

PETITORIO

1

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

AS: 89.281



02 111661 0

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicacion : 02111661 00000000 Folios: 38
Fecha (AMD): 2002-12-09 16:43:48
Tramite : 011 PCT-PATENT 379 FASE NACI 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE

PCT

ENTRADA EN FASE NACIONAL

1 SOLICITUD DE:			
☒ Patente de Invención.		☐ Patente de Modelo de Utilidad.	
☐ Capítulo I.		☒ Capítulo II.	
2 SOLICITANTE (71)	Nombre: COLGATE - PALMOLIVE COMPANY Dirección: 300 Park Avenue, New York, NY 10022 Nacionalidad o Domicilio: Estados Unidos Lugar de Constitución: Estados Unidos Teléfono: Fax: E-mail	IDENTIFICACION C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Cual _____ Número _____	
3 REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre: RAMIRO CASTRO DUQUE Dirección: Cra. 7 No. 16-56 Piso 9 Teléfono: 380-2200 Fax: 380-2700 E-mail:	IDENTIFICACION C.C. ☒ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Cual _____ Número <u>170.322</u> TP <u>1003</u>	
4 INVENTOR (ES) (72)	Nombre: Gary A. Durgá, Michael Prencipe, Peter J. Priolo, Peter Ren Dirección: 155 Alcoa Avenue, Edison, NJ 08837, US; 39 Spruce Street, Princeton Junction, NJ 08550, US; 34ª Bartie Court, Highland Park, NJ 08904, US; 19 Davis Court, Martinsville, NJ 08836, Estados Unidos de América (Respectivamente) Nacionalidad o Domicilio: Estados Unidos de América		
5 PCT (86) Solicitud Internacional No. <u>PCT/US 01/14737</u> Fecha <u>08-05-2001</u> Publicación Internacional No. <u>WO 01/85115 A2</u> Fecha <u>15-11-2001</u>			
6 Título (54): <u>DENTIFRICO DE ALTO PODER LIMPIADOR</u>			
7 Clasificación Internacional (51) <u>A61K7/16</u>			
8 Prioridad	(33) País de Origen	(32) Fecha	(31) Número de Solicitud
SI ☒ NO ☐	US	09-05-2000	09/567,402
9 Comprobante de pago No. <u>02-69.437 - 02-69.441</u> Fecha <u>09-12-2002</u>			

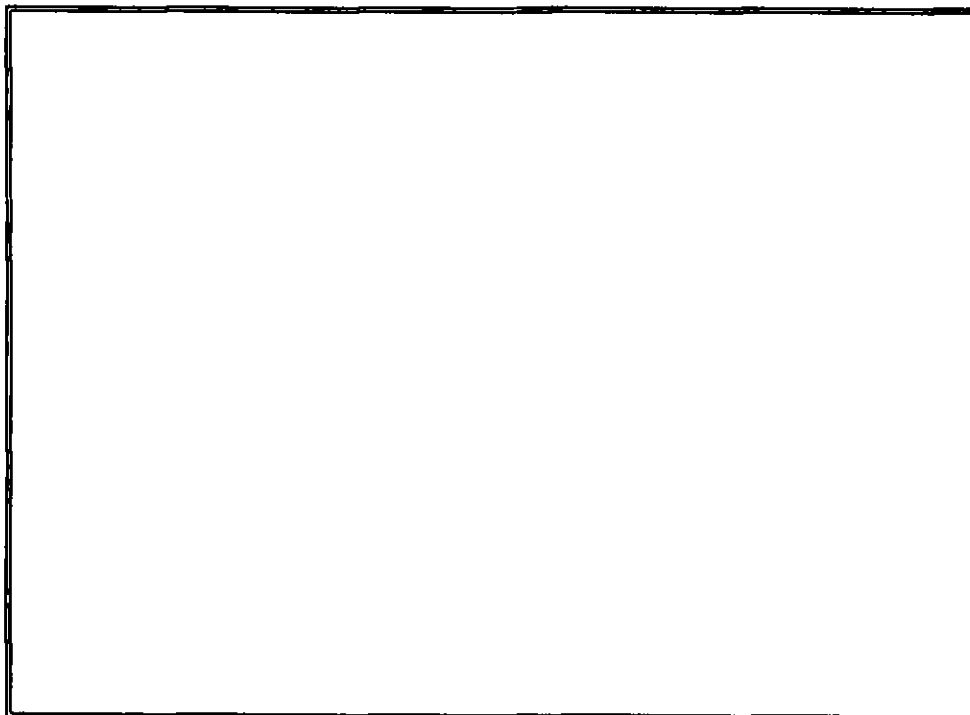
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

10

ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud. \$378.000
- ☒ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad. \$106.000
- ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso. Protocolo No. 131
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones
- ☒ Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Ante final 12x12.
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ Otros

11 FIGURA CARACTERÍSTICA:



12 Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: RAMIRO CASTRO DUCUE

FIRMA:

C.C. 170.322 de Bogotá T.P. 1003 del C.S.J.

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página.



M

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA 02 - 69,437
FECHA 1 OCTUBRE 16 DE 2002

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO
Radicacion : 02111661 00000000 Folios: 38
Fecha (HH) 2002-12-09 16:43 44
Tramite : 011 PCT-PATENT 379 FASE INCI 411 PRESENTAC
Dependencia 2005 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

0000 CONSIGNACION 00000

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
BRIGAND & CASTRO LTDA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	1326257	16/10/2002	12,080,000 00

0000 CONCEPTO 00000

CAPITULO CENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL DE PATENTE DE IN TOTAL	378,000 00 378,000 00

SON: TRESCIENTOS SETENTA Y OCHO MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No _____

Carrera 13 No 27-00 Pisos 5 7 y 10
Conmutador 382 0840
Fax 350 5220
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogota, D C , Colombia

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

NIT : 800176039-2

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO
 Radicación : 02111661 00000000 folio. 30
 Fecha (RSD): 2002-12-03 15:43:48
 Trámite 041 DCI-PRTEAT 379 FASE NACI 411 PRESENTAC
 Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVOS COMERCIOS

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 02 - 69,441
FECHA : 1 OCTUBRE 16 DE 2002

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
BRIBARD & CASTRO LTDA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	1326237	16/10/2002	12,080,000 00

***** CONCEPTO *****

CANT. CREDITISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01	SOLICITUDES	
	02 INDICACION DE UNA PRIORIDAD EN RU	106,000 00
	TOTAL :	106,000 00

SON CIENTO SEIS MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No _____

Carrera 13 No 27-00 Pisos 5, 7 y 10
 Conmutador 382 0840
 Fax 350 5220
 E-mail info@sic.gov.co
 www.sic.gov.co
 Bogotá, D.C. Colombia

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
15 November 2001 (15.11.2001)

PCT

(10) International Publication Number
WO 01/85115 A2

- (51) International Patent Classification: A61K 7/16 (74) Agent: SHAPIRO, Paul, Colgate Palmolive Company, 900 River Road, P.O. Box 1341, Piscataway, NJ 08855-1341 (US).
- (21) International Application Number: PCT/US01/1427 ✓
- (22) International Filing Date: 9 May 2001 (09.05.2001) (81) Designated States (except for those indicated by a cross in the box): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CU, CY, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, FI, GB, GR, GT, HN, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PK, PL, PT, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (23) Filing Language: English
- (24) Publication Language: English
- (30) Priority Data: 09/967,402 9 May 2000 (09.05.2000) US (84) Designated States (selected): ARIPO patent (CH, OM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW); Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM); European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR); OAPI patent (BF, BJ, CF, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- (71) Applicant: COLGATE-PALMOLIVE COMPANY [US/LS] 300 Park Avenue, New York, NY 10023 (US)
- (72) Inventors: DURGA, Gerty, A., 135 Alton Avenue, Edison, NJ 08837 (US); PRINCIPLE, Michael, 39 Spruce Street, Princeton Junction, NJ 08534 (US); PIROLO, Peter, J., 34A Bank Court, Highland Park, NJ 08904 (US); MEN, Peter, 19 Davis Court, Madisonville, NJ 08036 (US).
- Published
— without international search report and to be republished upon receipt of that report

(Continued on next page)

(54) Title: HIGH CLEANING DENTIFRICE



(57) Abstract: A high cleaning low abrasion dentifrice containing a silica hydrogel having a mean particle size from about 5 to about 11 microns, an Elmhurst hardness of from 1 to about 20; an oil absorption of about 40 to less than about 100 cc/g; a BET surface area from 100 to 700 m²/g of silica, the particles having a morphology characterized by glass conchoidal fracture surfaces whereby the dentifrice composition has a MEA of 110 to 260 and a PCR from about 150 to about 300.

WO 01/85115 A2

For two-letter codes and other abbreviations refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

HIGH CLEANING DENTIFRICE

FIELD OF THE INVENTION

5 This invention relates to dentifrice compositions containing a silica abrasive, which provides improved oral cleaning and a safe level of abrasivity

BACKGROUND OF THE INVENTION

10 Synthetically produced silicas play an important role as an ingredient in many of today's toothpaste formulations. Such silicas are relatively safe, nontoxic, ingredients which are compatible with other toothpaste ingredients, including glycerin, sorbitol (or xylitol), thickening agents, detergents, coloring and fragrance materials and optionally fluoride and other actives, whereby the silica acts as an
15 abrasive to clean teeth, remove plaque and food debris.

 As an abrasive, silicas abrade and physically scrub the external surface of the teeth. This scrubbing action removes the organic film (i.e. the pellicle), formed of salivary proteins which covers the teeth and which is known to become stained and
20 discolored by foods, such as coffee, tea and berries, as well as, by tobacco smoke, cationic antibacterials, and chromogenic bacteria. Such physical removal of the stained pellicle is a simple and effective means of removing the undesirable surface staining and discoloration which occurs daily. Further, such physical removal of the pellicle also removes plaque bacteria on the pellicle surface.

25 Synthetic silicas include both silica gels and precipitated silicas which are prepared by the neutralization of aqueous silicate solutions with a strong mineral acid. In the preparation of silica gel, a silica hydrogel is formed which is then typically washed to low salt content. The washed hydrogel may be milled to the desired size, or
30 otherwise dried, ultimately to the point where its structure no longer changes as a result of shrinkage. When preparing such synthetic silicas, the objective is to obtain abrasives which provide maximal cleaning (i.e. removal of stained pellicle) with minimal damage to the tooth enamel and other oral tissue. Dental researchers are continually concerned with identifying synthetic silicas meeting these objectives.

U S Patent 4,153,680 and GB Patent Application 2,038,303A both disclose the general use of silica hydrogels or hydrated silica gels as dentifrice polishing agents U S Patent 4,632,826 discloses the use of hydrated silica gels in combination with a weakly calcined alumina polish, to form a combination abrasive system U S Patents 4,943,429, 5,176,899 and 5,270,033 provide lists of alternative polishing agents, such lists including hydrated silica gels

US Patent 5,939,051 discloses dentifrice compositions prepared with silica gels having low abrasion and high cleaning products However, the silica gels have a low particle size distribution of from 2 to 4 microns in order to achieve the low abrasive properties Manufacturing such small particle size silica gel is energy intensive and relatively costly

US Patents 5,658,553 and 5,651,958 disclose dentifrice compositions containing a combination of precipitated silica and silica gels having high cleaning and low abrasion as indicated by their low radioactive dentin abrasion (RDA) values Due to the low abrasive nature of the silicas described in US 5,651,958 and 5,658,553 the composition inherently has limited cleaning ability

20

RDA value is a dental art recognized method of determining the abrasiveness of dentifrice formulations and is determined according to the method recommended by the American Dental Association as set forth by Hefferren, Journal of Dental Research, Volume 55, Issue 4, July-August 1976, pp 563-573, and described in the Watson U S Pat. Nos 4,340,583, 4,420,312 and 4,421,527

25

In spite of the extensive prior art relating to silica hydrogels and other abrasive compounds used to prepare dentifrice compositions for oral cleaning, there is still a need for additional compositions providing improved pellicle cleaning, improved removal of plaque and food debris, all with minimal abrasion of the tooth enamel and other oral tissue.

30

It is known in the dental art that increasing the RDA value of a dentifrice composition above 110 does not result in a corresponding increase in the cleaning performance of the dentifrice, as measured by Pellicle Cleaning Ratio (PCR), an in vitro method used to measure the efficacy of removing tea and coffee tooth stains relative to a standard. The PCR values referred to herein are obtained by a modification of the method described in "In Vitro Removal of Stain with Dentifrice", G.K. Stookey, et al J Dental Research, 61, 1236-9, 1982. The modification of the PCR method used herein is described in US Patents 5,658,553 and 5,651,958. In this modification, a clear pellicle material is applied to a bovine tooth first, which is then stained with a combination of the pellicle material and tea, coffee and FeCl_3 whereas in the original method described by Stookey et al, both pellicle and stain are applied simultaneously.

It has now surprisingly been found that by the practice of the present invention the PCR value of a dentifrice composition can be made significantly higher than those reported in the prior art. In fact, PCR values from 150 to 300 can be achieved at RDA values from 110 to 200 when using the silica hydrogel abrasive of the present invention it being noted that RDA values of 110 to RDA of 250 (maximum allowable) are well within the acceptable abrasivity standards set by the US Federal Drug Administration as well as the American Dental Association, pursuant to the Federal Register (Anticaries Over-The-Counter Drug Products), vol 45, No. 62, 1980, and vol 60, No 194, 1995.

SUMMARY OF THE INVENTION

In accordance with the present invention there is provided a dentifrice composition having superior cleaning functionality, which dentifrice composition, comprises

(a) an orally acceptable dentifrice vehicle containing from about 5 to about 30% by weight silica hydrogel particles, the particles containing about 10 to about 35% by weight water having

- 10 (i) a mean particle size from about 5 to about 12 microns,
- (ii) an Einlehner hardness of from 1 to about 20,
- (iii) an oil absorption value of from about 40 to less than 100 cc/100g;
- (iv) a BET surface area from 100 to 700 m²/g of silica,

15

the morphology of the particles being characterized by glass conchoidal fracture surfaces, whereby the dentifrice composition has an RDA of from 110 to 200, and a PCR of from about 150 to about 300

20 Mean particle size is measured using a Malvern Particle Size Analyzer, Model Mastersizer S, Malvern Instruments, Inc., Southborough, MA. 01772 wherein a helium-neon gas laser beam is projected through a transparent cell which contains the silica hydrogel particles suspended in an aqueous solution. Light rays which strike the particles are scattered through angles which are inversely proportional to the particle size. The photodetector array measures the quantity of light at several predetermined angles. Electrical signals proportional to the measured light flux values are then processed by a microcomputer system, against a scatter pattern predicted from theoretical particles as defined by the refractive indices of the sample and aqueous dispersant to determine the particle size distribution of the silica hydrogel.

30

Einlehner hardness value is obtained using Einlehner At-1000 Abrader to measure the softness of the silica hydrogel in the following manner. A Fourdriner brass wire screen is weighed and exposed to the action of a 10% aqueous silica

hydrogel suspension for a given number of revolutions. The hardness value is expressed as milligrams weight lost of the Fournier wire screen per 100,000 revolutions.

5 BET surface area is determined by a BET nitrogen adsorption method described in Brunauer et al., J. Am. Chem. Soc., 60, 309 (1938). The BET measurement is performed using an Accelerated Surface Area and Porosimetry Analyzer (ASAP 2400), by Micromeritics Instrument Corporation, Norcross, Georgia 30093. The sample is outgassed under vacuum at 350°C for a minimum of 2 hours
10 before measurement.

Oil absorption values are measured using the ASTM rub-out method D281. All measurement levels are by weight of the total composition, unless otherwise indicated, such as the case of PCR and RDA values, which are unitless. Additionally,
15 all measurements are made at 25°C, unless otherwise specified.

In the Drawings

Figure 1 is a scanning electron photomicrograph, (SEM) 10,000X magnification, of silica particles of 7-10 microns mean particle size (Sylodent XWA
20 650) of the present invention having glass conchoidal fracture surfaces.

Figure 2 is a SEM (10,000 x magnification) of a precipitated silica abrasive (Zeodent 115) having a structure consisting of a compressed agglomeration of spherical shapes surrounded by a loose fitting agglomeration of spheres.

25

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

Silica Hydrogel

30 The silica hydrogel of the present invention is comprised of colloidal particles of silica having an average particle size ranging from about 3 microns to about 12 microns, and more preferably between about 5 to about 10 microns and a pH range from 4 to 10 preferably 6 to 9 when measured as a 5% by weight slurry.

The silica hydrogel used to prepare the dentifrice compositions of the present invention are differentiated by means of their oil absorption values, having oil absorption values of less than 100 cc/100g, and preferably in the range of from 45
5 cc/100g silica to less than 70 cc/100g silica.

The silica hydrogel used in the present composition can be further differentiated by the morphology or shape of its particles which are characterized by glass conchoidal fracture surfaces as shown in Figure 1 of the drawings.

10

Preparation of the silica hydrogels of the present invention is known in the art, for example, in U S Pat. No 4,153,680 and U.K. Patent Application GB 2,038,303A, the hydrous silica gels being the result of the reaction of an alkali silicate solution with an SiO_2 concentration of about 6 to 20 percent by weight in the presence of a mineral
15 acid, such as sulfuric acid, hydrochloric acid, nitric acid, or phosphoric acid. Sodium or potassium silicate may be used as the alkali silicate, with sodium silicate being preferred. The acid is added to the alkali silicate solution until a pH of less than 10 to 11 is reached. The resulting product is a solid silica which includes the water within its pores. After the silica hydrogel is formed it is washed, until a purity level of about
20 98% SiO_2 is obtained (the remaining impurity being sulfate salts). The resulting silica hydrogel is milled to the desired 3 to 10 microns in diameter particle size and dried to a water content of from 10 to 35% by weight, preferably about 20 to 30% by weight, to yield the desired silica hydrogel.

25

A silica hydrogels useful in the practice of the present invention is marketed under the trade designation Syloident XWA by Davison Chemical Division of W R Grace & Co., Baltimore, MD 21203. Syloident 650 XWA a silica hydrogel shown in Fig. 1 is composed of particles of colloidal silica having a water content of 29% by weight averaging from about 7 to about 10 microns in diameter, having an Hamlechner
30 hardness of 2, a BET surface area of 390 m^2/g of silica, an oil absorption of less than 70 $\text{cm}^3/100 \text{ g}$ of silica.

The RDA of the silica hydrogel abrasive dentifrice of the present invention is from 110 to 200, preferably from about 120 to about 170

5 The PCR of the silica hydrogel compositions of the present invention, a measurement of the cleaning characteristics of dentifrices, generally ranges from about 150 to 300 and is preferably greater than about 160

10 The silica hydrogel abrasive can be used as the sole abrasive in preparing the dentifrice composition of the present invention or in combination with other known dentifrice abrasives or polishing agents. Commercially available abrasives may be used in combination with the silica hydrogel and include precipitated silicas having a mean particle size of up to about 20 microns, such as Zeodent 115, marketed by J.M. Huber Chemicals Division, Havre de Grace, Maryland 21078, or Sylodent 783 also marketed by Davison Chemical Division of W.R. Grace & Co. Other useful dentifrice
15 abrasives include sodium metaphosphate, potassium metaphosphate, tricalcium phosphate, dihydrated dicalcium phosphate, aluminum silicate, calcined alumina, bentonite or other siliceous materials, or combinations thereof

20 The total quantity of abrasive present in the dentifrice compositions of the present invention is at a level of from about 5% to about 40% by weight, preferably from about 5% to about 30% by weight when the dentifrice composition is a toothpaste. Higher levels, as high as 95%, may be used if the dentifrice composition is a toothpowder

25 Dentifrice Vehicle

The orally-acceptable dentifrice vehicle used to prepare the dentifrice composition comprises a water-phase, containing a humectant therean. The humectant is preferably glycerin, sorbitol, xylitol, and/or propylene glycol of molecular weight in the range of 200-1,000, but, other humectants and mixtures thereof may also be
30 employed. The humectant concentration typically totals about 5 to about 70% by weight of the oral composition.

Reference hereto to sorbitol refers to the material typically commercially available as a 70% aqueous solution. Water is present typically in amount of at least about 10% by weight, and generally about 25 to 70 by weight of the oral composition. Water employed in the preparation of commercially suitable toothpastes should preferably be deionized and free of organic impurities. These amounts of water include the free water which is added plus that which is introduced with other materials such as with sorbitol.

The dentifrice compositions of the present invention can contain a variety of optional dentifrice ingredients. As described below, such optional ingredients can include, but are not limited to, thickening agents, surfactants, a source of fluoride ions, a synthetic anionic polycarboxylate, a flavoring agent, additional antiplaque agents, and coloring agents.

15 Thickening Agents

Thickeners used in the compositions of the present invention include natural and synthetic gums and colloids, examples of which include carrageenan (Irish moss), xanthan gum and sodium carboxymethyl cellulose, starch, polyvinylpyrrolidone, hydroxyethylpropyl cellulose, hydroxybutyl methyl cellulose, hydroxypropylmethyl cellulose, and hydroxyethyl cellulose. Inorganic thickeners include amorphous silica compounds which function as thickening agents and include colloidal silicas compounds available under trademarks such as Cab-o-sil fumed silica manufactured by Cabot Corporation and distributed by Lenape Chemical, Bound Brook, New Jersey; Zeodent 165 from J. M. Huber Chemicals Division, Havre de Grace, Maryland; 21078, and Syllox 15, also known as Sylodent 15, available from Davison Chemical Division of W. R. Grace Corporation, Baltimore, MD 21203. The thickening agent is present in the dentifrice composition in amounts of about 0.1 to about 10% by weight, preferably about 0.5 to about 4% by weight.

30 Surfactants

Surfactants are used in the compositions of the present invention to achieve increased prophylactic action and render the dentifrice compositions more cosmetically acceptable. The surfactant is preferably a detergent material which

10

imparts to the composition detergent and foaming properties. Suitable examples of surfactants are water-soluble salts of higher fatty acid monoglyceride monosulfates, such as the sodium salt of the monosulfated monoglyceride of hydrogenated coconut oil fatty acids, higher alkyl sulfates such as sodium lauryl sulfate, alkyl aryl sulfonates such as sodium dodecyl benzene sulfonate, higher alkyl sulfoacetates, sodium lauryl sulfoacetate, higher fatty acid esters of 1,2-dihydroxy propane sulfonate, and the substantially saturated higher aliphatic acyl amides of lower aliphatic amino carboxylic acid compounds, such as those having 12 to 16 carbons in the fatty acid, alkyl or acyl radicals, and the like. Examples of the last mentioned amides are N-lauroyl sarcosine, and the sodium, potassium, and ethanolamine salts of N-lauroyl, N-myristoyl, or N-palmitoyl sarcosine. The surfactant is typically present in the dentifrice compositions of the present invention in an amount of about 0.3 to about 5% by weight, preferably about 0.5 to about 2% by weight.

15 Fluoride and Other Active Agents

The dentifrice composition of the present invention may also contain a source of fluoride ions or fluorine-providing component, as anticaries agent in amount sufficient to supply about 25 ppm to 5,000 ppm of fluoride ions and include inorganic fluoride salts, such as soluble alkali metal salts, for example, sodium fluoride, potassium fluoride, sodium fluorosilicate, ammonium fluorosilicate, sodium monofluorophosphate, as well as tin fluorides, such as stannous fluoride and stannous chloride. Sodium fluoride is preferred.

In addition to fluoride compounds, there may also be included antitartar agents such as pyrophosphate salts including dialkali or tetraalkali metal pyrophosphate salts such as $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_2\text{K}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ and $\text{K}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ long chain polyphosphates such as sodium hexametaphosphate and cyclic phosphates such as sodium trimetaphosphate. These antitartar agents are included in the dentifrice composition at a concentration of about 1 to about 5% by weight.

Another active agent useful in dentifrice compositions of the present invention are antibacterial agents, which can be from 0.2 to 1.0% by weight of the dentifrice composition. Such useful antibacterial agents include non-cationic antibacterial

agents which are based on phenolic or bisphenolic compounds, such as halogenated diphenyl ethers such as triclosan (2,4,4'-trichloro-2'-hydroxydiphenyl ether)

Anionic Polycarboxylate

5 Synthetic anionic polycarboxylates may also be used in the dentifrice compositions of the present invention as an efficacy enhancing agent for any antibacterial, antitartar or other active agent within the dentifrice composition. Such anionic polycarboxylates are generally employed in the form of their free acids or preferably partially or more preferably fully neutralized water soluble alkali metal
10 (e.g. potassium and preferably sodium) or ammonium salts. Preferred are 1:4 to 4:1 copolymers of maleic anhydride or acid with another polymerizable ethylenically unsaturated monomer, preferably methylvinylether/maleic anhydride having a molecular weight (M.W.) of about 30,000 to about 1,800,000 most preferably about 30,000 to about 700,000. Examples of these copolymers are available from GAF
15 Corporation under the tradename Gantrez, e.g. AN 139 (M.W. 500,000), AN 119 (M.W. 250,000), S-97 Pharmaceutical Grade (M.W. 700,000), AN 169 (M.W. 1,200,000-1,800,000), and AN 179 (M.W. above 1,800,000), wherein the preferred copolymer is S-97 Pharmaceutical Grade (M.W. 700,000).

20 When present, the anionic polycarboxylates is employed in amounts effective to achieve the desired enhancement of the efficacy of any antibacterial, antitartar or other active agent within the dentifrice composition. Generally, the anionic polycarboxylates is present within the dentifrice composition from about 0.05 to about 4% by weight, preferably from about 0.5% to about 2.5% by weight.

25

FLAVOR

The dentifrice composition of the present invention may also contain a flavoring agent. Flavoring agents which are used in the practice of the present invention include essential oils as well as various flavoring aldehydes, esters, alcohols, and similar materials. Examples of the essential oils include oil of
30 spearmint, peppermint, wintergreen, sassafras, clove, sage, eucalyptus, marjoram, cinnamon, lemon, lime, grapefruit, and orange. Also useful are such chemicals as

menthol, carvone, and anethole. Of these, the most commonly employed are the oils of peppermint and spearmint.

The flavoring agent is incorporated in the dentifrice composition at a concentration of about 0.1 to about 5% by weight and preferably about 0.5 to about 1.5% by weight.

Other Ingredients

Various other materials may be incorporated in the dentifrice compositions of this invention, including desensitizers, such as potassium nitrate, whitening agents, such as hydrogen peroxide, calcium peroxide and urea peroxide, preservatives, silicones, and chlorophyll compounds. These additives, when present, are incorporated in the dentifrice composition in amounts which do not substantially adversely affect the properties and characteristics desired.

Preparation Of The Dentifrice

The preparation of dentifrices is well known in the art, such as described in U.S. Patent Nos. 3,996,863, 3,980,767, 4,328,205 and 4,358,437, which are incorporated herein by reference. More specifically, to prepare a dentifrice of the present invention, generally the humectants e.g. glycerin, sorbitol, propylene glycol, and polyethylene glycol, are dispersed in the water in a conventional mixer under agitation. Into the dispersion are added the organic thickeners, such as carboxymethyl cellulose (CMC), carrageenan, or xanthan gum, any anionic polycarboxylate; any salts, such as sodium fluoride anticaries agents, and any sweeteners, the resultant mixture is agitated until a homogeneous gel phase is formed. Into the gel phase are added a pigment such as TiO_2 , and any acid or base required to adjust the pH. These ingredients are mixed until a homogenous phase is obtained. The mixture is then transferred to a high speed/vacuum mixer, wherein, the inorganic thickener, such as Zeodent 165, and surfactant ingredients are added to the mixture. The silica hydrogel of the present invention is added at this point, along with other abrasives to be used in the composition. Any water insoluble antibacterial agent, such as triclosan, is solubilized in the flavor oils to be included in the dentifrice and the solution is added along with the surfactants to the mixture, which is then mixed at high speed for from 5

to 30 minutes, under vacuum of from about 20 to 50 mm of Hg, preferably about 30 mm Hg. The resultant product is in each case a homogeneous, semi-solid, extrudable paste or gel product.

5 The following example further describes and demonstrates preferred embodiments within the scope of the present invention. The example is given solely for illustration, and are not to be construed as limitation of this invention as many variations thereof are possible without departing from its spirit and scope.

10 **EXAMPLE**

A silica dentifrice composition of the present invention, designated "Composition 1" was prepared with a 20% by weight total abrasive content as listed in Table I below consisting of a combination of a the silica hydrogel Sylodent XWA 650 having the morphology shown in Figure 1

15

For purposes of comparison, a comparative dentifrice designated "Composition 2" was also prepared in the same manner as Composition 1 with 20% by weight total abrasive content except the abrasive content consisted only of a precipitated silica abrasive (Zeodent 115) having the morphology shown in Figure 2

20 The ingredients of Composition 2 are also listed in Table-I below

12

TABLE I

<i>Dentifrice Formulations</i>		
Ingredients	Composition 1	Composition 2
Glycerin	20.00	20.000
Propylene glycol	0.500	0.500
LB9505	0.400	0.400
Carrageenan CMC 2000S	1.100	1.100
DI water	14.457	14.457
Na saccharin	0.300	0.300
NaF	0.243	0.243
Sorbitol	20.500	20.500
Gantrez S97 liquid	15.000	15.000
TiO2	0.300	0.300
NaOH (50%)	1.000	1.000
Zeodent 115	10.000	20.000
Sylodent XWA 650	10.000	0
Zeodent 165	3.500	3.500
SLS powder	1.500	1.500
Flavor	1.200	1.200
Total	100.00	100.00

5 Compositions 1 and 2 were prepared in a jacketed, vacuum mixing tank at ambient room temperature. The glycerin and sorbitol humectants were added to the water in the mixing tank and agitation was started. The sodium fluoride salt, sodium saccharin sweetening agent, sodium carboxymethyl cellulose organic thickener, and Gantrez S-97 were added and mixing continued until a homogenous gel phase was obtained. Into the gel phase were added the TiO₂ pigment and the sodium hydroxide to adjust the pH. The Zeodent 165 silica thickening agent was then added to the abrasives, and the resulting mixture was added to the mixing tank under high agitation and a vacuum of about 30 mm of Hg. The triclosan was dissolved in the flavor oils to form a solution and the solution was added, with the sodium lauryl sulfate surfactant, to the mixing tank still maintaining the vacuum at about 30 mm of

10

Hg Mixing and vacuum continued for approximately 15 minutes. The resulting composition which was an extrudable paste, having a pH of about 7, was tised.

The PCR of Compositions 1 and 2 was established using the modified Stookey procedure, as described hereinbefore, and the results are recorded in Table II, below. RDA values for the dentifrice compositions was determined by the Heffler method, as described earlier, and the results also recorded in Table II.

TABLE II

Composition No.	PCR Value	RDA Value
1	158	125
2	36	62

Referring to Table II, Composition 1 containing both the silica hydrogel abrasive of the present invention and precipitated silica abrasive exhibited a significantly higher PCR than comparative Composition 2, containing only the precipitated silica abrasive, the RDA values for Compositions 1 and 2 both being substantially below acceptable standards whereas the PCR value of Composition 1 was significantly greater than that of comparative Composition 2.

EXAMPLE II

Two silica dentifrice compositions were prepared in accordance with the procedure of Example I and designated Compositions 3 and 4. Composition 3 contains the silica hydrogel of the present invention, while composition 4 did not, and was prepared for comparative purposes. The ingredients of Compositions 3, and 4 are listed in Table III below.

TABLE III

Ingredients	Composition 3	Composition 4
Purified water	10.00	10.00
Sodium monofluorophosphate	0.700	0.700
Sodium saccharin	0.50	0.50
Propylene glycol	13.75	14.09
Iota carrageenan	0.250	0.200
Sodium CMC	0.250	0.200
Tetrasodium pyrophosphate	2.00	2.00
Sodium tripolyphosphate	3.00	3.00
Titanium dioxide	1.00	1.00
Synthetic glycerin	26.500	26.500
Sodium hydroxide	1.00	1.00
Zenodent 115 (Precipitated silica)	20.00	20.00
Sylodent XWA 300 (Silica gel)	—	—
Sylodent XWA 650 (Silica gel)	10.00	—
Zenodent 165	1.0	1.80
Sodium bicarbonate	7.00	16.0
Flavor	0.950	0.950
Calcium peroxide	0.500	0.500
Sodium lauryl sulfate	1.5	1.5
Total	100.00	100.00

The PCR and RDA values of Compositions 3 and 4 are recorded in Table IV below

TABLE IV

Composition No.	PCR Value	RDA Value
3	188	136
4	116	99

- 5 The results recorded in Table IV, although the RDA values of both compositions were all well below the abrasivity limits set by the US Federal Drug Administration and American Dental Association, Composition 3 exhibited highly significantly greater PCR values than the comparative dentifrice Composition 4

CLAIMS

What is claimed is

- 5 1 A dentifrice composition, comprising an orally acceptable vehicle containing from about 5 to about 30% by weight silica hydrogel particles, the particles containing about 10 to about 35% by weight water having:
- (i) a mean particle size from about 5 to about 12 microns,
 - 10 (ii) an Enkleher hardness of from 1 to about 20,
 - (iii) an oil absorption of from about 40 to less than about 100 cc/100g;
 - (iv) a BET surface area from 100 to 700 m²/g of silica,
- 15 the morphology of the particles being characterized by glass conchoidal fracture surfaces whereby the dentifrice composition has a RDA of 110 to 200 and a PCR from about 150 to about 300
- 2 A dentifrice composition according to claim 1, wherein said composition further
- 20 comprises a fluoride ion source
- 3 A dentifrice composition according to claim 2, further comprising a surfactant
- 4 A dentifrice composition according to claim 3, wherein said composition has a pH
- 25 above about 7 and wherein the surfactant is sodium lauryl sulfate
- 5 A dentifrice composition according to claim 4, further comprising from about 5% to about 70% of a humectant selected from glycerin, sorbitol, propylene glycol and mixtures thereof
- 30 6. A dentifrice composition according to claim 1, wherein the dentifrice composition contains an antitartar or an antibacterial agent or mixture thereof, and an anionic polycarboxylate

- 7 A dentifrice composition according to claim 1 wherein the dentifrice composition has an RDA from about 120 to about 170
- 8 A method for reducing stain and/or plaque and inhibiting gingivitis comprising the
5 application of a safe and effective amount of a composition according to claim 1, to the teeth and other oral surfaces.
- 9 A method for reducing stain and/or plaque and inhibiting gingivitis comprising the application of a safe and effective amount of a composition according to claim 1,
10 to the teeth and other oral surfaces



FIG. 1



FIG. 2

PATENT COOPERATION TREATY

16

From the
INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINING AUTHORITY

PCT

To
SHAPIRO, Paul et al
COLGATE-PALMOLIVE COMPANY
909 River Road
P O Box 1943
Piscataway, New Jersey 08855-1943
ETATS-UNIS D'AMERIQUE



NOTIFICATION OF TRANSMITTAL OF
INTERNATIONAL PRELIMINARY
EXAMINATION REPORT

(PCT Rule 7.1)

Date of mailing
(day/month/year) 18/02/2002

Applicant's or agent's file reference
6423-00

IMPORTANT NOTIFICATION

International application No.
PCT/US 01/14737

International filing date (day/month/year)
08/05/2001

Priority date (day/month/year)
09/05/2000

Applicant

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

1 The applicant is hereby notified that this International Preliminary Examining Authority transmits herewith the international preliminary examination report and its annexes if any established on the international application.

2 A copy of the report and its annexes, if any is being transmitted to the International Bureau for communication to all the elected Offices.

3 Where required by any of the elected Offices, the International Bureau will prepare an English translation of the report (but not of any annexes), and will transmit such translation to those Offices.

4 REMINDER

The applicant must enter the national phase before each elected Office by performing at that time filing requirements and paying national fees within 30 months from the priority date (or later in some Offices) (Article 39(1)) (see also the reminder sent by the International Bureau with Form PCT/ALB/01).

Where a translation of the international application must be furnished to an elected Office, that translation must contain a translation of any annexes to the international preliminary examination report. It is the applicant's responsibility to prepare and furnish such translation directly to each elected Office concerned.

For further details on the applicable time limits and requirements of the elected Offices see Volume II of the PCT Applicant's Guide.

Name and mailing address of the IPOA



European Patent Office
D-80299 Munich
Tel (+49 89) 2399-0, fax 2399-4465
Fax (+49 89) 2399-4465

Authorized officer

DONNELLY P P
Tel (+49 89) 2399 2828



Form PCT/IPEA 416 (July 1992) P2849

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 6425-00	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PC/P/PEAM16)	
International application No. PCT/US 01/ 14737	International filing date (day, month, year) 08/05/2001	Priority date (day, month, year) 09/03/2000
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC A61K7/16		
Applicant COLEATE-PAIMOLIVE COMPANY		

1 This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 16.

2 The RI POKI consists of a total of 2 sheets, including this cover sheet.

☐ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e. sheets of the description, claims and/or drawings which have been referred to in the text of this report and/or those containing amendments made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 807 of the Administrative Instructions under the PCT).

There annexes amount to a total of _____ sheets.

3 This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☒ Non establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 33(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability, objections and explanations respecting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 04/12/2001	Date of completion of this report 13/02/2002
Name and mailing address of the IPEA  European Patent Office D-50125 Munich Tel (+49 89) 2399-0, Fax 239636 epc@epo.d Fax 1-49-89 2399-4465	Authorized officer Dr. BLUMEL E R J Tel (+49 89) 2399 2828

Form PCT/EP/EA/006 (former sheet) (1 July 1978)



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No PCT/US 01/ 14737

I Basis of report

- 1 The basis of international preliminary examination report is the application as originally filed**

III Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability

- 2 The question of whether the claimed invention appears to be novel, to involve an inventive step, or to be industrially applicable has not been and will not be the subject of the international preliminary examination (Article 34 (4) (a) (i) (ii) PCT, see also international search report) in respect of**

- 2.1 Applications having an unnecessary plurality of independent claims (generally not more than 1 independent claim in the same category is necessary; Article 6 PCT),**

- 2.2 unsearched subject matter (Article 17 (2) (a), Rule 66 1 (e) PCT)**

V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement

- 3 To the extent that the international preliminary examination has been carried out (see item III above), the following is pointed out (Article 35 (2) and (3) (b) and Rule 70 7 and 70 8 (ii) PCT)**

In light of the documents cited in the international search report, it is considered that the invention as claimed in the independent claims meets the criteria mentioned in Article 33 (1) PCT, i.e. it appears to be novel to involve an inventive step and to be industrially applicable

DENTÍFRICO DE ALTO PODER LIMPIADOR

RESUMEN

Se describe un dentífrico de alto poder limpiador con un bajo efecto de abrasión que contiene un hidrogel de sílice que posee un tamaño medio de partículas desde aproximadamente 5 micras hasta aproximadamente 11 micras, una dureza de Einlechner desde 1 hasta aproximadamente 20, una absorción de aceite de aproximadamente 40 cc/g hasta menos de aproximadamente 100 cc/g, un área superficial de BET desde 100 m²/g hasta 700 m²/g de sílice, en donde las partículas exhiben una morfología caracterizada por superficies de fractura concooidal de vidrio, de modo que la composición dentífrica posee un valor de abrasión radioactiva de dentina (RDA) desde 110 hasta 200 y un valor de la proporción de limpieza de la película (PCR) desde aproximadamente 150 hasta aproximadamente 300

DENTÍFRICO DE ALTO PODER LIMPIADOR

CAMPO DE LA INVENCION

Esta invención se relaciona con composiciones dentífricas que contienen un agente abrasivo de sílice y que proveen una acción limpiadora bucal mejorada y un nivel seguro de abrasividad.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Las sílices producidas de manera sintética desempeñan un papel importante como ingrediente en muchas formulaciones de pastas dentales que se utilizan hoy en día. Estas sílices son ingredientes relativamente seguros y no tóxicos que son compatibles con otros ingredientes para las pastas dentales, incluyendo glicerina, sorbitol (o xilitol), agentes espesadores, detergentes, colorantes y materiales de fragancias y de manera opcional fluoruro y otros ingredientes activos, en donde la sílice actúa como un agente abrasivo para limpiar los dientes, y para eliminar la placa y los residuos de los alimentos.

Como un agente abrasivo, las sílices desbridan y limpian por fricción la superficie externa de los dientes. Esta acción limpiadora por fricción elimina la película orgánica (es decir, la película) formada a partir de las proteínas salivares que cubre a los dientes y en donde es un hecho conocido que se mancha y cambia de color por la acción de alimentos tales como el café, el té y las bayas, así como por la acción del humo del cigarrillo, de los agentes antibacterianos catiónicos y de las bacterias cromogénicas. Esta eliminación física de la película manchada es un medio simple y efectivo para eliminar las manchas y decoloraciones superficiales indeseables que se producen a diario. Además, esta eliminación física de la película elimina asimismo las bacterias formadoras de la placa sobre la superficie de la película.

Las sílices sintéticas incluyen tanto geles de sílice como sílices precipitadas

24

que se preparan por medio de la neutralización de soluciones acuosas de silicato con un ácido mineral fuerte. En la preparación de gel de sílice se forma un hidrogel de sílice que se lava luego de manera típica a fin de reducir el contenido de sal. El hidrogel lavado puede molerse hasta obtener el tamaño deseado, o se puede secar de otro modo, hasta llegar finalmente al punto en donde su estructura ya no cambia a causa del encogimiento. Cuando se preparan estas sílices sintéticas, el objetivo es el de obtener agentes abrasivos que proporcionan una acción limpiadora máxima (es decir, la remoción de la película manchada) que produce daños mínimos en el esmalte dental y otros tejidos bucales. Los investigadores dentales se interesan de manera continua en la identificación de sílices sintéticas que permiten lograr estos objetivos.

La Patente de Estados Unidos 4 153 680 y la Solicitud de Patente de Gran Bretaña 2 038 303A revelan ambas el uso general de los hidrogeles de sílice o geles hidratados de sílice como agentes pulidores dentífricos. La Patente de Estados Unidos 4 632 826 revela el uso de geles hidratados de sílice en combinación con un agente pulidor de alúmina ligeramente calcinado, para formar un sistema abrasivo de combinación. Las Patentes de Estados Unidos 4 943 429, 5 176 899 y 5 270 033 presentan listas de agentes pulidores alternativos, en donde estas listas incluyen geles hidratados de sílice.

La Patente de Estados Unidos 5 939 051 revela composiciones dentífricas preparadas con geles de sílice que poseen productos de baja acción de abrasión y alto poder limpiador. Sin embargo, los geles poseen una reducida distribución de tamaños de partículas de 2 hasta 4 micras a fin de lograr las propiedades de baja acción abrasiva. La fabricación de este gel de sílice de tamaño reducido de partículas consume gran intensidad de energía y es relativamente costosa.

Las Patentes de Estados Unidos 5 658 533 y 5 651 958 revelan composiciones dentífricas que contienen una combinación de sílice precipitada y geles de sílice que poseen un alto poder limpiador y una baja acción abrasiva de acuerdo con lo

*
u

indicado por sus reducidos valores de abrasión radioactiva de dentina (RDA) Debido a la naturaleza de baja abrasividad de las sílices descritas en las Patentes de Estados Unidos 5 651 958 y 5 658 553, la composición posee de manera inherente una capacidad limpiadora limitada

El valor de abrasión radioactiva de dentina (RDA) es un método reconocido en el arte dental para determinar la abrasividad de las formulaciones dentífricas y se determina de acuerdo con el método recomendado por la Asociación Dental Americana establecido en "Hefferren, Journal of Dental Research, Volume 55, Issue 4, July-August 1976, pp 563-573" y descrito en las Patentes de Estados Unidos Nos 4 340 583, 4 420 312 y 4 421 527 a nombre de Wason.

A pesar de la extensa tecnología anterior en relación con los hidrogeles de sílice y otros compuestos abrasivos utilizados para preparar composiciones dentífricas para la limpieza bucal, aun existe una necesidad de composiciones adicionales que proveen una mejor acción de la película, una mejor eliminación de la placa y los residuos de alimentos, y todo esto con una abrasión mínima del esmalte dental y otros tejidos bucales

Es un hecho conocido en la tecnología dental que al aumentarse el valor de abrasión radioactiva de dentina (RDA) de una composición dentífrica por encima de 110 no se obtiene un aumento correspondiente del rendimiento limpiador del dentífrico de acuerdo con lo medido por medio de la Proporción de Limpieza de la Película (PCR) que es un método in vitro utilizado para medir la eficacia para la eliminación de manchas de té y café en los dientes en comparación con un valor standard. Los valores de la proporción de limpieza de la película (PCR) mencionados en la presente descripción se obtienen por medio de la modificación del método descrito en "In Vitro Removal of Stain with Dentifrice", G K. Stookey, et al, J Dental Research, 61, 1236-9, 1982. La modificación del método de la proporción de limpieza de la película (PCR) que se utiliza en la presente invención se describe en las Patentes de Estados Unidos 5 658 553 y 5 651 958. En esta

modificación se aplica primero un material de película clara a un diente de ganado vacuno que es manchado luego con una combinación del material de película y té, café y FeCl_3 , mientras que en el método original descrito por Stookey et al se aplican de manera simultánea la película y las manchas

Hemos descubierto ahora de manera sorprendente que con la práctica de la presente invención, el valor de la proporción de limpieza de la película (PCR) de una composición dentífrica puede hacerse significativamente mayor que los valores reportados en la tecnología anterior. De hecho, es posible obtener valores de la proporción de limpieza de la película (PCR) desde 150 hasta 300 con valores de abrasión radioactiva de dentina (RDA) desde 110 hasta 200 cuando se utiliza el agente abrasivo de hidrogel de sílice de la presente invención, en donde debe hacerse notar que los valores de abrasión radioactiva de dentina (RDA) de 110 hasta valores de abrasión radioactiva de dentina (RDA) de 250 (máximo permisible) se encuentran completamente dentro de las normas aceptables de abrasividad establecidas por la Administración Federal de Medicamentos de los Estados Unidos así como por la Asociación Dental Americana, de conformidad con el Registro Federal (Productos de Medicamentos Anticaries de Venta sin Prescripción), vol 45, No 62, 1980, y vol 60, No 194, 1995

RESUMEN DE LA INVENCION

De acuerdo con la presente invención se provee una composición dentífrica que posee una funcionalidad limpiadora superior, en donde la composición dentífrica comprende

- (a) un vehículo dentífrico oralmente aceptable que contiene desde 5% en peso hasta aproximadamente 30% en peso de partículas de hidrogel de sílice, en donde las partículas contienen desde aproximadamente 10% en peso hasta aproximadamente 35% en peso de agua y poseen
 - (i) un tamaño medio de partículas desde aproximadamente 5 micras hasta

aproximadamente 12 micras,

- (ii) una dureza de Einlehner desde 1 hasta aproximadamente 20,
- (iii) un valor de absorción de aceite desde aproximadamente 40 hasta menos de 100 cc/100g,
- (iv) un área superficial de BET desde 100 hasta 700 m²/g de sílice,

en donde la morfología de las partículas se caracteriza por medio de superficies de fractura concoidal de vidrio, en donde la composición dentífrica tiene un valor de abrasión radioactiva de dentina (RDA) desde 119 hasta 200 y un valor de la proporción de limpieza de la película (PCR) desde aproximadamente 150 hasta aproximadamente 300

El tamaño medio de las partículas se mide utilizando un Analizador del Tamaño de las Partículas Malvern, Modelo Mastersizer S, Malvern Instruments, Inc., Southborough, MA 01772 en donde se proyecta un haz de rayos láser de helio y neón a través de una célula transparente que contiene las partículas de hidrogel de sílice suspendidas en una solución acuosa. Los rayos de luz que chocan con las partículas son dispersados a través de ángulos que son inversamente proporcionales al tamaño de las partículas. La matriz del fotodetector mide la cantidad de luz en varios ángulos predeterminados. Luego se procesan las señales eléctricas que son proporcionales a los valores medidos del flujo de luz con un sistema de microcomputadora, en comparación con un patrón de dispersión pronosticado a partir de partículas teóricas de acuerdo con lo definido por los índices refractarios de la muestra y del dispersante acuoso para determinar la distribución del tamaño de partículas del hidrogel de sílice.

El valor de dureza de Einlehner se obtiene utilizando un aparato de abrasión de Einlehner At-1000 a fin de medir la suavidad del hidrogel de sílice de la siguiente manera. Se pesa una pantalla de alambre de cobre de Fourdrinier y se expone a la acción de una suspensión acuosa al 10% de hidrogel de sílice durante un número determinado de revoluciones. El valor de dureza se expresa como la

perdida de peso en miligramos de la pantalla de alambre de Fourdrinier para cada 100 000 revoluciones

El área superficial de BET se determina con el metodo de la absorción de nitrógeno de BET descrito en Brunauer et al., J Am Chem Soc 60, 309 (1938) La medición de BET se lleva a cabo utilizando un Analizador Acelerado de Area Superficial y Porosimetría (ASAP 2400) de Micrometrics Instrument Corporation, Norcross, Georgia 30093 La muestra se desgasifica al vacío a 350°C durante un tiempo mínimo de 2 horas antes de realizar la medicion

Los valores de absorcion de aceite se miden utilizando el método de borrado ASTM D281 Todos los niveles de medicion se indican en peso de la composición total, a menos que se indique de otro modo como en el caso de los valores de la proporción de limpieza de la película (PCR) y de abrasión radioactiva de dentina (RDA) que carecen de unidades Además, todas las mediciones se realizan a 25°Ca menos que se especifique de otro modo

En las Ilustraciones

La Figura 1 es una fotomicrografía de exploración de electrones (SEM), con un aumento de 10 000X, de partículas de sílices con un tamaño medio de partículas desde 7 micras hasta 10 micras (Sylodent XWA 650) de la presente invención que exhiben superficies de fractura concoidal de vidrio

La Figura 2 es una fotomicrografía de exploración de electrones (SEM) de un agente abrasivo de sílice precipitada (Zeodent 115) que posee una estructura que comprende una aglomeración comprimida de formas esféricas rodeadas por una aglomeración de poca compresión de esferas

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Hidrogel de Sílice

El hidrogel de la presente invención comprende partículas coloidales de sílice que poseen un tamaño promedio de partículas que varia desde aproximadamente 3

micras hasta aproximadamente 12 micras, y de manera más preferible desde aproximadamente 5 micras hasta aproximadamente 10 micras y una zona límite de pH desde 4 hasta 10 y de manera preferible desde 6 hasta 9 cuando se mide como una lechada al 5% en peso

El hidrogel de sílice que se utiliza para preparar las composiciones dentífricas de la presente invención se diferencian por medio de sus valores de absorción de aceite, exhibiendo valores de absorción de aceite por debajo de 100 cc/100 g, y de manera preferible en la zona límite desde 45 cc/100 g de sílice hasta por debajo de 70 cc/100 g de sílice

El hidrogel de sílice utilizado en la presente composición puede diferenciarse de manera adicional con la morfología o la forma de sus partículas que se caracterizan con superficies concoidales de vidrio como se observa en la Figura 1 de las ilustraciones

La preparación de los hidrogeles de sílice de la presente invención es un proceso conocido en la especialidad, en donde, por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos 4 153 680 y la Solicitud de Patente de Gran Bretaña 2 038 303A los geles hidratados de sílice se producen como consecuencia de la reacción de una solución de silicato de metal alcali con una concentración de SiO_2 de aproximadamente 6 por ciento en peso hasta 20 por ciento en peso en la presencia de un ácido mineral, tal como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico o ácido fosfórico. Se puede utilizar silicato de sodio o potasio como el silicato de metal alcali, en donde se prefiere el silicato de sodio. El ácido se agrega a la solución de silicato de metal alcali hasta que se obtiene un pH por debajo de 10 hasta 11. El producto resultante es una sílice sólida que incluye agua dentro de sus poros. Una vez que se ha formado el hidrogel de sílice se lava hasta que se obtiene un nivel de pureza de aproximadamente 98% de SiO_2 (la impureza restante comprende sales de sulfato). Se muele el hidrogel de sílice resultante hasta obtener el tamaño deseado de partículas de 3 hasta 10 micras de diámetro y se seca hasta

✓
22

obtener un contenido de agua desde 10% en peso hasta 35% en peso, de manera preferible desde 20% en peso hasta 30% en peso, a fin de obtener el hidrogel de sílice deseado

Uno de los hidrogeles útiles para la práctica de la presente invención se encuentra en el mercado con la denominación comercial Syldent XWA de Davison Chemical Division of W.R. Grace & Co., Baltimore, MD 21203. El hidrogel de sílice Syldent 650 XWA que se ilustra en la Figura 1 está compuesto por partículas de sílice coloidal que posee un contenido de agua de 29% en peso y un diámetro promedio desde 7 micras hasta 10 micras, exhibiendo una dureza de Einlechner de 2, un área superficial de BET de $390 \text{ m}^2/\text{g}$ de sílice, y una absorción de aceite por debajo de $70 \text{ cm}^3/100 \text{ g}$ de sílice.

El valor de abrasión radioactiva de dentina (RDA) del dentífrico abrasivo de hidrogel de sílice de la presente invención varía desde 110 hasta 200, y de manera preferible desde aproximadamente 120 hasta aproximadamente 170.

El valor de la proporción de limpieza de la película (PCR) de las composiciones de hidrogel de sílice de la presente invención, el cual es una medida de las características limpiadoras de los dentífricos, varía por lo general desde aproximadamente 150 hasta 300 y de manera preferible es mayor que aproximadamente 160.

El agente abrasivo de hidrogel de sílice puede utilizarse como el único agente abrasivo cuando se prepara la composición dentífrica de la presente invención, o en combinación con otros agentes dentífricos abrasivos o pulidores conocidos. Los agentes abrasivos comercialmente disponibles pueden ser utilizados en combinación con el hidrogel de sílice e incluyen sílices precipitadas que poseen un tamaño medio de partículas de hasta aproximadamente 20 micras, tal como Zeodent 115, comercializado por J.M. Huber Chemicals Division of W.R. Grace & Co. Otros agentes abrasivos dentífricos útiles incluyen metafosfato sódico, metafosfato de potasio, fosfato tricalcico, fosfato dicálcico dihidratado, silicato de

14/28

aluminio, alúmina calcinada, bentonita u otros materiales silícicos, o las combinaciones de estos agentes

La cantidad total del agente abrasivo presente en las composiciones dentífricas de la presente invención se ubica en un nivel desde aproximadamente 5% en peso hasta aproximadamente 40% en peso, de manera preferible desde aproximadamente 5% en peso hasta aproximadamente 30% en peso cuando la composición dentífrica es una pasta dental. Es posible utilizar niveles superiores, tan elevados como del 95%, si la composición dentífrica es un polvo dentífrico.

Vehículo Dentífrico

El vehículo dentífrico oralmente aceptable que se utiliza para preparar la composición dentífrica comprende una fase acuosa que contiene un agente humectante. El agente humectante es de manera preferible glicerina, sorbitol, xilitol y/o propileno glicol con un peso molecular en la zona límite desde 200 hasta 1 000, aunque es posible emplear asimismo otros agentes humectantes y sus mezclas. La concentración del agente humectante abarca de manera típica un total de aproximadamente 5% en peso hasta aproximadamente 70% en peso de la composición bucal.

Cuando mencionamos el sorbitol en la presente descripción, nos referimos al material que se encuentra disponible comercialmente de manera típica como una solución acuosa al 70%. El agua se encuentra presente de manera típica en una cantidad de aproximadamente por lo menos 10% en peso, y por lo general aproximadamente desde 25% en peso hasta 70% en peso de la composición bucal. El agua que se emplea en la preparación de pastas dentales comercialmente apropiadas debería ser de manera preferible agua desionizada y libre de impurezas orgánicas. Estas cantidades de agua incluyen agua libre que se agrega más la cantidad que se introduce junto con otros materiales como con el sorbitol.

Las composiciones dentífricas de la presente invención pueden contener varios ingredientes dentífricos opcionales. Como se describe a continuación, estos

✓
29

ingredientes opcionales pueden incluir, pero sin limitaciones, agentes espesadores, agentes tensoactivos, una fuente de iones de fluoruro, un policarboxilato amónico sintético, un agente de sabor, agentes adicionales antiplaca y agentes colorantes

Agentes Espesadores

Los agentes espesadores utilizados en las composiciones de la presente invención incluyen gomas y coloides naturales y sintéticos, cuyos ejemplos incluyen carraguen (musgo de Irlanda), goma xantano y carboximetil celulosa de sodio, almidón, polivinilpirrolidona, hidroxietilpropil celulosa, hidroxibutil metil celulosa, hidroxipropilmetil celulosa e hidroxietil celulosa. Los agentes espesadores inorganicos incluyen compuestos de sílice amorfa que funcionan como agentes de espesamiento e incluyen compuestos de silices coloidales disponibles bajo las marcas comerciales tales como sílice vaporizada Cab-o-sil fabricada por Cabot Corporation y distribuida por Lenape Chemical, Bound Brook, Nueva Jersey, Zeodent 165 de J M Huber Chemicals Division, Havre de Grace, Maryland 21078, y Sylox 15, conocida asimismo como Sylodent 15, disponible en Davison Chemical Division of W R. Grace Corporation, Baltimore, MD 21203. El agente de espesamiento se encuentra presente en la composición dentífrica en cantidades desde aproximadamente 0,1% en peso hasta aproximadamente 10% en peso, y de manera preferible desde aproximadamente 0,5% en peso hasta aproximadamente 4% en peso.

Agentes Tensoactivos

En las composiciones de la presente invención se utilizan agentes tensoactivos para obtener una mayor acción profiláctica y para hacer que las composiciones dentífricas más cosmeticamente aceptables. El agente tensoactivo es de manera preferible un material detergente que imparte a la composición propiedades detergentes y espumantes. Los ejemplos apropiados de los agentes tensoactivos son las sales hidrosolubles de monosulfatos monoglicéridos de ácidos grasos superiores, tal como la sal de sodio del monoglicérido monosulfatado de

ácidos grasos de aceite de coco hidrogenado, alquil sulfatos superiores tales como lauril sulfato sódico, alquil aril sulfonatos tales como dodecil benceno sulfonato sódico, alquil sulfoacetatos superiores, lauril sulfoacetato sódico, ésteres de ácido graso de 1,2-dihidroxi propano sulfonato, y las acil amidas alifáticas superiores sustancialmente saturadas de los compuestos de aminoácido carboxílico alifático inferior, tales como aquellos que poseen desde 12 hasta 16 átomos de carbono en los radicales de ácido graso, alquilo o acilo, y materiales similares. Los ejemplos de las últimas amidas mencionadas son N-lauroil sarcosina y las sales de sodio, potasio y etanolamina de N-lauroil, N-miristoil, o N-palmitoil sarcosina. El agente tensactivo se encuentra presente de manera típica en las composiciones dentífricas de la presente invención en una cantidad desde aproximadamente 0,3% en peso hasta 5% en peso, y de manera preferible desde aproximadamente 0,5% en peso hasta aproximadamente 2% en peso.

Fluoruro y Otros Agentes Activos

La composición dentífrica de la presente invención puede contener asimismo una fuente de iones de fluoruro o un componente proveedor de flúor, como agente anticaries en una cantidad suficiente para suministrar aproximadamente desde 25 ppm hasta 5 000 ppm de iones de fluoruro e incluye sales inorgánicas de fluoruro, tales como las sales solubles de metal alcali, como por ejemplo fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, fluorosilicato sódico, fluorosilicato de amonio, monofluorofosfato sódico, así como también los fluoruros de estaño, tales como fluoruro estannoso y cloruro estannoso. Se prefiere el fluoruro de sodio.

Además de los compuestos de fluoruro, es posible incluir asimismo agentes antisarro tales como las sales de pirofosfato que incluyen sales de pirofosfato de metal diálcali o tetraálcali tales como los polifosfatos de cadena larga $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_2\text{K}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ y $\text{K}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ tales como hexametáfosfato sódico y fosfatos cíclicos tales como trimetáfosfato sódico. Estos agentes antisarro se incluyen en la composición dentífrica con una concentración de aproximadamente

1% en peso hasta aproximadamente 5% en peso

Otros agentes activos que son útiles en las composiciones dentífricas de la presente invención son los agentes antibacterianos que pueden comprender desde 0,2% en peso hasta 1,0% en peso de la composición dentífrica. Estos agentes antibacterianos útiles incluyen a los agentes antibacterianos no catiónicos que se basan en compuestos fenólicos o bifenólicos, tales como los difenil éteres halogenados tales como Triclosan (2,4,4'-tricloro-2'-hidroxidifenil éter)

Policarboxilato Aniónico

Es posible utilizar asimismo policarboxilatos aniónicos sintéticos en las composiciones dentífricas de la presente invención incorporándolos como un agente intensificador de la eficacia para cualquier agente antibacteriano, antisarro u otro agente activo dentro de la composición dentífrica. Estos policarboxilatos aniónicos se emplean por lo general en la forma de sus ácidos libres o sus sales hidrosolubles de metal alcali (por ejemplo potasio y de manera preferible sodio) o amonio de manera preferible parcialmente neutralizadas y de manera más preferible completamente neutralizadas. Se prefieren los copolímeros 1:4 hasta 4:1 de anhídrido maleico o ácido maleico con otro monómero polimerizable etilénicamente insaturado, de manera preferible metil vinil éter/anhídrido maleico que posee un peso molecular (M_W) desde aproximadamente 30 000 hasta aproximadamente 1 800 000, y de manera más preferible de todas desde aproximadamente 30 000 hasta aproximadamente 700 000. Los ejemplos de estos copolímeros se encuentran disponibles en GAF Corporation bajo la denominación comercial Gantrez, como por ejemplo AN 139 (peso molecular de 500 000), AN 119 (peso molecular de 250 000), S-97 de grado farmacéutico (peso molecular de 700 000), AN 169 (peso molecular desde 1.200 000 hasta 1 800 000), y AN 179 (peso molecular por encima de 1 800 000), en donde el copolímero preferido es el S-97 de grado farmacéutico (peso molecular de 700 000).

Cuando se encuentran presentes, los policarboxilatos aniónicos se emplean en

cantidades efectivas para obtener el refuerzo deseado de la eficacia de cualquier agente antibacteriano, antisarro u otro agente activo dentro de la composición dentífrica. Por lo general, los policarboxilatos aniónicos se encuentran presentes dentro de la composición dentífrica en una cantidad desde aproximadamente 0,05% en peso hasta aproximadamente 4% en peso, y de manera preferible desde aproximadamente 0,5% en peso hasta aproximadamente 2,5% en peso

Agente de Sabor

La composición dentífrica de la presente invención puede contener asimismo un agente de sabor. Los agentes de sabor que se utilizan en la práctica de la presente invención incluyen aceites esenciales así como también varios agentes de sabor que comprenden aldehídos, ésteres, alcoholes y materiales similares. Los ejemplos de los aceites esenciales incluyen aceites de menta verde, hierbabuena, gaulteria, sasafrás, clavo de olor, salvia, eucalipto, mejorana, canela, limón, lima, toronja y naranja. También son útiles aquellos agentes químicos como mentol, carvona y anetol. Entre estos, los que se emplean mas comunmente son los aceites de hierbabuena y de menta verde.

El agente de sabor se incorpora en la composición dentífrica con una concentración desde aproximadamente 0,1% en peso hasta aproximadamente 5% en peso y de manera preferible desde aproximadamente 0,5% en peso hasta aproximadamente 1,5% en peso.

Es posible incorporar varios otros materiales en las composiciones dentífricas de la invención, incluyendo agentes desensibilizantes tales como nitrato de potasio, agentes blanqueadores tales como peróxido de hidrógeno, peróxido de calcio y peróxido de urea, agentes preservativos, siliconas, y compuestos de clorofila. Estos aditivos, cuando se encuentran presentes, se incorporan en la composición dentífrica en cantidades que no afectan sustancialmente de manera adversa a las propiedades y características deseadas.

Preparación del Dentífrico

La preparación de los dentífricos es un proceso muy conocido en la especialidad, tal como se describe en las Patentes de Estados Unidos Nos 3 996 863, 3 980 767, 4 328 205 y 4 358 437 que se incorporan en la presente invención a modo de referencia. De manera mas específica, para preparar un dentífrico de la presente invención, por lo general se dispersan humectantes tales como por ejemplo glicerina, sorbitol, propileno glicol, y polietileno glicol, en el agua en un dispositivo mezclador convencional bajo agitación. A la dispersión se agrega el agente espesador organico tal como carboximetil celulosa (CMC), carragaen, o goma xantano, cualquier policarboxilato aniónico, cualesquiera sales tales como los agentes anticaries de fluoruro de sodio, y cualesquiera edulcorantes, en donde la mezcla resultante se somete a agitación hasta que se forma una fase de gel homogéneo. A la fase de gel se agrega un pigmento tal como TiO_2 y cualquier ácido o base que se requiera para ajustar el pH. Estos ingredientes se mezclan hasta que se obtiene una fase homogénea. La mezcla se transfiere luego a un dispositivo de mezclado de alta velocidad al vacío en donde se agrega a la mezcla el agente espesador inorgánico tal como Zeodent 165 y los ingredientes tensoactivos. El hidrogel de sílice de la presente invención se agrega en este punto, junto con otros agentes abrasivos a ser utilizados en la composición. Cualquier agente antibacteriano no hidrosoluble tal como Triclosan se solubiliza en los aceites de sabor a ser incluidos en el dentífrico y la solución se agrega junto con los agentes tensoactivos a la mezcla, la cual es mezclada luego a alta velocidad durante 5 hasta 30 minutos al vacío aproximadamente desde 20 mm de Hg hasta 50 mm Hg, y de manera preferible de 30 mm Hg. El producto resultante es siempre un producto de pasta o gel homogéneo, semisólido y extrusable.

El siguiente ejemplo describe de manera adicional y demuestra las incorporaciones preferidas dentro del alcance de la presente invención. Este ejemplo se presenta unicamente para los propósitos de ilustración y no está

16-34
34

destinad a ser una limitación de esta invención puesto que es posible realizar muchas variaciones de la misma sin apartarse de su espíritu y alcance

EJEMPLO

Se preparó una composición dentífrica de sílice de la presente invención, denominada "Composición 1" con un contenido de agente abrasivo total de 20% en peso, como se indica en la Tabla I a continuación, que comprendía una combinación del hidrogel de sílice Sylodent XWA 650 que posee la morfología ilustrada en la Figura 1

Para los propósitos de comparación se preparo asimismo un dentífrico comparativo denominado "Composición 2" de la misma forma que la Composición 1 con un contenido de agente abrasivo total de 20% en peso, excepto que el contenido de agente abrasivo comprendía sólo un agente abrasivo de sílice precipitada (Zeodent 115) que posee la morfología ilustrada en la Figura 2 Los ingredientes de la Composición 2 se indican asimismo en la Tabla I a continuación.

TABLA I

Formulaciones Dentífricas

Ingredientes	Composición 1	Composición 2
Glicerina	20,00	20,000
Propileno glicol	0,500	0,500
LB9505	0,400	0,400
Carragaen CMC 2000S	1,100	1,100
Agua desionizada	14,457	14,457
Sacarina Na	0,300	0,300
NaF	0,243	0,243
Sorbitol	20,500	20,500
Gantrez S97 líquido	15,000	15,000
TiO ₂	0,300	0,300
NaOH (50%)	1,000	1,000
Zeodent 115	10,000	20,000
Sylodent XWA 650	10,000	0
Zeodent 165	3,500	3,500
Polvo SLS	1,500	1,500
Sabor	1,200	1,200
Total	100,00	100,00

Las composiciones 1 y 2 fueron preparadas en un tanque de mezclado forrado al vacío a temperatura ambiente. Los agentes humectantes glicerina y sorbitol fueron agregados agua dentro del tanque de mezclado y se comenzó la agitación. Se agregó la sal de fluoruro de sodio, el agente edulcorante de sacarina sódica, el agente espesador orgánico de carboximetil celulosa de sodio y el Gantrez S-97 y se continuó el mezclado hasta que se obtuvo una fase de gel homogéneo. A la fase de gel se agregó el pigmento de TiO_2 y el hidróxido de sodio para ajustar el pH. Se agregó luego el agente espesador de sílice Zeodent 165 a los agentes abrasivos y la mezcla resultante fue agregada al tanque de mezclado bajo fuerte agitación y a un nivel de vacío de aproximadamente 30 mm de Hg. El Triclosan fue disuelto en los aceites de sabor a fin de formar una solución que fue agregada junto con el agente tensoactivo de lauril sulfato sódico al tanque de mezclado que se mantenía todavía a un nivel de vacío de aproximadamente 30 mm de Hg. Se continuó el mezclado al vacío durante aproximadamente 15 minutos. La composición resultante que era una pasta extrusable con un pH de aproximadamente 7 fue envasada en tubos.

Se estableció el valor de la proporción de limpieza de la película (PCR) de las Composiciones 1 y 2 utilizando el procedimiento modificado de Stookey, como se describió anteriormente, y los resultados se presentan en la Tabla II a continuación. Los valores de abrasión radioactiva de dentina (RDA) fueron determinados para las composiciones dentífricas con el método de Hefferren, como se describió anteriormente, y los resultados se presentan asimismo en la Tabla II.

TABLA II

Composición No.	Valor PCR	Valor RDA
1	158	125
2	36	62

18
30

TABLA III

Ingredientes	Composición 3	Composición 4
Agua purificada	10,00	10,00
Monofluorofosfato sódico	0,760	0,760
Sacarina sódica	0,50	0,50
Propileno glicol	13,79	14,09
Carragaen Jota	0,250	0,200
CMC sódica	0,250	0,200
Pirofosfato trisódico	2,00	2,00
Tripolifosfato sódico	3,00	3,00
Dióxido de titanio	1,00	1,00
Glicerina sintética	26,500	26,500
Hidróxido de sodio	1,00	1,00
Zeodent 115 (sílice precipitada)	20,00	20,00
Sylodent XWA 300 (gel de sílice)	---	---
Sylodent XWA 650 (gel de sílice)	10,00	---
Zeodent 165	1,0	1,80
Bicarbonato de Sodio	7,00	16,0
Sabor	0,950	0,950
Peróxido de calcio	0,500	0,500
Lauril sulfato sódico	1,5	1,5
Total	100,00	100,00

TABLA IV

Composición No.	Valor PCR	Valor RDA
3	188	136
4	116	99

En relación con los resultados presentados en la Tabla IV, aunque los valores de abrasión radioactiva de dentina (RDA) de ambas composiciones se ubican bastante por debajo de los límites de abrasividad establecidos por la Administración Federal de Medicamentos de Estados Unidos y la Asociación Dental Americana, la Composición 3 exhibió valores significativamente mayores de la proporción de limpieza de la película (PCR) que la Composición dentífrica comparativa 4

REIVINDICACIONES

1. Se reivindica una composición dentífrica que comprende un vehículo oralmente aceptable que contiene desde 5% en peso hasta aproximadamente 30% en peso de partículas de hidrogel de sílice, en donde las partículas contienen desde aproximadamente 10% en peso hasta aproximadamente 35% en peso de agua y poseen

- (i) un tamaño medio de partículas desde aproximadamente 5 micras hasta aproximadamente 12 micras,
- (ii) una dureza de Einlehner desde 1 hasta aproximadamente 20,
- (iii) un valor de absorción de aceite desde aproximadamente 40 hasta menos de 100 cc/100g,
- (iv) un área superficial de BET desde 100 hasta 700 m²/g de sílice,

en donde la morfología de las partículas se caracteriza por superficies de fractura conoidal de vidrio, en donde la composición dentífrica tiene un valor de abrasión radioactiva de dentina (RDA) desde 119 hasta 200 y un valor de la proporción de limpieza de la película (PCR) desde aproximadamente 150 hasta aproximadamente 300

2. Una composición dentífrica de acuerdo con la Reivindicación 1, en donde la composición comprende de manera adicional una fuente de iones de fluoruro

3. Una composición dentífrica de acuerdo con la Reivindicación 2, en donde la composición comprende de manera adicional un agente tensoactivo

4. Una composición dentífrica de acuerdo con la Reivindicación 3, en donde la composición posee un pH por encima de aproximadamente 7 y en donde el agente tensoactivo es lauril sulfato sódico

5. Una composición dentífrica de acuerdo con la Reivindicación 4, en donde la composición comprende de manera adicional desde aproximadamente 5% hasta aproximadamente 70% de un agente humectante seleccionado de glicerina,

sorbitol, propileno glicol y las mezclas de estos agentes

6. Una composición dentífrica de acuerdo con la Reivindicación 1, en donde la composición contiene un agente anti-sarro o un agente antibacteriano o una mezcla de estos agentes, y un policarboxilato aniónico

7 Una composición dentífrica de acuerdo con la Reivindicación 1, en donde la composición dentífrica posee un valor de abrasión radioactiva de dentina (RDA) desde aproximadamente 120 hasta aproximadamente 170

8. Se reivindica un método para reducir las manchas y/o la placa y para inhibir la gingivitis, en donde el método comprende la aplicación de una cantidad segura y efectiva de una composición de acuerdo con la Reivindicación 1 a los dientes y a las demás superficies bucales

9. Se reivindica un método para reducir las manchas y/o la placa y para inhibir la gingivitis, en donde el método comprende la aplicación de una cantidad segura y efectiva de una composición de acuerdo con la Reivindicación 1 a los dientes y a las demás superficies bucales

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

	USUARIO	RADICADOR
PATENTE DE INVENCION	()	()
MODELO DE UTILIDAD	()	()
- Indicación de que se solicita la concesión de una patente.	()	(x)
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	(x)
- Descripción de la invención.	()	()
- Dibujos de ser estos pertinentes.	()	()
- Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	(x)
COMPLETA ()		
INCOMPLETA ()		()
DISEÑO INDUSTRIAL ()		
- Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud	()	()
- Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()
COMPLETA ()		
INCOMPLETA ()		()
ESQUEMA DE TRAZADO ()		
- Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado.	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta La solicitud.	()	()
- Representación gráfica del esquema de trazado	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()
COMPLETA ()		
INCOMPLETA ()		()

Eduar Noguero
Firma Responsable:

09-12-2002,
Fecha