76 partes) y benzoato de sodio (0.50 partes) se agregaron a 6.25 partes de agua con agitación y se calentó hasta aproximadamente 60°C para que se disolvieran.

2. Se agregó la celulosa de carboximetilo (0.9 partes) a la solución de sorbitol (35.43 partes) en una cubeta y se agitó durante 15 minutos o hasta que se dispersara adecuadamente. Se agregaron después 8.99 partes de agua y la mezcla resultante se agitó durante 15 a 30 minutos asegurándose de que el polímero estaba completamente hidratado (ningún gel). Después, se agregó la solución de sal caliente del Paso 1 con agitación, que se continuó durante 15 minutos o hasta la homogeneidad (nada de terrones ni geles). La mezcla fue después transferida a una mezcladora planetaria doble Ross.

3. Se agregó a la mezcladora el dihidrato de fosfato de dicalcio (DCP) (45.00 partes) y el mezclado se continuó durante 10 minutos para humedecer completamente el DCP. Se abrió después la mezcladora y se rasparon hacia abajo los batidores y las paredes del recipiente. Se cerró después la mezcladora; se aplicó vacío; y se continuó el mezclado a alta velocidad durante 20 minutos o hasta que la mezcla quedó suave.

4. Se agregó después el sulfato de laurilo de sodio (1.00 partes) y se continuó el mezclado durante 5 minutos a baja velocidad sin vacío. Después, se agregó el sabor (0.55 partes) seguido por el mezclado durante 2 minutos a baja velocidad. Se abrió después la mezcladora y se rasparon hacia abajo los batidores y las paredes del recipiente. Se cerró después la mezcladora; se aplicó vacío; y se continuó el mezclado a velocidad media durante 15 minutos. Se cerró después la mezcladora; se rompió el vacío; y se sacó el dentífrico para su envasado.

Ejemplos 12 y Ejemplos Comparativos H

Estos Ejemplos ilustran la formulación de dentífrico basado en abrasivo de carbonato de calcio, utilizando celulosa de carboximetilo 9M31XP aglomerada por tratamiento con agua. Los Ejemplos Comparativos muestran la formulación de las composiciones de control en las que se utilizó celulosa de carboximetilo no tratada. En la Tabla 4 se enumeran los ingredientes y los niveles de los ingredientes para cada formulación.

Tabla 4

Formulaciones de Dentífrico, % por peso

<u>Ingrediente</u>	<u>Ejemplo 14</u>	<u>Ejemplo Comparativo II</u>
CMC 9M31XF aglomerada con agua	1.20	
CMC 9M31XF		1.20
Glicerol	00.00	00.00
Sorbitol (solución acuosa al 70%)	24.00	24.00
Agua Destilada	20.6	20.6
Carbonato de Calcio	48.0	48.0
Sacarina de Sodio	0.20	0.20
Monofluorofosfato de Sodio	0.80	0.80
Benzoato de Sodio	0.20	0.20
Sabor	0.50	0.50
Sulfato de Laurilo de Sodio (33%)	4.5	4.5

Para las formulaciones de dentífrico (Ejemplos 12 y Ejemplo Comparativo H), se utilizó el siguiente procedimiento:

Se dispersó CMC en solución de sorbitol y agua mientras se agitaba. Se continuó la agitación hasta que la CMC quedó totalmente hidratada y no se observó nada de gel.

5 La CMC aglomerada se dispersó fácilmente sin terrones ni polvo. La formación de terrones de CMC se observó con la CMC de control no aglomerada. Después, durante el mezclado, se agregaron sacarina de sodio y benzoato de sodio. El mezclado se continuó hasta que no se observó ningún terrón. La pasta fue después transferida a una mezcladora planetaria doble Ross. Se agregó el carbonato de calcio abrasivo a la

10 mezcladora y se mezcló durante 10 minutos a baja velocidad hasta humedecer completamente el abrasivo. Se abrió la mezcladora para raspar hacia abajo el batidor de agitación y las paredes de la mezcladora Ross. Se cerró la mezcladora y se mezcló a alta velocidad hasta que el dentífrico se presentó suave. Se agregaron sulfato de laurilo de sodio detergente y sabor y se mezcló bajo vacío a baja velocidad durante 5 minutos

15 y después a velocidad media durante 5 minutos. El dentífrico fue después envasado en tubo y jarras de vidrio.

Ejemplo 13

Los polímeros en este estudio fueron evaluados en una formulación de adhesivo de dentadura del modelo de crema, que consistió en 50% por peso de CMC, 45% por peso de petrolato y 5% por peso de aceite mineral. Debe hacerse notar que el valor de adherencia queda afectado no solamente por el tipo de adhesivo y su nivel sino también por la proporción del petrolato con respecto al aceite mineral.

Se prepararon lotes de cien gramos de adhesivo de dentadura conforme a la siguiente fórmula:

	Petrolato	45.0 % por peso
10	Acetate mineral	5.0 % por peso
	CMC 7H3XF	50.0 % por peso
	Total	100.0 % por peso

El petrolato y el aceite mineral fueron pesados dentro de una cubeta de 250 ml. La cubeta fue después colocada en un baño de aceite circulante calentado hasta 67°C. Los contenidos se agitaron en la posición de velocidad más baja de una mezcladora Caframo que tenía dos propulsores de 1 1/4" de diámetro, espaciados por 1/4" uno de otro en el eje. Cuando los contenidos en la cubeta estaban a 65°C, se agregó el polímero lentamente mientras se ajustaba la velocidad de la mezcladora para mantener un remolino en la mezcla. Se continuó el mezclado durante 1 hora.

La CMC dispersable fluye libremente y estaba libre de polvo cuando se agregó a la mezcla de aceite mineral/petrolato en la cubeta.

Se preparó saliva artificial a partir de un concentrado de saliva artificial que tenía la composición siguiente:

	Tiocianato de Potasio	2.00
25	Cloruro de Potasio	14.00
	Fosfato de sodio, dibásico, 7-hidrato	2.00
	Fosfato de sodio, monobásico, monohidrato	1.80
	Agua desionizada, desgasada	1.000.00

TOTAL**1.019,80**

El concentrado de saliva artificial se diluyó como sigue:

Concentrado**1 parte por peso****Agua desionizada, desaguada****9 partes por peso****5****TOTAL****10 Partes por peso**

El pH del concentrado diluido de saliva artificial se ajustó a 7.0 con fosfato de sodio, dibásico, $7H_2O$.

Prueba de Compresión/Tensión Cíclicas de MTS:

El aparato incluía un mecanismo especialmente diseñado que tenía una placa superior de Plexiglas de 3" de diámetro y una placa inferior de Plexiglas de 2" diámetro, rodadas por un cilindro de Plexiglas de 4.5" de diámetro para formar un depósito. Se fabricaron adaptadores especiales para montarlos en el instrumento de MTS. Se dispensaron dos mililitros de la muestra de adhesivo dental desde una jeringa desechable de 5 ml y se esparció uniformemente sobre la etapa inferior del mecanismo de la prueba. El depósito del mecanismo se llenó con saliva artificial de tal manera que apenas se sumergía la superficie de la muestra (aproximadamente 180 ml). La etapa superior del mecanismo se puso en contacto con la muestra, dejando una distancia de la posición inicial de 0.04" por encima de la placa inferior. El instrumento fue ciclado para recorrer hacia arriba un espacio de 0.06" y hacia abajo un espacio de 0.03" a una velocidad de cruce de 0.20 pulgadas por minuto y una carga completa de balanza de 20 a 50 libras. La prueba se llevó a cabo durante 200 ciclos y se registraron las fuerzas de tensión y compresión. Las formulaciones se realizaron por triplicado se reportaron los promedios.

REIVINDICACIONES

1. Se reivindica en un proceso para preparar una composición de cuidado oral que comprende al menos un polímero seco, soluble en agua o hinchable en agua, el mejoramiento que comprende substituir en lugar del polímero seco, soluble en agua o hinchable en agua, un polímero en partículas, soluble en agua o hinchable en agua (excluyendo la metilhidroxipropilcelulosa (MHPC) sola), que ha sido al menos parcialmente aglomerado por tratamiento con agua o una solución acuosa de un polímero y secado.
5
2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el polímero aglomerado, soluble en agua o hinchable en agua se hidrata en alcoholes polihidricos, agua o disolventes que contienen agua, de una manera esencialmente más rápida que el polímero soluble en agua o hinchable en agua no tratado, sin la formación de terrones de polímero o formación significativa de polvo.
10
3. El proceso de la reivindicación 1, en el que el polímero soluble en agua o hinchable en agua es un polisacárido.
15
4. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es al menos un miembro seleccionado del grupo consistente en éteres de celulosa (excluyendo MHPC sola), guar, derivados de guar, goma de algarroba, silio, goma arábiga, goma ghatti, goma Karaya, goma tragacanto, carrageenan, konjac, agar, alginatos, xantanos, escleroglucano, dextrano, peptina, almidón, derivados de almidón, chitina chitosan y alga marina de eucheimia procesada (PES).
20
5. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es al menos un éter de celulosa seleccionado del grupo consistente en celulosa de hidroxietilo (HEC), celulosa de hidroxipropilo (HPC), celulosa de metilhidroxietilo (EHEC) soluble en agua, celulosa de carboximetilo (CMC), celulosa de carboximetilhidroxietilo (CMHEC), celulosa de hidroxipropilhidroxietilo (HPHEC), celulosa de metilo (MC), celulosa de metilhidroxipropilo (MHPC) (cuando se utiliza en combinación con otros polímeros),
25

celulosa de metilhidroxietilo (MHEC), celulosa de carboximetilmetilo (CMMC),
celulosa de carboximetilo hidrofóticamente modificada (HMCMM), celulosa de
hidroxietilo hidrofóticamente modificada (HMHEC), celulosa de hidroxipropilo
hidrofóticamente modificada (HMHP), celulosa de etilhidroxietilo hidrofóticamente
modificada (HMEHEC), celulosa de carboximetilhidroxietilo hidrofóticamente
modificada (HMCMMHEC), celulosa de hidroxipropilhidroxietilo hidrofóticamente
modificada (HMHPHEC), celulosa de metilo hidrofóticamente modificada (HMMC),
celulosa de metilhidroxipropilo hidrofóticamente modificada (HMMHP), celulosa de
metilhidroxietilo hidrofóticamente modificada (HMMHEC), celulosa de
carboximetilmetilo hidrofóticamente modificada (HMCMMC), celulosa catiónica de
hidroxietilo (HEC catiónica) y celulosa de hidroxietilo catiónica hidrofóticamente
modificada (HMHEC catiónica).

6. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es al menos un derivado de
guar seleccionado del grupo consistente en guar de carboximetilo (guar de CM), guar
de hidroxietilo (guar de HE), guar de hidroxipropilo (guar de HP), guar de
carboximetilhidroxipropilo (guar de CMHP), guar catiónico, guar hidrofóticamente
modificado (guar HM), guar de carboximetilo hidrofóticamente modificado (guar de
HMCMM), guar de hidroxietilo hidrofóticamente modificado (guar de HMEHE), guar de
hidroxipropilo hidrofóticamente modificado (guar de HMHP), guar de hidroxipropilo
catiónico hidrofóticamente modificado (guar de HMHP catiónico), guar de
carboximetilhidroxipropilo hidrofóticamente modificado (guar de HMCMMHP) y guar
catiónico hidrofóticamente modificado (guar catiónico HM).

7. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido se selecciona del grupo
consistente en celulosa de carboximetilo, carrageenan, xantano, guar, PES, almidón,
derivados de almidón, pectina y mezclas de los mismos.

8. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es celulosa de
carboximetilo.

9. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es carrageenan.

10. El proceso de la reivindicación 3, en el que el polisacárido es una mezcla de celulosa de carboximetilo y carrageenan.
11. El proceso de la reivindicación 1, en el que el polímero sintético soluble en agua o hinchable en agua es un homopolímero o un copolímero que comprende un monómero de ácido acrílico o sal de ácido acrílico, un homopolímero o copolímero que comprende óxido de etileno u óxido de propileno, un copolímero de poli(éter de metilvinilo/anhidrido maléico) y polivinilpirrolidona.
12. El proceso de la reivindicación 1, en el que el polímero soluble en agua o hinchable en agua es una mezcla de un polisacárido y un polímero sintético.
13. El proceso de la reivindicación 12, en el que el polisacárido se selecciona del grupo consistente en CMC, HEC, carrageenan y goma xantano.
14. El proceso de la reivindicación 13, en el que el polímero sintético se selecciona del grupo consistente en un homopolímero o un copolímero que comprende un monómero de ácido acrílico o sal de ácido acrílico y un homopolímero o copolímero que comprende un monómero de óxido de etileno u óxido de propileno.
15. El proceso de la reivindicación 1, en el que la composición de cuidado oral es un dentífrico o un adhesivo dental.
16. El proceso de la reivindicación 15, en el que la composición de cuidado oral es una composición de dentífrico y comprende además un abrasivo dental y un humectante.
17. El proceso de la reivindicación 16, en el que el humectante es un alcohol polihídrico.
18. El proceso de la reivindicación 17, en el que el alcohol polihídrico se selecciona del grupo consistente en glicerol, sorbitol, polietilenglicol, propilenglicol y mezclas de los mismos.
19. El proceso de la reivindicación 1, en el que se prepara al menos un polímero en partículas, parcialmente aglomerado, soluble en agua o hinchable en agua, rociando agua o una solución acuosa del polímero sobre las partículas del polímero soluble en agua o hinchable en agua y secando las partículas.

20. El proceso de la reivindicación 19, en el que el rociamiento de agua o solución acuosa del polímero sobre las partículas tiene lugar en un lecho fluidizado.
21. El proceso de la reivindicación 1, en el que el dentífrico comprende además ingredientes seleccionados del grupo consistente en espesador secundario, sabores, hierbas, dulcificadores, preservativos, detergente, agentes tensoactivos, agentes antibacterianos, agentes colorantes, opacificador, agente de amortiguación, agentes de captación, formador de película, agentes antiplaca, agentes para control de sarro, vitamina, agentes antimicrobianos, refrescante de la respiración, agente para blanqueado de dientes y fluoruros.
22. Una composición de cuidado oral preparada por el proceso de la reivindicación 1.
23. El proceso de la reivindicación 21, en el que el dentífrico no contiene ningún alcohol polihídrico.
24. El proceso de la reivindicación 16, en el que el dentífrico es anhidro.
25. El proceso de la reivindicación 15, en el que el dentífrico no contienen ningún humectante ni ningún disolvente orgánico.
26. El proceso de la reivindicación 15, en el que el adhesivo dental está en la forma de un polvo o pasta.
27. El proceso de la reivindicación 26, en el que la pasta comprende un polisacárido, viscosificador, adhesivo secundario, vehículo, relleno, sabor, color, agente humectante, ayuda de extrusión y humectante.
28. El proceso de la reivindicación 26, en el que el polvo comprende un polisacárido, adhesivo secundario, viscosificador, relleno, sabor y un agente antipastel.

Nota

Los folios

57 Tarjeta archivo propietarios

58 " " temático,

fueron retirados para archivar.

Noviembre 24, 2000



REQUISITOS MINIMOS PARA PATENTE DE INVENCIÓN

Superintendencia de Industria y Comercio
Radicación: 0023375 0000000
Fecha (CAR): 2000-11-03 16:23:44
Trámite: CON PATENTES D 1 REGISTRO/ 41 PRESENTAR
Dependencia: 2000 DIVISION DE NUEVAS CREATIVIDADES

PATENTE DE INVENCIÓN [X]

- Nombre e identificación del Solicitante []
- Nombre e identificación del Inventor []
- Título o nombre de la invención []
- Descripción []
- Reivindicaciones []
- Resumen []
- Comprobante de Pago []
- Poder, cuando proceda []
- Copia de la primera solicitud de patente, si reivindica prioridad, señalándola expresamente []
- Firma del solicitante o apoderado []

COMPLETA [X] INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- Nombre e identificación del peticionario []
- Nombre e identificación del inventor o diseñador []
- Indicación del género de productos para los cuales debe utilizarse []
- Representación gráfica []
- Comprobante de pago []
- Poder, cuando proceda []
- Firma del solicitante o apoderado []

COMPLETA [] INCOMPLETA []


Firma Responsable

Fecha: _____



INFORME DE PROTOCOLO

Expediente 00-83905 ____.

Fecha: 9 de Noviembre del 2000 .

Se certifica que:

Desde fecha 7 de noviembre de 1997 ,
del folio 94.454 al folio 94.461 del
libro de Protocolo NO 324 , obra el poder
NO 17.912 conferido por HERCULES
INCORPORATED

domiciliado(a) en Wilmington, Delaware,
E.U.A.

al doctor HUMBERTO RUBIO CAMACHO

Facultad para desistir y sustituir si .

Revisado _____.



6X

Industria y Comercio**DIVISION DE NUEVAS CREACIONES** R I N T E N D E N C I A
PRIMER EXAMEN DE FORMA**EXPEDIENTE 00-83905**

Practicado el examen jurídico de acuerdo con lo establecido en el art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención:

SI ☒ NO ☐ NO APLICABLE ☐ Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art. 14-a).

SI ☒ NO ☐ NO APLICABLE ☐ Acreditó, en forma correcta, la existencia y representación de la persona jurídica solicitante (art. 14-c de la Decisión 344; literal g) del art. 4 del Decreto 117/94).

SI ☒ NO ☐ NO APLICABLE ☐ Presentó, en forma correcta, el comprobante de pago por la tasa de presentación establecida (art. 13-f de la Decisión 344 y la Resolución 02 del 4 de Enero del 2000)

SI ☒ NO ☐ EXTEMPORANEAMENTE ☐ Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de París.

SI ☒ NO ☐ NO APLICABLE ☐ Presentó copia, certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, al momento de radicar la solicitud nacional.

SI ☒ NO ☐ NO APLICABLE ☐ Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art. 4, D-3 Convenio de París; Concepto: 5 de enero de 1999 S.I.C.).

SI ☒ NO ☐ CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS

OBSERVACIONES

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud:

SI ☒ NO ☐ Se ajusta a los aspectos FORMALES indicados en la Decisión 344 y por tanto,

SI ☒ NO ☐ Se recomienda PUBLICAR el extracto correspondiente.

Bogotá, D.C., 8 de Noviembre del 2000

EXAMINADOR JURIDICO.

202022

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES

PRIMER EXAMEN DE FORMA

CONCEPTO TECNICO
EXPEDIENTE
IPC

1964
00 083.905
: A 61 K 7/16.

Practicado el examen de acuerdo a lo establecido en el Art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención:

- SI ☒ NO ☐ Contiene la identificación correcta del inventor (Art.8, Art.13-a).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la identificación correcta del solicitante (Artículo 13-a).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el resumen con el objeto o finalidad de la invención en forma correcta (Art.13-e).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el título o nombre de la invención en forma correcta (Art.13-b).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la descripción clara y completa de la invención (Art.13-c).
- SI ☒ NO ☐ Contiene los dibujos correctos (Art.14-c junto con el literal d) del Art. 4 del Dto. 117 /94).
- SI ☒ NO ☐ Contiene las unidades de medida en el sistema exigido (Art.14-c junto con el Decreto 3464 del 26 de diciembre de 1980).
- SI ☒ NO ☐ Contiene una o más reivindicaciones.
- SI ☒ NO ☐ Contiene el extracto y cumple con los requisitos para publicación (Art.14-c junto con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el arte final del dibujo característico y cumple con los requisitos (Art.14-c junto con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la tarjeta del Archivo Temático [formato P-104] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la tarjeta del Archivo de Propietarios [formato P-105] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94).

SI ☒ NO ☐ CUMPLE LOS REQUISITOS TÉCNICOS

OBSERVACIONES Y OTROS: SI ☒ NO ☐ ver hoja(s) anexa(s)

Santa Fe de Bogotá, D.C.,
Noviembre 24, 2000

EXAMINADOR TECNICO DE PATENTES
202007



64 59

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Expediente 00-83906

Auto 4008

LA JEFE DE DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

TENIENDO EN CUENTA:

Que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el expediente indicado en la referencia, reúne los requisitos de forma establecidos en los artículos 13 y 14 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena y los artículos 3 y 4 del Decreto 117 de 1994.

DISPONE:

ARTICULO PRIMERO: Reconocer personería al doctor HUMBERTO RUBIO CAMACHO, como apoderado de la sociedad solicitante, en los términos y para los efectos del poder conferido.

ARTICULO SEGUNDO: Enviar el extracto de la solicitud a la Oficina de Comunicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial, conforme lo establece el artículo 23 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena.

CUMPLASE

Dado en Bogotá D.C., a los 01 DIC 2000.

LA JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

Bogotá D.C., 21-12-2003 el extracto de esta solicitud fue publicado en el N° 503 (de fecha 17-04-2001) de la Gaceta de la Propiedad Industrial. El término hábil señalado por la ley expiró el 30-09-2001 y SI NO X se presentaron observaciones por parte de terceros.

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia