



(51) МПК

C01B 33/12 (2006.01)*C01B 33/154* (2006.01)*A61K 8/02* (2006.01)*A61K 8/25* (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21), (22) Заявка: **2007123600/15**, **06.10.2005**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.10.2005(30) Конвенционный приоритет:
24.11.2004 US 10/996,538(43) Дата публикации заявки: **27.12.2008**(45) Опубликовано: **20.07.2010** Бюл. № **20**(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **US 5891421 A**, **06.04.1999**. **RU 2295948 C2**,
27.03.2007. **US 2731326 A**, **17.01.1956**. **US**
3846537 A, **05.11.1974**. **US 3893840 A**,
08.07.1975. **US 3988162**, **26.10.1976**. **US 5658553**
A, **19.08.1997**. **JP 61-040209 A**, **26.02.1986**.(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: **25.06.2007**(86) Заявка РСТ:
US 2005/036173 (06.10.2005)(87) Публикация РСТ:
WO 2006/057723 (01.06.2006)Адрес для переписки:
103735, Москва, ул. Ильинка, 5/2, ООО
"Союзпатент", пат.пов. О.И.Воль

(72) Автор(ы):

МакДЖИЛЛ Патрик Д. (US),
ФУЛЬТЦ Уильям С. (US)

(73) Патентообладатель(и):

ДЖ. М. ХЬЮБЕР КОРПОРЕЙШН (US)**(54) ВЫСОКОЭФФЕКТИВНО ЧИСТЯЩИЕ КРЕМНЕЗЕМНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ПОЛУЧАЕМЫЕ
С ПОМОЩЬЮ РЕГУЛИРОВАНИЯ МОРФОЛОГИИ ПРОДУКТА, И СОДЕРЖАЩЕЕ ИХ
СРЕДСТВО УХОДА ЗА ЗУБАМИ**

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано для получения средств ухода за зубами. Смешивают силикат щелочного металла с подкисляющим агентом в количествах, достаточных для образования композиции, содержащей частицы силикагеля. Полученную композицию не подвергают промывке или очистке. Затем в полученную композицию вводят силикат щелочного металла и подкисляющий агент в количествах,

достаточных для образования осажденного кремнезема, в результате чего образуется комбинация абразивный гель/осадок. Уровень радиоактивного истирания (RDA) указанной комбинации может составлять 95-150, 180-240 при степени очистки зубного налета (PCR) 90-160 или 20-80 при PCR от 50 до 80. Полученную кремнеземную комбинацию абразивный гель/осадок используют в рецептуре средства ухода за зубами. Изобретение позволяет получать материалы, обладающие высокими

уровнями чистящих свойств в отношении
зубного налета и более низкие показатели

радиоактивного истирания дентина, 6 н. и 6
з.п. ф-лы, 3 ил., 14 табл.

RU 2 3 9 4 7 6 3 C 2

RU 2 3 9 4 7 6 3 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C01B 33/12 (2006.01)*C01B 33/154* (2006.01)*A61K 8/02* (2006.01)*A61K 8/25* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2007123600/15, 06.10.2005**(24) Effective date for property rights:
06.10.2005(30) Priority:
24.11.2004 US 10/996,538(43) Application published: **27.12.2008**(45) Date of publication: **20.07.2010 Bull. 20**(85) Commencement of national phase: **25.06.2007**(86) PCT application:
US 2005/036173 (06.10.2005)(87) PCT publication:
WO 2006/057723 (01.06.2006)Mail address:
**103735, Moskva, ul. Il'inka, 5/2, OOO
"Sojuzpatent", pat.pov. O.I.Vol'**

(72) Inventor(s):

**MakDZhILl Patrik D. (US),
FUL'TTs Uil'jam S. (US)**

(73) Proprietor(s):

DZh. M. Kh'JuBER KORPOREJShN (US)**(54) HIGHLY EFFICIENT CLEANING SILICA MATERIALS OBTAINED THROUGH CONTROL OF PRODUCT MORPHOLOGY AND DENTAL CARE AGENT CONTAINING SAID MATERIALS**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention can be used to make dental care agents. An alkali metal silicate is mixed with an acidifying agent in an amount sufficient for formation of a composition which contains silica gel particles. The obtained composition is not washed or cleaned. An alkali metal silicate and an acidifying agent are then added to the obtained composition in amounts sufficient for formation of a silica precipitate, resulting in formation of an abrasive

gel/precipitate combination. Radioactive dentin abrasion (RDA) of the said combination can be equal to 95-150, 180-240, with pellicle cleaning ratio (PCR) equal to 90-160 or 20-80 with PRC between 50 and 80. The obtained abrasive silica gel/precipitate combination is used in making dental care agents.

EFFECT: invention enables to obtain materials with good cleaning properties with respect to tooth pellicle and lower radioactive dentin abrasion values.

12 cl, 3 dwg, 14 tbl, 17 ex

Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к уникальным абразивным и/или загущающим материалам, представляющим собой образующиеся *in situ* композиции кремнеземов и силикагелей. Такие композиции обладают различными полезными характеристиками в зависимости от структуры образовавшегося *in situ* композиционного материала. Для слабоструктурированных композитов (согласно измерениям по уровням поглощения льняного масла от 40 до 100 мл поглощенного масла на 100 г композита) возможны одновременно хорошая способность чистки зубного налета и умеренные уровни истирания дентина, что позволяет предлагать пользователю средство ухода за зубами (СУЗ), которое эффективно очищает поверхности зубов без разрушительного истирания таких поверхностей. Повышенные количества высокоструктурированных композиционных материалов добавляют к желаемым характеристикам истирания и очистки такие полезные качества, как более вязкая структура и загущение, хотя и в меньшей степени, чем в случае слабоструктурированных типов. При этом чистящие материалы среднего типа будут обладать уровнями маслопоглощения от более чем 100 до 150, а сильно загущающий/слабо абразивный композит будет иметь уровень маслопоглощения выше 150. Такая комбинация одновременно образующихся *in situ* осажденного кремнезема и силикагеля неожиданно приводит к возникновению эффективной слабо абразивной и высокоэффективно чистящей способности и отличающихся загущающих характеристик по сравнению с механическими смесями таких компонентов. Изобретение включает в себя также особый способ получения для названной цели таких композиционных материалов гель/осажденный кремнезем, а также различных материалов в пределах описанных выше диапазонов структур и содержащих их СУЗ.

Предшествующий уровень техники

Абразивный материал включают в состав традиционных СУЗ с целью удаления с поверхности зубов различных отложений, включая зубной налет (пищевую пленку). Последний плотно прилегает и часто содержит бурые или желтые пигменты, которые придают зубам неприглядный внешний вид. Хотя чистка является важным фактором, абразив не должен быть агрессивным в такой степени, чтобы повредить зубы. В идеальном случае эффективный абразивный материал СУЗ максимизирует удаление зубного налета, производя при этом минимальное истирание и повреждение твердых зубных тканей. Вследствие этого, среди прочих факторов, качество СУЗ сильно зависит от степени истирания, которое вызывает абразивный ингредиент. Традиционным образом абразивный чистящий материал вводят в состав СУЗ в виде сыпучего сухого порошка или в виде полирующего агента из повторно диспергированного сыпучего сухого порошка, приготовленного заранее или в процессе приготовления композиции СУЗ. В последнее время такие абразивы готовят также в виде суспензий, что облегчает хранение, транспорт и ввод в целевые составы СУЗ.

Для этой цели используют синтетические слабоструктурированные кремнеземы благодаря эффективности, которую такие материалы проявляют в качестве абразивов, а также низкой токсичности и совместимости с другими компонентами СУЗ, такими, например, как фторид натрия. Целью приготовления синтетических кремнеземов является получение кремнеземов, которые бы обеспечивали максимальную очистку при минимальном воздействии на твердые поверхности зубов. Исследователи в области стоматологии постоянно ищут возможность обнаружения абразивных материалов, которые бы отвечали таким целям.

Синтетические кремнеземы (с более высокой структурой) используют также в качестве загущающих агентов для СУЗ и других подобных пастообразных материалов в целях добавления или модифицирования реологических свойств для улучшенного регулирования, таких свойств как вязкостная структура, устойчивость, сползание со щетки и т.п. Для составов зубных паст существует, например, потребность в устойчивой пасте, которая могла бы удовлетворить ряд требований потребителя, включая (без ограничения) способность переноситься за пределы контейнера (такого как тюбик) под давлением (например, при надавливании на тюбик) в виде пространственно устойчивой пасты и возвращаться в свое предшествующее состояние после устранения такого давления, способность легко переноситься таким же образом на головку щетки без вытекания из тюбика во время и после такого переноса, склонность оставаться пространственно устойчивой на щетке перед применением и при нанесении на зубы перед чисткой, а также создание нужного ощущения во рту по крайней мере в эстетических целях, удовлетворяя тем самым пользователя.

Как правило, СУЗ включают в себя в преобладающем количестве увлажнитель (такой как сорбит, глицерин, полиэтиленгликоль и т.п.) для обеспечения необходимого контакта с целевыми стоматологическими объектами, абразив (типа осажденного кремнезема) для необходимой очистки и шлифовки зубов, воду и другие активные компоненты (такие как соединения на основе фторида, препятствующие кариесу). Способность придавать СУЗ требуемые реологические преимущества достигается путем надлежащего подбора и использования загущающих агентов (таких как гидраты кремнеземов, гидроколлоиды, камеди и т.п.) для создания несущей сетки, которая бы надлежащим образом содержала такие важные ингредиенты, как увлажнитель, абразив и противокариесные ингредиенты. Становится, таким образом, очевидным, что составление рецептуры необходимых составов СУЗ может быть довольно сложным как с точки зрения приготовления, так и с точки зрения числа, количества и типа компонентов, содержащихся в таких составах. В результате этого, хотя в индустрии СУЗ это и не является приоритетным, возможность уменьшить число таких компонентов или попытка вводить некоторые компоненты, которые обладают по меньшей мере двумя из требуемых свойств, могла бы потенциально уменьшить сложность составления рецептуры, не говоря уже о потенциальном снижении общих производственных затрат.

Применялся или был описан ряд водонерастворимых абразивных полирующих агентов для составов СУЗ. В число этих абразивных полирующих агентов входят природные и синтетические абразивные зернистые материалы. В число широко известных синтетических абразивных полирующих агентов входят аморфные осажденные кремнеземы и силикагели, а также осажденный карбонат кальция (PCC). Другие абразивные полирующие агенты для СУЗ включали мел, карбонат магния, двухзамещенный фосфат кальция и его дигидратные формы, пирофосфат кальция, силикат циркония, метафосфат калия, ортофосфат магния, трехзамещенный фосфат кальция, перлит и т.п.

Синтетически производимые осажденные слабоструктурированные кремнеземы используются, в частности, в качестве абразивных компонентов в составах СУЗ благодаря их чистящей способности, относительной безопасности и совместимости с обычными ингредиентами зубных паст, такими как смачивающие агенты, загустители, вкусоароматические агенты, противокариесные агенты и т.д. Как известно, синтетические осажденные кремнеземы получают, как правило, путем дестабилизации

и осаждения аморфного кремнезема из растворимого силиката щелочного металла при добавлении минеральной кислоты и/или кислых газов в условиях, при которых образующиеся вначале первичные частицы стремятся ассоциироваться друг с другом с образованием множества агрегатов (т.е. отдельных кластеров первичных частиц), но без агломерации в трехмерную гелевую структуру. Образовавшийся осадок отделяют от водной фракции реакционной смеси фильтрацией, промывкой и сушкой, после чего высушенный продукт механически растирают с целью обеспечить подходящие размер частиц и распределение частиц по размеру.

Операции сушки кремнезёмов традиционно выполняют с использованием распылительной сушилки, инъекционной сушилки (например, башенной или фонтанной), барабанной сушилки, термической сушилки, вращательной барабанной сушилки, сушки в печи в псевдоожиженном слое и т.п.

Традиционные абразивные материалы имеют определенные ограничения в отношении максимизации чистки и минимизации истирания дентина. Способность оптимизировать эти характеристики в прошлом ограничивалась, в основном, регулированием структур используемых для таких целей индивидуальных компонентов. Примеры модификаций в структурах осажденных кремнезёмов, предназначенных для СУЗ, описаны в уровне техники в таких публикациях, как патенты США №№3967563, 3988162, 4420312 и 4122161 (Wason), 4992251 и 5035879 (Aldcroft et al.), 5098695 (Newton et al.), 5891421 и 5419888 (McGill et al.). Модификации в силикагелях описаны также в таких публикациях как патенты США №№5647903 (McGill et al.), 4303641 (DeWolf, II et al.), 4153680 (Seybert) и 3538230 (Pader et al.). В этих документах сообщается об улучшении кремнезёмных материалов с целью придания им повышенной способности очищать зубной налет и снижения уровней истирания дентина, улучшая тем самым качество СУЗ. Однако в этих обычных улучшениях отсутствует возможность достижения предпочтительных уровней качества, которые бы предоставили возможность при производстве СУЗ ввести такой индивидуальный материал в различных количествах вместе с другими компонентами для получения различных конечных уровней характеристик чистки и истирания. Для компенсации названных ограничений проводились попытки создать различные сочетания кремнезёмов, позволяющие достигать различные уровни. Такие комбинации кремнезёмов, включающие композиции с различными размерами и удельными поверхностями, раскрыты в патентах США №№3577521 (Karlheinz Scheller et al.), 4618488 (Masyarea et al.), 5124143 (Muhlemann) и 4632826 (Ploger et al.). Однако получаемые при этом СУЗ не обеспечивают одновременно желаемых уровней истирания и эффективной очистки зубного налета.

Была произведена еще одна попытка создать физические смеси осажденных кремнезёмов некоторых структур с силикагелями, а именно в патенте США №5658553 (Rice). Общеизвестно, что силикагели содержат кромки и, таким образом, они теоретически обладают способностью истирать поверхности в большей степени, чем осажденные кремнезёмы, даже в случае слабоструктурированных типов. Оказалось, что смесь таких материалов в указанном патенте приводила к улучшению, состоящему в регулируемых, но на более высоких уровнях абразивности в сочетании с лучшей способностью очистки зубного налета по сравнению с одними только осажденными кремнезёмами. В этом документе показано, что отдельно полученные и совместно введенные силикагели и осажденные кремнезёмы могут повысить уровни PCR (степень очистки зубного налета) и RDA (радиоактивное истирание), но, несомненно, при более строгой регулировке снижения характеристик истирания, чем в

случае ранее получаемых кремнеземов, обладающих очень хорошими результатами в отношении PCR. К сожалению, хотя названные результаты, безусловно, являются шагом в заданном направлении, все еще существует в существенной степени неудовлетворенная потребность в получении зубного абразива на основе кремнезема, который бы обладал достаточно хорошей способностью очистки зубного налета и одновременно более низкими радиоактивно-абразивными характеристиками в отношении дентина, в результате чего удаление зубного налета могло бы осуществляться без неблагоприятного разрушения дентина. Действительно, необходим более безопасный абразив, обладающий значительно более высоким уровнем PCR по отношению к уровню RDA по сравнению с тем, что до сих пор поставляла индустрия зубного кремнезема. И повторим еще раз, что патент Rice является лишь началом в направлении получения желаемых абразивных характеристик. Кроме того, необходимость получать по отдельности названные гелевый и осажденный материалы и отмеривание их для получения желаемых уровней таких характеристик повышает расходы и увеличивает число стадий производственного процесса. Пути реализации преимуществ от таких комбинаций, но при очень высоком уровне очистки зубного налета и от относительно низкой до умеренной степени истирания дентина при одновременном облегчении введения в состав СУЗ в настоящее время для промышленности не доступны.

Всегда существует желание ограничить число добавок, которые необходимо приобретать, хранить и вводить в составы СУЗ. Как таковая, способность обеспечивать одновременное загущение и абразивные характеристики вместо того, чтобы добавлять множество компонентов для достижения названных свойств, является потребностью, которая в промышленности остается неудовлетворенной.

Раскрытие изобретения

Было обнаружено, что модификации в способах производства осажденных кремнеземов могут привести к одновременному *in situ* получению внутри них желаемых количеств силикагелей, в частности, таких, у которых можно регулировать конечную структуру образующегося *in situ* композита. Такой новый способ позволяет, таким образом, получать образующиеся *in situ* гель/осажденный кремнезем материалы, которые обеспечивают великолепные загущающие свойства, а также желаемые абразивные и чистящие свойства путем ввода получаемой таким необычным путем, сохраняемой и вводимой добавки.

В частности, специфические образующиеся *in situ* композиты обладают очень высокими уровнями чистящих свойств в отношении зубного налета по сравнению с более низкими результатами радиоактивного истирания дентина, вследствие чего получаемые материалы могут добавляться вместе с другими абразивными материалами (такими как более низко структурированные осажденные кремнеземы, карбонаты кальция и т.п.) при производстве СУЗ с целью достижения определенных высоких уровней очистки при более низкой абразивности, обеспечивая оптимизацию чистки при одновременно более широком диапазоне защиты от истирания у конечного пользователя. Без намерения углубляться в какую-либо специальную научную теорию предполагают, что повышенное количество силикагеля в конечных композиционных материалах способствует обеспечению более узких диапазонов размеров частиц, что способствует регулируемому результату высокого уровня очистки и низкого уровня истирания дентина. Как это будет более детально обсуждаться ниже, обнаружено, что физически перемешанная комбинация указанных материалов (т.е. не полученных одновременно в одной и той же реакции) сообщает

ограниченные уровни таких свойств, однако необходимо иметь материалы (в частности, осажденный кремнеземный компонент), которые бы обладали чрезвычайно высоким, потенциально разрушительным уровнем истирания дентина с тем, чтобы одновременно получить приемлемо высокий уровень очистки зубного налета. Новые получаемые *in situ* комбинации осажденный кремнезем/силикагель неожиданным образом обеспечивают более высокую степень очистки зубного налета при значительно более низком значении истирания дентина, предлагая, таким образом, индустрии СУЗ более желательный менее абразивный материал для лучшей защиты зубов. Было выяснено, что присутствие изменяемых количеств силикагелевого компонента предоставляет возможность воспользоваться острыми кромками, которыми обладают гелевые агломераты, в целях абразивности в сочетании с изменяемыми уровнями осадков кремнезема с различными структурами, обеспечивающими всему композиту в целом обладание одним из трех общих свойств: эффективная очистка, очистка средней степени или загущение при слабой очистке. Эти общие свойства зависят от структуры всего композита гель/осадок, измеряемой методом поглощения льняного масла (как указывалось выше). Будучи полученным *in situ*, такой материал гель/осадок сообщает неожиданным образом улучшенные свойства по сравнению с сухими смесями таких по отдельности приготовленных компонентов. Таким образом, например для изменения эффективности очистки, было установлено, что хотя уровень очистки зубного налета вполне высок, сопутствующий ему уровень истирания дентина является ограниченным, предоставляя для конечного зубного средства великолепный чистящий материал, не обладающий при этом слишком высоким уровнем абразивности.

Альтернативным образом, но ни в коем случае не менее важной, предоставляется возможность одновременно получать материалы компонентов на основе кремнезема в одной и той же реакционной среде, что дает характеристики истирания дентина и очистки зубного налета (хотя и в меньшей степени, чем те, о которых говорилось в предыдущем абзаце) и одновременно загущающие свойства, результатом чего становится преимущество использования единственной добавки. Возможность регулирования уровня силикагеля в конечном композите и/или высоко-, средне- или слабоструктурированного осажденного компонента в этом композите путем изменений концентрации исходного материала и/или условий реакции для геля и/или осадка предоставляет возможность регулировать чистящие, абразивные и/или загущающие характеристики в целом для композита как такового. Таким образом, композит, обладающий более высокими загущающими и пониженными, но эффективными характеристиками очистки зубного налета, должен включать в себя большие количества силикагеля и/или большие количества высокоструктурированного осадка, благодаря чему весь композит в целом характеризовался бы достаточно высоким поглощением льняного масла (выше 150 мл/100 г материала), что обеспечивало бы конечные желаемые свойства «загущение/низкая абразивность». Таким образом, путем регулирования таких параметров, как получение силикагеля/осадка, было установлено, что единственная добавка способна обеспечить такие различные свойства, как очистка, истирание и/или загущение без необходимости применения для этой цели множества добавок потенциально дорогостоящих и/или трудно вводимых материалов.

Все части, процентные содержания и отношения в данной заявке, если не оговорено особо, выражены по массе. Все процитированные документы включены в заявку в качестве ссылочного материала.

Соответственно одной из целей настоящего изобретения является получение композиционного материала из осажденного кремнезема и силикагеля, обеспечивающего улучшенную очистку зубного налета без неприемлемо высокого соответствующего усиления истирания дентина или эмали. Другой целью настоящего изобретения является создание нового способа получения таких эффективных комбинаций осажденный кремнезем/силикагель, в которых названные материалы получают одновременно *in situ*, что обеспечивает получение требуемых соотношений таких материалов в процессе их производства, а не в процессе производства СУЗ.

Также целью настоящего изобретения является получение образующегося *in situ* композиционного материала осажденный кремнезем/силикагель, для которого уровни поглощения льняного масла находятся в трех диапазонах значений: от 40 до 100 мл поглощенного масла на 100 г композиционного материала для очень эффективно чистящего материала, от более чем 100 и вплоть до 150 мл поглощенного масла на 100 г композиционного материала для чистящего материала среднего уровня и более 150 для чистящего/загущающего/слабо абразивного материала.

Таким образом, настоящее изобретение включает в себя способ одновременного получения силикагелей и осажденных кремнеземов и при этом способ включает следующие стадии:

а) смешение достаточного количества силиката щелочного металла с подкисляющим агентом с образованием силикагельной композиции без предварительной промывки, очистки или модифицирования такой образовавшейся силикагельной композиции,

б) одновременное введение в указанную силикагельную композицию достаточного количества силиката щелочного металла и подкисляющего агента с образованием осажденного кремнезема, в результате чего получают комбинацию осажденный кремнезем/силикагель. Настоящее изобретение относится также к продукту этого процесса, в котором количество силикагеля составляет от 5 до 80% об. от общего количества одновременно получаемой комбинации осажденный кремнезем/силикагель. В рамки настоящего изобретения входят также и перечисленные выше композиционные материалы в трех диапазонах измеренного поглощения масла, а также составы СУЗ, включающие такие материалы и указанный выше продукт способа настоящего изобретения.

Синтетические осажденные кремнеземы получают, как правило, путем смешения разбавленных растворов силикатов щелочных металлов с сильными водными минеральными кислотами в условиях, при которых не может происходить агрегация с образованием золя или геля, перемешивания и последующего отфильтровывания осажденного кремнезема. Полученный кремнезем после этого промывают, сушат и растирают до желаемого размера.

В основном силикагели включают в себя гидрогели, водные гели, аэрогели и ксерогели кремнезема. Силикагели образуются также при реакции растворов силикатов щелочных металлов с сильными кислотами, или, наоборот, с образованием гидрозоля с последующим старением свежеполученного гидрозоля до образования гидрогеля. Гидрогель после этого промывают, сушат и растирают, в результате чего образуются желаемые материалы.

Как отмечалось выше, раздельное получение таких материалов требовало ранее производства этих отдельных материалов и правильного дозирования обоих материалов в процессе их введения в состав СУЗ таким образом, чтобы обеспечить для него желаемые уровни очистки/истирания.

Напротив, способ согласно изобретению одновременного получения таких материалов позволяет производителю выбирать диапазон количеств силикагельного и осажденного кремнеземного компонентов, а также структур осажденных компонентов для достижения желаемого уровня очистки/истирания путем
 5 регулировки параметров в процессе получения, что представляет собой существенное отличие от прежнего физического смешивания (т.е. сухих смесей) таких материалов при раздельном введении. В основе нового способа лежат возможность получения желаемого количества силикагеля и специальный выбор определенных условий
 10 реакции с целью достижения такого желаемого уровня в процессе производства аморфного осажденного кремнезема.

Абразивные композиции согласно изобретению являются готовыми к применению добавками при приготовлении очищающих ротовую полость составов, таких как СУЗ, зубные пасты и т.п., в особенности пригодные в качестве исходного материала в
 15 процессе получения СУЗ. Кроме того, такие кремнеземные продукты могут использоваться в областях, в которых может существовать необходимость в острых кромках и более низкой абразивности, как (лишь в качестве примера) ингибиторы пенообразования в некоторых составах, как (лишь в качестве примера) моющие
 20 средства для автоматической мойки посуды. В число дополнительных потенциальных применений таких материалов входят (лишь в качестве примера) пищевые носители, добавки к резине и носители, косметические добавки, добавки для личного ухода, антиадгезивные добавки для пластиков и фармацевтические добавки,

Краткое описание чертежей

25 Фиг.1 - графическое представление корреляции между отношением истирания дентина к очистке зубного налета для состава СУЗ для полученных *in situ* композитов гель/осажденный кремнезем согласно изобретению и сравнительных физических смесей таких материалов.

30 Фиг.2 - графическое представление корреляции между загущающей способностью и структурой силикагеля для приготовленных *in situ* композитов гель/осажденный кремнезем согласно изобретению и сравнительных физических смесей таких материалов.

35 Фиг.3 - графическое представление корреляции между значениями измерений истирания дентина и очистки зубного налета для состава СУЗ для приготовленных *in situ* композитов гель/осажденный кремнезем согласно изобретению и значений тех же измерений для сравнительных традиционных зубных абразивов.

Осуществление изобретения

40 Используемые в настоящем изобретении абразивные и/или загущающие комбинации получены *in situ* материалы, которые могут легко входить в состав рецептуры с другими ингредиентами с целью получения составов для очистки ротовой полости, характеризующихся высокой чистящей эффективностью и не вызывающих
 45 чрезмерного истирания поверхностей зубов. Как обязательные, так и необязательные компоненты абразивных и/или загущающих составов и соответствующие способы их получения согласно настоящему изобретению более детально описаны ниже.

Общий способ получения

50 Кремнеземные композиции настоящего изобретения получают согласно следующему двухстадийному способу, на первой стадии которого образуется силикагель, а на второй стадии осажденный кремнезем. В этом способе в реактор, оборудованный средством перемешивания, способным обеспечить гомогенную смесь, загружают водный раствор силиката щелочного металла, например силиката натрия,

и предварительно нагревают водный раствор силиката щелочного металла в реакторе до температуры от примерно 40 до примерно 90°C. Водный раствор силиката щелочного металла имеет концентрацию силиката щелочного металла преимущественно приблизительно от 3,0 до 35% масс., предпочтительно от
 5 примерно 3,0 до примерно 25% масс. и, более предпочтительно, от примерно 3,0 до примерно 15% масс. Силикатом щелочного металла преимущественно является силикат натрия с отношением $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ от примерно 1 до примерно 4,5 и, особенно, от примерно 1,5 до примерно 3,4. Количество загружаемого в реактор силиката
 10 щелочного металла составляет от примерно 10 до примерно 80% масс. от общего количества загрузки силиката. К реакционной среде (раствору силиката или воде) необязательно может быть добавлен электролит, такой как раствор сульфата натрия. После этого к силикату добавляют водный подкисляющий агент или кислоту, такую как серная кислота, соляная кислота, азотная кислота, фосфорная кислота и т.д.
 15 (предпочтительно серная кислота), в виде их разбавленного раствора (например, при концентрации примерно от 4 до 35% масс. и, более типично, примерно от 9,0 до 15,0% масс.), в результате чего образуется гель. После образования геля и доведения pH до желаемого значения, например, примерно от 3 до 10, добавление кислоты прекращают
 20 и нагревают гель до температуры реакции загрузки, преимущественно от примерно 65 до примерно 100°C. Важно отметить, что после завершения первой стадии получаемый силикагель никаким образом не модифицирован. Этот полученный гель перед началом второй стадии не промывают, не очищают, не осветляют и т.п.

После этого начинают проводить вторую стадию, поднимая температуру при
 25 одновременном добавлении в реактор: (1) водного раствора того же ранее используемого подкисляющего агента и (2) дополнительных количеств водного раствора, содержащего силикат щелочного металла того же типа, что находится в реакторе, причем водный раствор предварительно нагревают до температуры от
 30 примерно 65 до примерно 100°C. Скорости прибавления подкисляющего агента и силиката на второй стадии реакции могут корректироваться с целью контроля одновременно меняющегося pH. Контролирование pH может использовать в целях регулирования физических свойств продукта и при этом более высокое среднее значение pH загрузки приводит к более низкой структуре кремнеземных продуктов, а
 35 относительно низкое среднее значение pH загрузки приводит к более высокой структуре кремнеземных продуктов. Может применяться высокосдвиговая рециркуляция, а прибавление водного раствора продолжается до тех пор, пока pH загрузки в реакторе не упадет до значения в пределах от примерно 4 до примерно 9. Для заявленного способа выражение «среднее значение pH загрузки» следует
 40 понимать как среднее значение pH, получаемое при измерении pH через каждые 5 мин во время стадии образования осадка и усреднении всего множества значений за все истекшее время.

После прекращения приливания подкисляющего агента и силиката щелочного
 45 металла загрузку реактора оставляют для старения или для выдержки в течение от 5 до 30 мин, поддерживая при этом постоянным pH содержимого реактора. После завершения выдержки загрузку реактора отфильтровывают и промывают водой для удаления избытка побочно получаемых неорганических солей до тех пор, пока
 50 промывная вода с кремнеземной фильтрационной лепешки не будет содержать максимально 5% солевого побочного продукта, измеряемого с помощью электропроводимости.

Кремнеземную фильтрационную лепешку суспендируют в воде и затем сушат с

помощью любого традиционного способа сушки, такого как сушка распылением, получая аморфный кремнезем с влагосодержанием от примерно 3 до примерно 50% масс. Кремнезем после этого может быть размолот, в результате чего можно получить
 5 желаемый средний размер частиц примерно от 3 до 25 мкм, преимущественно от примерно 3 до примерно 20 мкм. Классификация даже более узких диапазонов средних размеров частиц также может способствовать повышенной эффективности очистки.

В дополнение к описанному выше способу осаждения синтетических аморфных кремнеземов, получение кремнеземных продуктов не обязательно сводится к этому
 10 способу и может также обычным образом осуществлено согласно способам, описанным, например, в патентах США №№3893840, 3988162, 4067746, 4340583 и 5891421, все они введены в настоящую заявку в качестве ссылочного материала, при условии, что такие способы соответствующим образом модифицированы введением
 15 рециркуляции и высокосдвиговых обработок. Как это известно специалистам в данной области, параметры реакции, которые влияют на характеристики образующегося осажденного кремнезема, включают: скорость и выбор момента времени прибавления разных реагирующих веществ, уровни концентрации разных реагирующих веществ, рН реакции, температуру реакции, перемешивание реагирующих веществ в процессе
 20 производства; и/или скорость прибавления электролитов.

Альтернативные способы получения этого материала изобретения включают (не ограничивая ими изобретения) осуществляемые в виде суспензии способы, описанные в патенте США №6419174 (McGill et al.), а также суспензионные процессы на фильтр-прессе, описанные в опубликованной патентной заявке США №20030019162 (Huang).

Кремнеземные композиционные материалы согласно изобретению можно
 25 охарактеризовать и разделить на три разные категории по диапазонам поглощения льняного масла. Тест на поглощение масла, более подробно обсуждаемый ниже, обычно используют для определения структур осажденных кремнеземных
 30 материалов, как это описано в J. Soc. Cosmet. Chem., 29, 497-521 (август, 1978) и Pigment Handbook: volume 1, Properties and Economics. John Wiley & Sons, 1988, p.139-159. Для настоящего изобретения, однако, важно отметить, что такой тест используют для определения структуры композита в целом. Таким образом, эти три основные типа материалов согласно изобретению разделяются по категориям, как указано выше и
 35 как это обсуждается в последующих разделах.

Получаемые *in situ* композиты изобретения (называемые также «комбинациями») силикагеля и осадка кремнезема обладают разными полезными функциями, включают (но, не ограничиваясь) три основных типа: (i) высокоэффективная очистка,
 40 зубные абразивы с относительно более низкой абразивностью (например, с уровнем RDA менее 250) по сравнению с обычными высокоэффективными чистящими продуктами на основе кремнезема; (ii) чистящие зубные абразивы средней эффективности с пониженными высокими уровнями очистки (по сравнению с
 названными выше высокоэффективно чистящими материалами), но намного более
 45 низкими значениями RDA (например, не более примерно 150); и (iii) загущающие (меняющие вязкость) продукты, обладающие определенными уровнями очистки и абразивности (такие как имеющие значения PCR ниже 90 и RDA ниже 80). Получение каждого типа основано на разных факторах, таких как условия реакции (например,
 50 температура, перемешивание/сдвиг, скорость прибавления реагирующих веществ, количество гелевого компонента и т.п.) и концентраций реагирующих веществ (в качестве одного из примеров: мольные отношения силиката к кислоте). Эти факторы будут ниже определены отдельно.

Высокоэффективные чистящие абразивные материалы

Способ *in situ* настоящего изобретения неожиданно позволил получить с использованием избирательности, соблюдаемой для pH реакции, состава реагирующих веществ, количества гелевого компонента и, в результате, структуры получаемых из них композиционных материалов гель/осажденный кремнезем, абразивные материалы, которые обладают исключительно высокими чистящими свойствами в отношении зубного налета. Такие высокоэффективные чистящие материалы могут быть подобраны для достижения более низких уровней радиоактивной обработки дентина без ущерба для чистящих свойств и при этом по-прежнему благодаря использованию определенных композиционных материалов типа слабоструктурированный гель/осажденный кремнезем. Такие материалы проиллюстрированы ниже по крайней мере в примерах 4, 6, 7, 11 и 15 и обладают способностью чистить без разрушительного избыточного истирания дентина (например, в рецептурах СУЗ 1, 3 и 4). Такие продукты можно использовать в качестве единственного чистящего/абразивного компонента в СУЗ или же (в потенциально предпочтительном варианте осуществления) они могут быть использованы в качестве добавки вместе с другими низкоабразивными добавками для задания некоторого суммарного чистящего и абразивного уровня для состава СУЗ.

В этом высокоэффективном чистящем материале гелевый компонент присутствует в количестве от 5 до 50% от объема образовавшегося в конечном итоге композиционного кремнеземного материала гель/осадок (и, соответственно, осажденный кремнеземный компонент присутствует в количестве от 95 до 50% об.). Хотя количество геля, способное образовать высокоэффективный чистящий материал, может достигать 50% от композиционного материала, это количество преимущественно намного меньше главным образом потому, что было установлено, что чем больше количество геля, присутствующего в высокоэффективно чистящем материале, тем большее количество слабоструктурированного осажденного кремнеземного компонента должно быть произведено на последующей стадии. При этом все количество геля, которое необходимо получить, преимущественно относительно мало (например, от 10 до 25%). Такие процентные содержания гелевого компонента фактически представляют количество силиката, присутствующего на производственных стадиях для каждого отличного от других кремнеземного материала. Так, 10% измеренного геля отражает присутствие 10% от общего объема силикатного компонента реакции в реакторе, где вначале образуется гель (в качестве лишь одного примера). После начального образования геля оставшиеся 90% объема силикатного компонента реакции расходуется на образование осажденного кремнеземного компонента. Важно, однако, отметить, что при иницировании стадии образования осадка, некоторое количество силиката может в действительности производить гель, но определение содержаний каждого из компонентов в окончательно сформировавшемся композиционном материале не отражает такой возможности. Так, указанные выше процентные содержания являются скорее просто наилучшими оценками, чем конкретными определениями конечных количеств компонентов. Такая же проблема существует также и для остальных категорий получаемого *in situ* композиционного материала гель/осадок.

Обычно считается, что такие специфические высокоэффективные чистящие абразивы можно получать путем смешения подходящей кислоты и подходящего силикатного исходного материала (где концентрация кислоты в водном растворе составляет от 5 до 25%, предпочтительно от 10 до 20% и, более предпочтительно, от 10

до 12%, а концентрация исходного силикатного материала составляет от 4 до 35% в водном растворе), в результате чего происходит начальное образование силикагеля. После образования геля к образовавшемуся гелю добавляют достаточные количества силиката и кислоты (без какой-либо существенной промывки или другого типа
 5 очистки и без физического модифицирования геля) с целью образования геля для дополнительного получения переменной структуры (преимущественно низкой структуры, но в производственном процессе могут образовываться силикатные продукты и с другими структурами, если при этом суммарная структура является
 10 подходящей для того, чтобы обеспечить необходимые уровни очистки зубного налета) осажденного кремнеземного компонента, который требуется для образования высокоэффективного чистящего композиционного материала. pH всей реакционной смеси регулируется где-то в пределах от 3 до 10, причем для получения слабоструктурированного осажденного кремнезема необходим более высокий pH.
 15 Было выяснено, что для получения этим способом высокоэффективного чистящего материала с абразивностью от умеренной до низкой, количество геля должно быть предпочтительно ниже (как указывалось выше, от 10 до 30% от объема композита), а количество слабоструктурированного осажденного кремнезема должно быть
 20 предпочтительно относительно высоким (от 90 до 70% от объема композита). Для достижения нужных уровней PCR и RDA, ассоциирующихся с этой категорией, получаемый гель/кремнеземный композиционный материал должен характеризоваться поглощением льняного масла от 40 до 100 мл/100 г материала.

Говоря в целом, высокоэффективная чистящая комбинация гель/осажденный кремнезем настоящего изобретения обладает, как правило, следующими свойствами: значения 10% твердости по Брассу-Эйнленеру в пределах от 5 до 30 мг потерь/100000 оборотов и в составе опытного СУЗ (как показано далее в примерах) RDA
 (радиоактивное истирание дентина) от примерно 180 до примерно 240 и (в том же
 30 составе опытного СУЗ) PCR (степень очистки зубного налета) от 90 до 160 при отношении PCR к RDA в пределах от 0,45 до 0,7.

Чистящие абразивы средней эффективности

Способ *in situ* настоящего изобретения неожиданно позволил также иметь с той же степенью избирательности, соблюдаемой для pH реакции, состава реагирующих
 35 веществ, количества гелевого компонента и, в результате, общей структуры получаемых из них композиционных кремнеземных материалов гель/осадок, так же как и в случае описанных выше высокоэффективных чистящих абразивных материалов, способ получения композиционного продукта средней эффективности
 40 (существенно сниженные, но все еще относительно высокие уровни очистки при более низких уровнях истирания). Так, выбор различающихся концентраций, значений pH, конечных содержаний геля и пр. может позволить получать композиционные кремнеземные материалы гель/осадок в целом со средними структурами, что
 45 обеспечивает относительно высокие результаты по очистке зубного налета при более слабом истирании по сравнению с описанными выше высокоэффективными чистящими материалами. Приведенные ниже примеры 5, 10, 12, 14, 16 и 17 (по крайней мере) демонстрируют некоторые способы получения таких абразивных продуктов
 50 средней эффективности (которые дополнительно иллюстрируются далее в рецептурах СУЗ 2, 7, 9 и 10).

Для такого чистящего материала средней эффективности гелевый компонент присутствует в количестве от 10 до 60% от веса образовавшегося в конечном итоге композиционного кремнеземного материала гель/осадок (и, соответственно,

осажденный кремнеземный компонент присутствует в количестве от 90 до 40% масс.). Хотя количество геля, способное образовать высокоэффективный чистящий материал может составлять до 60% от композиционного материала, предпочтительно, чтобы это количество было намного ниже главным образом потому, что было обнаружено, что чем больше количества геля, присутствующего в чистящем материале средней эффективности, тем большее количество слабоструктурированного осажденного кремнеземного компонента необходимо получить на последующей стадии. Таким образом, общее количество геля, которое нужно получить, предпочтительно относительно низко (например, от 20 до 33%). Такие содержания гелевого компонента в действительности представляют количество силиката, присутствующего на производственных стадиях для каждого отличного от других кремнеземного материала, как это описано выше для случая высокоэффективно чистящего материала.

Как правило, считается, что такие специфические чистящие абразивы средней эффективности можно получать путем смешения подходящей кислоты и подходящего силикатного исходного материала (где концентрация кислоты в водном растворе составляет от 5 до 25%, предпочтительно от 10 до 20% и, более предпочтительно, от 10 до 12%, а концентрация исходного силикатного материала составляет от 4 до 35% в водном растворе), в результате чего происходит начальное образование силикагеля. После образования геля к первоначально образовавшемуся гелю добавляют достаточные количества силиката и кислоты (без какой-либо существенной промывки или другого типа очистки и без физического модифицирования геля) с целью дополнительного образования соответствующим образом структурированного осажденного кремнеземного компонента, который необходим для образования чистящего композиционного материала средней эффективности. pH всей реакционной смеси регулируется где-то в пределах от 3 до 10. В зависимости от количества первоначально образовавшегося геля количество и структура осажденного кремнеземного компонента могут достигаться тем же путем, как и в случае высокоэффективно чистящего материала. Было выяснено, что для получения с помощью настоящего способа малоабразивного очищающего материала средней эффективности, по сравнению с указанными выше высокоэффективными чистящими материалами, количество геля преимущественно является более высоким (как отмечалось выше, от 10 до 60% от объема композита, предпочтительно от 20 до 33%), а количество слабоструктурированного осажденного кремнезема преимущественно более низким (от 90 до 40% от объема композита, предпочтительно от 80 до 67%). Для достижения нужных уровней PCR и RDA, ассоциирующихся с этой категорией, получаемый гель/кремнеземный композиционный материал должен характеризоваться поглощением льняного масла от 100 до 150 мл/100 г материала.

Говоря в целом, чистящая комбинация средней эффективности гель/осажденный кремнезем настоящего изобретения обладает, как правило, следующими свойствами: значения 10% твердости по Брассу-Энленеру в пределах от 2,5 до 12,0 и в составе опытного СУЗ (как показано далее в примерах) RDA (радиоактивное истирание дентина) от примерно 95 до примерно 150 и (в том же составе опытного СУЗ) PCR (степень очистки зубного налета) от 90 до 120 при отношении PCR к RDA в пределах от 0,7 до 1,1.

Загущающие очистители/абразивы

Наконец, в значительной степени так же, как и в случае двух описанных выше абразивов, неожиданно было обнаружено, что могут быть получены модифицирующие вязкость материалы на основе кремнезема, которые также в

определенной степени обладают абразивностью и чистящей способностью, при использовании способа *in situ* настоящего изобретения. По всей видимости, присутствие одновременно образующегося геля/осадка неожиданно придает определенные абразивные свойства материалу, который, будучи получен способом, в котором образуется высокоструктурированный кремнезем, обеспечивает в составах зубных паст эффективное загущение (или другой тип модифицирования вязкости). В таком случае такой загущающий агент может добавляться не только для модифицирования вязкости, но и для того, чтобы дополнить одновременно присутствующие более эффективно чистящие и/или абразивные компоненты СУЗ. Примеры 3, 8, 9 и 13 (по крайней мере) дают представление об общих способах получения таких загущающих абразивов (и дополнительно иллюстрируются далее в рецептурах СУЗ 5, 6 и 8).

У такого материала с низким уровнем очистки гелевый компонент присутствует в количестве от 20 до 85% от объема образующегося в конечном итоге композитного кремнеземного материала гель/осадок (и, соответственно, осажденный кремнеземный компонент присутствует в количестве от 80 до 15% об., причем этот компонент преимущественно присутствует в высокоструктурированной форме). Хотя количество геля, способного образовывать высокоэффективно чистящий материал может составлять всего лишь 20% от композиционного материала, предпочтительно, чтобы это количество было намного выше, главным образом потому, что было обнаружено, что чем ниже количество геля, присутствующего в загущающем абразивном материале, тем больше количество высокоструктурированного осажденного кремнеземного компонента будет необходимо произвести на последующей стадии. Таким образом, общее количество геля, которое должно быть произведено, является предпочтительно относительно высоким (например, от 45 до 65% и, более предпочтительно, 50%). Такие содержания гелевого компонента в действительности представляют количество силиката, присутствующего на стадиях производства для каждого отдельного кремнеземного материала, как это описано выше для других категорий чистящих материалов.

Обычно считается, что такие специфические загущающие абразивы можно получать путем смешения подходящей кислоты и подходящего силикатного исходного материала (где концентрация кислоты в водном растворе составляет от 5 до 25%, предпочтительно от 10 до 20% и, более предпочтительно, от 10 до 12%, а концентрация силикатного исходного материала составляет от 4 до 35% в водном растворе), в результате чего происходит первоначальное образование силикагеля. После образования геля к образовавшемуся гелю добавляют достаточные количества силиката и кислоты (без какой-либо существенной промывки или другого типа очистки и без физического модифицирования геля) с целью дополнительного образования высокоструктурированного осажденного кремнеземного компонента. рН всей реакционной смеси регулируется где-то в пределах от 3 до 10. В зависимости от количества первоначально образовавшегося геля желаемые количество и структура осажденного кремнеземного компонента могут быть достигнуты реакцией дополнительных количеств силикатного и кислотного реагирующих веществ в более кислой среде с образованием больших количеств высокоструктурированных компонентов осажденного кремнезема. Было выяснено, что для получения этим способом загущающего абразивного материала, количество геля должно быть предпочтительно более высоким (как указывалось выше, от 20 до 85% от объема композита и предпочтительно от 45 до 65%), а количество слабоструктурированного

осажденного кремнезема должно быть предпочтительно относительно низким (как можно более низким), в то время как количество высокоструктурированного осажденного кремнезема должно быть предпочтительно относительно высоким (от 80 до 15% от объема композита и предпочтительно от 55 до 35%). Для достижения
 5 нужных уровней PCR и RDA, ассоциирующихся с этой категорией, получаемый гель/кремнеземный композиционный материал должен характеризоваться поглощением льняного масла выше 150 при возможном максимуме приблизительно 225 мл масла/100 г материала.

10 Говоря в целом, загущающая абразивная комбинация гель/осажденный кремнезем настоящего изобретения обладает, как правило, следующими свойствами: значения 10% твердости по Брассу-Эйнленеру в пределах от 1,0 до 5,0 мг потерь/100000 оборотов и в составе опытного СУЗ (как показано далее в примерах) RDA
 15 (радиоактивная обработка дентина) от примерно 20 до примерно 80 и (в том же составе опытного СУЗ) PCR (степень очистки зубного налета) от примерно 50 до 80 при отношении PCR к RDA в пределах от 0,8 до 3,5.

Применение материалов настоящего изобретения в средствах ухода за зубами
 20 Описанные в заявке получаемые in situ композиционные материалы настоящего изобретения силикагель/осажденный кремнезем могут использоваться как таковые в качестве компонента чистящего агента, вводимого в составы СУЗ настоящего изобретения, однако по крайней мере в случае материалов высокоэффективно чистящей категории умеренно высокие уровни RDA могут для некоторых
 25 потребителей оказаться неприемлемыми. По этой причине определенное сочетание композиционных материалов настоящего изобретения с другими абразивами, физически смешанными с ними в СУЗ подходящей рецептуры, является потенциально предпочтительным для достижения желаемых чистящих и абразивных результатов для
 30 зубов при желаемом уровне защиты. Таким образом, в соответствии с настоящим изобретением, в СУЗ по изобретению, может присутствовать любое число других традиционных типов абразивных добавок. В число таких других абразивных частиц входят (лишь в качестве примера) осажденный карбонат кальция (PCC), молотый карбонат кальция (GCC), двухзамещенный фосфат кальция и его дигидратные формы, силикагель (как таковой и имеющий любую структуру), аморфный осажденный
 35 кремнезем (как таковой и также имеющий любую структуру), перлит, диоксид титана, пирофосфат кальция, гидратированный оксид алюминия, прокаленный оксид алюминия, нерастворимый метафосфат натрия, нерастворимый метафосфат калия, нерастворимый карбонат магния, силикат циркония, силикат алюминия и т.д. Они
 40 могут также по желанию вводиться в желаемые абразивные составы (например, СУЗ и т.д.) с целью варьирования полирующих характеристик желаемого состава.

Описанная выше комбинация осажденный кремнезем/гель, будучи введенной в состав СУЗ, присутствует в количестве от примерно 5 до примерно 50% масс. и, более предпочтительно, от примерно 10 до примерно 35% масс., в частности, когда
 45 средством ухода за зубами является зубная паста. СУЗ или очищающие ротовую полость составы в целом, содержащие абразивные композиции настоящего изобретения, могут включать следующие возможные ингредиенты в их относительных количествах (% масс.):

50 Рецепт средства ухода за зубами

Ингредиент

Количество

Жидкий носитель:

Гигроскопический агент(ы) (в сумме)

5-70

	Деионизованная вода	5-70
	Связующее(ие)	0,5-2,0
	Противокариесный агент	0,1-2,0
	Хелатирующий агент(ы)	0,4-10
5	Кремнеземный загуститель*	3-15
	Поверхностно-активное вещество(а)	0,5-2,5
	Абразив	10-50
	Подслащивающее вещество	<1,0
	Красящие агенты	<1,0
	Вкусоароматический агент	<5,0
10	Консервант	0,5

В дополнение к этому, как отмечалось выше, абразив настоящего изобретения мог бы быть использован совместно с другими абразивными материалами, такими как осажженный кремнезем, силикагель, двухзамещенный фосфат кальция, двухзамещенный фосфат кальция дигидрат, метасиликат кальция, пирофосфат кальция, оксид алюминия, прокаленный оксид алюминия, силикат алюминия, осажженный и размолотый карбонаты кальция, мел, бентонит, зернистые термореактивные смолы и другие известные специалистам в данной области подходящие абразивные материалы.

Наряду с абразивным компонентом, СУЗ может также содержать один или более органолептических усиливающих агентов. Органолептические усиливающие агенты включают увлажнители, подсластители, ПАВ, вкусоароматические добавки, красящие вещества и загущающие агенты (называемые иногда связующими, смолами или стабилизирующими агентами).

Увлажнители нужны для того, чтобы придать СУЗ телесную или «ротовую текстуру», а также для того, чтобы предотвратить высыхание СУЗ. В число подходящих увлажнителей входят полиэтиленгликоль (с различными молекулярными массами), пропиленгликоль, глицерин (глицерол), эритрит, ксилит, сорбит, маннит, лактитол и гидрогенизированные гидролизаты крахмала, а также смеси этих соединений. Обычно содержания увлажнителей составляют от примерно 20 до примерно 30% от состава зубной пасты.

Подсластители могут добавляться в состав зубной пасты для придания продукту приятного вкуса. В число подходящих подсластителей входят сахарин (в виде сахарина натрия, калия или кальция), цикламат (в виде натриевой, калиевой или кальциевой соли), ацесульфам-К, тауматин, неогисперидин-дигидрохалкон, аммонизированный глицирхицин, декстроза, левулеза, сахароза, манноза и глюкоза.

Поверхностно-активные вещества используют в композициях настоящего изобретения для того, чтобы сделать эти композиции более косметически приемлемыми. ПАВ является преимущественно моющим материалом, который придает композиции моющие и пенообразующие свойства. Подходящими ПАВ являются безопасные и эффективные количества анионных, катионных, неионных, цвиттерионных, амфотерных и бетаиновых ПАВ таких, как лаурилсульфат натрия, додецилбензолсульфонат натрия, лаурилсаркозинат щелочного металла или аммония, миристоилсаркозинат, пальмитоилсаркозинат, стеароилсаркозинат и олеоилсаркозинат, полиоксиэтилен-сорбитан моностеарат, изостеарат и лаурат, лаурилсульфоацетат натрия, N-лауроилсаркозин, натриевая, калиевая и этаноламиновая соли N-лауроил-, N-миристоил- или N-пальмитоилсаркозина, продукты конденсации полиэтиленоксида с алкилфенолами, кокоамидопропил-бетаин, лаурамидопропил-бетаин, пальмитил-бетаин и т.п. Предпочтительным ПАВ

является лаурилсульфат натрия. ПАВ, как правило, присутствует в составах по уходу за полостью рта настоящего изобретения в количествах от примерно 0,1 до примерно 15% масс., более предпочтительно от примерно 0,3 до примерно 5% масс., например от примерно 0,3 до примерно 2% масс.

К композициям СУЗ могут в некоторых случаях добавлять вкусоароматические добавки. Подходящие вкусоароматические агенты включают, но не ограничиваются этим, масло грушанки, масло перечной мяты, масло мяты курчавой, масло сассафраса и масло гвоздики, корица, анетол, ментол, тимол, эвгенол, эвкалиптол, лимон, апельсин и другие подобные вкусоароматические соединения, к которым можно добавить фруктовые добавки, специи и т.д. Эти вкусоароматические добавки состоят с химической точки зрения из смесей альдегидов, кетонов, сложных эфиров, фенолов, кислот и алифатических, ароматических и других спиртов.

Красящие вещества могут добавляться для улучшения внешнего вида продукта. Подходящие красящие вещества выбирают из красящих веществ, утвержденных соответствующими регулирующими органами, такими как FDA (Управление по контролю за пищевыми продуктами и лекарственными средствами США) и теми органами, которые перечислены в Европейском руководстве по пищевым и фармацевтическим продуктам, и включают пигменты, такие как TiO_2 и краски, такие как красители FD&C и D&C.

Польза загущающих агентов в составах СУЗ настоящего изобретения состоит в обеспечении гелеобразной структуры, которая стабилизирует зубную пасту в отношении разделения на фазы. В число подходящих загущающих агентов входят кремнеземный загуститель, крахмал, глицерит крахмала; камеди, такие как камедь карая (стеркулии), камедь трагаканта, гуммиарабик, гумми гати, камедь акации, ксантановая камедь, гуаровая смола и целлюлозная камедь; магний-алюминий-силикат (веегум); каррагееenan; альгинат натрия; агар-агар; пектин, желатина; целлюлозные соединения, такие как целлюлоза, карбоксиметилцеллюлоза, гидроксиэтилцеллюлоза, гидроксипропилцеллюлоза, гидроксиметилцеллюлоза, гидроксиметил(карбоксипропил)целлюлоза, метилцеллюлоза, этилцеллюлоза и сульфатированная целлюлоза; природные и синтетические глины, такие как гекторитовые глины; а также смеси этих веществ. Обычно содержания загущающих агентов, или связующих, составляют от примерно 0 до примерно 15% от веса композиции зубной пасты.

В композициях настоящего изобретения в некоторых случаях используют терапевтические агенты для профилактики и лечения зубного кариеса, болезней периодонта и чувствительности к температуре. Примерами терапевтических агентов (без намерения ограничить ими изобретение) являются источники фторида, такие как фторид натрия, монофторфосфат натрия, монофторфосфат калия, фторид олова(II), фторид калия, фторсиликат натрия, фторсиликат аммония и т.п.; конденсированные фосфаты, такие как тетранатриевый пирофосфат, тетракалийевый пирофосфат, динариевый дигидропирофосфат, тринатриевый гидропирофосфат, триполифосфаты, гексаметафосфаты, триметафосфаты и пирофосфаты; противомикробные агенты, такие как триклозан, бисгуаниды, такие как алексидин, хлоргексидин и хлоргексидин-глюконат; ферменты такие, как папаин, бромелаин, глюкоамилаза, амилаза, декстраназа, мутаназа, липазы, пектиназа, танназа и протеазы; четвертичные аммониевые соединения, такие как хлорид бензалкония (BZK), хлорид бензетония (BZT), хлорид цетилпиридиния (CPC) и домифен бромид; соли металлов, такие как цитрат цинка, хлорид цинка и фторид олова(II); экстракт сангвинарии, или

сангвинарин; летучие масла, такие как эвкалиптол, ментол, тимол и метилсалицилат; фториды аминов; пероксиды и т.п. Терапевтические агенты могут использоваться в составах СУЗ как таковые или в сочетании при терапевтически безопасном и эффективном содержании.

В некоторых случаях к композициям настоящего изобретения для предупреждения роста бактерий могут также добавляться консерванты. Подходящие консерванты, утвержденные для применения в композициях для полости рта, такие как метилпарабен, пропилпарабен и бензоат натрия, могут добавляться в безопасных и эффективных количествах.

Раскрытые в заявке СУЗ могут также включать разные дополнительные ингредиенты, такие как десенсибилизирующие агенты, целебные добавки, прочие предупреждающие кариес агенты, хелатирующие/комплексообразующие агенты, витамины, аминокислоты, белки, другие агенты против пятен и камней, замутнители, антибиотики, антиферменты, ферменты, pH-регуляторы, окислительные агенты, антиоксиданты и т.п.

Вода обеспечивает баланс композиции при добавлении к упомянутым выше добавкам. Вода должна быть предпочтительно деионизованной и не содержать примесей. СУЗ будет, как правило, содержать от примерно 20 до примерно 35% масс. воды.

Полезным кремнеземным загустителем для применения в таком составе зубной пасты (в качестве не ограничивающего изобретения примера) является аморфный осажденный кремнезем, такой как кремнезем ZEODENT® 165. Другими предпочтительными (хотя и не ограничивающими) кремнеземными загустителями являются кремнеземы ZEODENT® 163 и/или 167 и ZEOFREE® 153, 177 и/или 265, все из которых могут быть получены от J.M. Huber Corporation. Havre de Grace Method., USA.

В настоящем изобретении выражение «средство ухода за зубами» (СУЗ) имеет значение, определенное в публикации «Продукты гигиены полости рта и практика» Oral Hygiene Products and Practice Morton Pader, Consumer Science and Technology Series, Vol.6, Marcek Dekker, NY 1988, p.200, которое включено в настоящую заявку в качестве ссылочного материала. А именно «средство ухода за зубами» является «субстанцией, используемой с помощью зубной щетки для чистки доступных поверхностей зубов. СУЗ состоят прежде всего из воды, ПАВ, увлажнителя, связующего, вкусоароматических добавок и тонкого порошкообразного абразива в качестве основного ингредиента...считается, что СУЗ рассматривается в качестве содержащей абразив дозирочной формы, доставляющей зубам противокариесные агенты». Составы СУЗ содержат ингредиенты, которые должны быть растворены перед их введением в состав СУЗ (например, противокариесные агенты, такие как фторид натрия, фосфаты натрия, вкусоароматические добавки, такие как сахарин.

Различные описанные в заявке свойства кремнезема и зубных паст (средств ухода за зубами), если не оговорено особо, измеряли следующим образом.

Упомянутый в заявке тест Браса-Эйнленера (ВЕ-тест) на абразивность, используемый для измерения твердости систем осажденный кремнезем/силикагель детально описан в патенте США №6616916, включенном в заявку в качестве ссылочного материала. В нем используется аппарат для испытания истиранием Einlehner AT-1000. Тест осуществлялся следующим образом: (1) экран Фурдринье из латунных проволочек взвешивают и в течение определенного времени подвергают действию 10%-ной водной суспензии кремнезема; (2) определяют степень истирания в виде миллиграммов латуни, которую потерял проволочный экран

Фурдринье после 100000 оборотов. Результат измерения в виде мг-потери называют значением твердости по Айнленеру (10%, латунь).

Значения маслопоглощения измеряли с использованием метода стирания. Этот метод основан на принципе смешения льняного масла с кремнеземом с помощью растирания шпателем на гладкой поверхности до образования жесткой пасты, подобной замазке. Измерением количества масла, необходимого для получения пастообразной смеси, которая закручивается при размазывании, можно рассчитать величину поглощения масла кремнеземом, которая представляет собой объем масла на единицу массы кремнезема, необходимый для насыщения сорбционной емкости кремнезема. Высокий уровень адсорбции масла свидетельствует о высокоструктурированном осажденном кремнеземе, низкое значение свидетельствует о том, что получают то, что называют слабоструктурированным осажденным кремнеземом. Расчет величины маслопоглощения производился следующим образом:

$$\text{Маслопоглощение} = \frac{\text{мл поглощенного масла}}{\text{вес кремнезема г}} \times 100 = \text{мл масла/100г кремнезема}$$

В качестве первого этапа при измерении коэффициента преломления (RI) и светопропускания приготавливали ряд исходных растворов глицерин/вода (примерно 10) так, чтобы коэффициент преломления этих растворов находился в пределах от 1,428 до 1,46. Точные требуемые отношения глицерин/вода зависят от точно взятых количеств глицерина и определялись лаборантом, который проводил измерения. Обычно эти исходные растворы охватывали диапазон от 70 до 90% масс. глицерина в воде. Для определения коэффициента преломления одну-две капли каждого раствора по отдельности наносят на неподвижную пластину рефрактометра (рефрактометр Abbe 60, модель 10450). Устанавливают покровную пластину и фиксируют на месте. Включают источник света и рефрактометр и измеряют коэффициент преломления каждого стандартного раствора.

В отдельные 20-мл флаконы точно отвешивают по 2,0±0,01 мл кремнеземного продукта гель/осадок согласно изобретению и добавляют 18,0±0,01 мл соответствующего раствора глицерина/вода (для продуктов с измеренным маслопоглощением выше 150 для теста использовали 1 г кремнеземного продукта гель/осадок согласно изобретению и 19 г исходного раствора глицерин/вода).

Флаконы после этого интенсивно встряхивают до образования дисперсии кремнезема, вынимают из флаконов пробки и помещают флаконы в эксикатор, который после этого вакуумируют с помощью вакуумного насоса (до примерно 60 мм рт.ст.).

Далее дисперсии деаэрируют в течение 120 мин и визуально проверяют завершение деаэрации. После возвращения образцов к комнатной температуре (примерно 10 мин) измеряют % пропускания (% T) при 590 нм (Spectronic 20 D+) в соответствии с инструкциями производителя.

Процент пропускания измеряли на дисперсиях продукт изобретения/глицерин/вода, помещая образец такой дисперсии в кварцевую кювету и регистрируя %T при длине волны 590 нм для каждого образца по шкале 0-100. Строили кривую зависимости % пропускания от RI используемых исходных растворов. Показатель преломления продукта изобретения определяли по положению максимального пика (ординаты, или значения X) на кривой зависимости % пропускания от RI. Значение Y (абсциссы) максимального пика принимался за % пропускания.

Площадь удельной поверхности продукта осажденный кремнезем/силикагель, о котором идет речь, определяли методом БЭТ адсорбции азота по Brunaur et al., J. Am. Chem. Soc., 60, 309 (1938).

Суммарный объем пор (Hg) измеряли методом ртутной порозиметрии с использованием аппарата Micrometrics Autopore II 9220. Диаметры пор можно рассчитать по уравнению Washburn, используя краевой угол тета (θ), равный 140° , и поверхностное натяжение гамма, равное 485 дин/см. Прибор измеряет объем пустот и распределение пор по размеру у разных материалов. Ртуть задавливается в пустоты в зависимости от давления и объем проникшей ртути на грамм образца рассчитывается для каждого устанавливаемого давления. Общий объем пор представляет собой кумулятивный объем ртути, проникшей при давлениях от вакуума до 510 МПа.

Строят зависимость увеличения (прироста) объема ($\text{см}^3/\text{г}$) для каждого устанавливаемого давления от радиуса или диаметра пор (соответствующих приросту для разного устанавливаемого давления). Пик занятого объема на кривой зависимости от радиуса или диаметра пор соответствует типу распределения размеров пор и идентифицирует наиболее распространенный размер пор в образце. Конкретнее, размер образца подбирают так, чтобы он достигал 25-75% объема стержня в порошковом пенетрометре с 5-мл чашкой и объемом стержня 1,1 мл. Образцы вакуумировали до давления 50 мкм рт.ст. и выдерживали 5 мин. Ртуть заполняла поры от 12,7 кПа до 510 МПа при времени установления равновесия 10 сек для каждой из приблизительно 103 точек сбора данных.

Средний размер частиц определяли с использованием модели LA-930 (или LA-300, или эквивалента) лазерного светорассеивающего прибора, поставляемого фирмой Horiba Instruments, Boothwyn, Pennsylvania.

Двумя критериями для описания узости распределения размера частиц являются отношение разбросов размеров частиц и значения бета, измеренные с помощью лазерного светорассеивающего прибора Horiba. Под «отношением разбросов размеров частиц» подразумевается разница кумулятивного диаметра частиц в десятом процентиле (D10) и кумулятивного объема при девяностом объемном процентиле (D90), деленная на диаметр частиц в пятидесятом объемном процентиле (D50), т.е. $(D10-D90)/D50$. Более низкое отношение разбросов указывает на более узкое распределение размеров частиц. Под «значением бета размеров частиц» подразумевается кумулятивный диаметр частиц в двадцать пятом объемном процентиле (D25), деленный на диаметр частиц в семьдесят пятом объемном процентиле (D75), т.е. $D25/D75$. Более высокое значение бета указывает на более узкое распределение размеров частиц.

Площадь наружной поверхности по СТАВ определяется поглощением СТАВ (бромид цетилтриметиламмония) на поверхности кремнезема: избыток отделяли центрифугированием и определяли титрованием лаурилсульфатом натрия с использованием поверхностно-активного электрода. Наружную поверхность кремнезема определяли по величине адсорбированного СТАВ (анализ на СТАВ проводится до и после адсорбции). Более конкретно, примерно 0,5 г кремнезема помещают в 250-мл стакан со 100,00 мл раствора СТАВ (5,5 г/л), смешивают на электрической смесительной тарелке в течение 1 часа и затем 30 мин центрифугируют при 10000 об/мин. К 5 мл прозрачного надосадочного раствора в 100-мл стакане добавляют 1 мл 10%-ного Тритона X-100. Доводят pH до 3,0-3,5 с помощью 0,1 н. HCl и титруют образец 0,0100 М лаурилсульфатом натрия с использованием для определения конечной точки поверхностно-активного электрода (Brinkmann SUR1501-DL).

Ситовый остаток % 325 кремнезема изобретения измеряли с помощью сита U.S. Standard Sieve No. 325 с отверстиями размером 44 мкм (проволочная сетка из

нержавеющей стали). Для этого отвешивают 10,0 г образца с точностью до 0,1 г в чашку емкостью примерно 0,95 л смесителя фирмы Hamilton, модель №30, и добавляют приблизительно 170 мл дистиллированной или деионизованной воды с последующим перемешиванием суспензии в течение не менее чем 7 мин, после чего смесь переносят

на сито 325 меш, промывают чашку и добавляют промывную воду на сито. Устанавливают давление в водоопрыскивателе 1,4 атм и опрыскивают непосредственно сито в течение двух минут (головку опрыскивателя следует держать на расстоянии 10-15 см от сетки сита). Остаток на одной стороне сита промывают и переносят путем смывания на испарительную тарелку дистиллированной или деионизованной водой из промывного флакона, оставляют на две-три минуты и декантируют прозрачную воду. Остаток сушат (в конвекционной печи при 150°C или в инфракрасной печи в течение приблизительно 15 мин), охлаждают и взвешивают на аналитических весах.

Влага или потери при сушке (LOD) определяли измерением потерь веса кремнеземного образца при 105°C в течение 2 час. Потери при сжигании (LOI) определяли измерением потерь веса кремнеземного образца при 900°C в течение 2 час (образец предварительно высушивался в течение 2 час при 105°C).

Значения pH реакционных смесей (5%-ная суспензия), встречающихся в настоящем изобретении, могут определяться с помощью любого традиционного pH-чувствительного электрода.

Содержание сульфата натрия измеряли по электропроводимости суспензии кремнезема известной концентрации. Более конкретно, 38 г образца влажной кремнеземной лепешки взвешивают в 0,95 л смесителя фирмы Hamilton Beach, модель №30, и добавляют 140 мл деионизованной воды. Суспензию перемешивают 5-7 мин, после чего переносят в 250-мл градуированный цилиндр и заполняют цилиндр до отметки 250 мл деионизованной водой, используя эту воду для ополаскивания чашки смесителя. Образец перемешивают, переворачивая цилиндр (прикрытый) несколько раз. Для определения электропроводимости суспензии использовали кондуктометр такого типа, как Cole Palmer CON 500 Model #19950-00. Содержание сульфата натрия определяли методом сравнения электропроводимости образца со стандартной кривой, полученной известным методом добавления суспензий композиций сульфат натрия/кремнезем.

Последующие приведенные ниже тесты были использованы для анализа структуры изначально образующегося силикагеля в общем процессе получения in situ геля/осадка. Во всех этих анализах фигурирует пористость. Такое свойство, как доступная пористость, определяли путем измерений адсорбционно-десорбционных изотерм для азота. Средний диаметр пор по модели BJH (Barett-Joiner-Halender) определяли по десорбционной ветви с использованием Системы площади поверхности и порозиметрии (ASAP 2010), поставляемой Micromeritics Instrument Corporation, Norcross, Джорджия. Образцы дегазировали при 150-200°C до достижения давления вакуума примерно 5 мкм рт.ст. Объем пор получали при давлении P/Po=0,99. Средний объем пор определялся из объема пор и площади поверхности в предположении цилиндрической формы пор. Распределение размера пор ($\Delta V/\Delta D$) было подсчитано с использованием метода BJH, который дает объем пор в некоторых пределах диаметров пор. Для диапазона размера пор с диаметром от 1,7 до 300,0 нм была использована кривая толщины типа Halsey без учета пор, открытых на обоих концах.

Вязкость зубной пасты (СУЗ) измеряли с использованием вискозиметра Брукфелда, модель RVT, оборудованного шпинделем Helipath T-E и установленного

на 5 об/мин при измерении вязкости зубной пасты при 25°C при трех разных уровнях погружения шпинделя в испытуемый образец зубной пасты с последующим усреднением результатов. Вязкость по Брукфелду выражается в сантипуазах (сП).

Значения радиоактивной обработки дентина (RDA) для СУЗ, содержащих
используемые в настоящем изобретении кремнеземные композиции, определяли
согласно методу, предложенному Hefferen, Journal of Dental Res., июль-август 1976, 55
(4) стр.563-573 и описанному Wason в патентах США №№4340583, 4420312 и 4421527
(публикация и патенты включены в настоящую заявку в качестве ссылочного
материала).

Чистящую способность композиций СУЗ выражают обычно значением степени очистки зубного налета (PCR). В тесте на PCR измеряется способность композиции СУЗ удалять зубной налет в стационарных условиях чистки с помощью щетки. Тест на PCR описан в статье К. Stookey et al. «Удаление in vitro пятен с помощью средства по уходу за зубами» («In Vitro Removal of Stain With Dentifrice») J. Dental Res., 61, 1236-9, 1982. Результаты как PCR, так и RDA меняются в зависимости от природы и концентрации компонентов состава СУЗ. Значения PCR и RDA являются безразмерными.

Предпочтительные варианты осуществления изобретения

Материалы изобретения приготавливали путем последовательного образования (in situ) первого силикагеля (или гелеобразного материала) и добавления к нему значительных количеств реагентов с образованием осажденного кремнеземного компонента одновременно с первоначально образованным гелем (или гелеобразным материалом). Количество геля регулировали количеством реагирующих веществ на первой стадии, в то время как количество осажденного кремнезема регулировали количеством реагентов на второй стадии. Структуру конечного продукта регулировали отношением количества первоначально образованного геля к количеству осажденного кремнезема, а также параметрами реакции, такими как температура, скорости, концентрации, pH и т.д., как это более детально описано выше.

Первоначальное образование геля

Примеры 1-2

Первые два примера показывают первоначальное производство силикагеля в общем процессе производства системы гель/осадок. После первоначального производства некоторые из этих образцов были промыты и очищены с целью анализа полученного материала для определения того, действительно ли вначале образовывался гель, а также для определения других свойств геля, которыми обладает такой образец. Важно отметить, что остальная часть образцов использовалась в последующем описанном ниже получении продуктов «гель/осадок» без промывки, очистки и т.д.

В каждом примере некоторый объем водного раствора определенной концентрации силиката натрия с мольным отношением 3,3 загружают в 30-галлонный реактор и перемешивают там при 60 об/мин. Содержимое реактора нагревают до 50°C, затем прибавляют 11,4%-ную серную кислоту (нагретую до 30°C) с заданной скоростью в течение заданного времени и оставляют полученный продукт для образования гелеобразного материала. После этого материал отфильтровывают, промывают водой (при приблизительно 60°C) и сушат методом распыления. Собранный и высушенный материал тестируют на ряд свойств, как указано ниже, с использованием описанных выше тестов. В таблице 1 включены параметры и условия реакции. В таблице 2 приведены полученные в результате анализа свойства для первоначально

полученных гелевых продуктов. Анализ делает очевидным первоначальное образование силикагелевого материала. При этом стадии фильтрации и промывки, проведенные после сбора материала, были нужны только для того, чтобы еще раз проанализировать образовавшийся гель на некоторые свойства, указанные в приведенной таблице 2. Такой анализ обычно не проводится в реальном производстве *in situ* целевой комбинации гель/осажденный кремнезем настоящего изобретения. Представляло интерес определить, образовался ли первоначально силикагель и его свойства для целей классификации. При этом в указанной таблице, так же как и во всей настоящей заявке, любые отсутствующие или не доступные для измерения данные обозначены прочерком. Кроме того, важно отметить, что свойства маслопоглощения, измеренные на одном лишь силикагеле, не являются показательными для маслопоглощения, определенного для всей кремнеземной комбинации гель/осадок настоящего изобретения, и их нельзя путать с последним.

Таблица 1

Параметры реакции

Пример №	1	2
Концентрация силиката, %	13	6
Объем силиката, л	60	60
Скорость прибавления кислоты, л/мин	0,47	0,47
Время прибавления кислоты, мин	41,4	24,35
Конечное значение pH реакции	9,0	5,28

Таблица 2

Пример №	1	2
% геля	100	100
% LOD (потерь при сушке)	5,1	10,7
% LOI (потерь при сжигании)	5,8	8,00
Ситовый остаток %325	3,3	0,53
5% pH	9,76	6,90
% Na ₂ SO ₄	3,97	3,18
Средний размер частиц, мкм	16,3	10,1
Разброс размера частиц	-	2,10
Размер частиц бета	0,39	0,43
СТАВ, м ² /г	207	211
БЭТ, м ² /г	232	433
ВЛН, Десорбционный средний диаметр пор (Å)	196	37
Маслопоглощение, мл/100 г	120	81
Объем пор, см ³ /г	2,1	1,29
ВЕ-тест, мг потерь/100000 об.	12,73	6,65
Коэффициент преломления (RI)	1,457	1,451
% пропускания (% T)	11	10

Получение композита гель/осадок *in situ*

Примеры 3-7

Примеры 3-7 содержат от примерно 10 до примерно 23% об. геля и, соответственно, от примерно 90 до примерно 77% об. осажденного кремнезема (как это отмечается в сопроводительных таблицах). Продукты этих примеров обладают уровнями кремнеземной структуры от слабой структуры (LS) до средней (MS) и до высокой структуры (HS).

При проведении первой стадии определенный объем водного раствора силиката натрия (объем силиката A) заданной концентрации (концентрация силиката A) с

отношением $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}=3,3$ загружают в реактор и перемешивают в реакторе (в зависимости от размера реактора скорость перемешивания составляет от примерно 60 до примерно 92 об/мин, хотя в этой операции может быть использована любая скорость). Содержимое реактора нагревают до 50°C и затем прибавляют 11,4%-ную серную кислоту с заданной скоростью (скорость кислоты А) в течение заданного времени (время прибавления кислоты А). (В примере 5, например, скорость мешалки устанавливается на 60 об/мин за исключением кратковременного, в течение 1 мин, повышения до 120 об/мин во время прибавления кислоты в течение 4-5 мин). В этот момент к образовавшемуся силикагелю добавляют при необходимости заданный объем воды. После этого визуально распознают силикагель, проверяют pH суспензии и, необязательно, поддерживают его равным 5,0 (как указано) путем регулирования скорости прибавления кислоты. Образовавшуюся суспензию нагревают затем до температуры не выше 93°C (в других случаях нагревание производится до более низких температур, вплоть до 80°C , но после начала второй стадии, стадии осаждения, суспензии дают возможность нагреваться далее до 93°C) и поддерживают эту температуру в течение времени производства партии продукта. Вслед за этим начинается одновременное прибавление второго количества предварительно нагретого до 85°C водного раствора силиката натрия заданной концентрации (концентрация силиката В) с заданной скоростью (скорость силиката В) и той же самой серной кислоты с заданной скоростью (скорость кислоты В). Рециркуляция содержимого реактора со скоростью 75 л/мин начинается после одновременного добавления кислоты и силиката и продолжается в процессе выдержки. Спустя заданное время (время прибавления силиката В) введения силиката натрия его подачу прекращают. На стадии одновременного прибавления производится непрерывное отслеживание pH содержимого реактора. Прибавление кислоты продолжается пока pH всей загрузки не опустится до примерно 7,0. По достижении этого pH поток кислоты замедляют до 2,7 л/мин и поддерживают эту скорость пока общий pH образовавшейся партии продукта не опустится до 4,6. Образовавшуюся партию продукта нагревают после этого в течение 10 мин при 93°C (выдержка), поддерживая pH загрузки, равным 4,6. Образовавшуюся суспензию фильтруют, промывают осадок до концентрации сульфата натрия ниже примерно 5% (предпочтительно ниже 4% и, наиболее предпочтительно, ниже 2%), определяемой путем мониторинга электропроводимости фильтрата, после чего сушат распылением до содержания примерно 5% воды, используя входную температуру $\sim 480^\circ\text{C}$. Высушенный продукт размалывают до равномерного размера. Использованные в примерах 3-7 параметры представлены в таблице 3. Значения скоростей кислоты в некоторых примерах в течение реакции подбирали, как указывается ниже.

Таблица 3

Параметры реакции						
Пример №		3	4	5	6	7
Концентрация силиката А, %		6	13	13	13	13
Объем силиката А, л		138	60	60	60	60
Скорость прибавления кислоты А, л/мин		5	4,7	5	4,7	4,7
Время прибавления кислоты А, мин		5	5	5	5	5
Объем воды, л		0	0	150,5	0	0
Доведение pH реакции до 5,0		Да	Нет	Да	Нет	Нет
Концентрация силиката В, %		14,95	13	17,35	13	13
Скорость силиката В, л/мин		9,6	12,8	8,1	12,8	12,8
Скорость кислоты В, л/мин		4,6-4,8	4,7	4,7-5,1	4,7	4,7

Время прибавления силиката В, мин	48	42	48	42	42
Средний pH при одновременном прибавлении	4,9	8,1	6,4	8,57	8,0

Ряд свойств примеров 3-7 были определены согласно описанным выше методам и результаты суммированы в таблице 4.

Таблица 4

Пример №	3	4	5	6	7
% геля	22,9	10	13,4	10	10
Структура	HS	LS	MS	LS	LS
% LOD	6,7	4,9	1,9	5,5	4,5
% LOI	4,4	4,3	4	4,6	3,6
Ситовый остаток % 325	0,4	0	0,02	0,48	0
5% pH	6,61	7,47	6,79	7,09	6,53
% Na ₂ SO ₄	0,35	<0,35	0,74	<0,35	0,98
Средний размер частиц, мкм	11,3	7,9	9,5	12,2	4,11
Разброс размера частиц	1,5	2,2	1,95	2,12	1,90
Размер частиц бета	0,47	0,26	0,45	0,3	0,46
СТАВ, м ² /г	248	54	147	71	76
БЭТ, м ² /г	453	81	252	102	81
Маслопоглощение, мл/100 г	168	82	117	75	81
Объем пор, см ³ /г	2,32	1,66	2,18	1,59	1,59
ВЕ, мг потери/100000 об.	3,98	18,37	11,4	25,16	7,92
Коэффициент преломления, % Т	1,457	-	1,451	1,438	1,441
	4,7	-	30	4	10

Примеры 8-12

Примеры 8-12 содержали примерно 25-35% об. геля и примерно 75-65% об. осажденного кремнезема. Продукты этих примеров обладали уровнями кремнеземной структуры от слабой структуры до высокой структуры. Эти примеры осуществлялись согласно процедуре, используемой в примерах 3-7, за исключением параметров, представленных в приведенной ниже таблице 5 (отметим, что пример 12 осуществлялся в очень большом реакторе, объемом приблизительно 40000 л, при скорости перемешивания примерно 92 об/мин и объемной скорости высокосдвиговой рециркуляции примерно 3050 л/мин).

Таблица 5

Параметры реакции		8	9	10	11	12
Пример №		8	9	10	11	12
Концентрация силиката А, %		6	13	6,0	32,5	13
Объем силиката А, л		200	200	200	60,3	6105
Скорость прибавления кислоты А, л/мин		4,7	4,7	4,7	4,7	191,3
Время прибавления кислоты А, мин		8	16	8	14,1	11,75
Объем воды, л		0	0	0	120	0
Доведение pH реакции до 5,0		Нет	Нет	Нет	Нет	Нет
Концентрация силиката В, %		16,21	13	16,21	13	13
Скорость силиката В, л/мин		8,33	12,8	8,33	12,8	521
Скорость кислоты В, л/мин		4,5-4,7	4,7	4,7-2,0	4,7	191,3
Время прибавления силиката В, мин		48	31	48	32,9	35,3
Средний pH при одновременном прибавлении		4,34	8,02	7,1	7,9	-

Ряд свойств примеров 8-12 были определены согласно описанным выше методам и результаты суммированы в таблице 6.

Таблица 6

		Свойства				
Пример №		8	9	10	11	12
5	% геля	33	33	33	30	25
	Структура	HS	HS	MS	LS	MS
	% LOD	5,7	5,0	2,0	4,4	7
	% LOI	5	3,8	3,3	4,8	4,1
	Ситовый остаток %325	0	1,05	0,02	0,11	2
10	5% pH	6,14	6,96	6,15	8,03	7,52
	% Na ₂ SO ₄	2,24	0,43	3,97	<0,35	0,82
	Средний размер частиц, мкм	10,2	15,5	10,3	12,4	12,6
	Разброс размера частиц	1,13	1,96	1,26	-	2,28
	Размер частиц бета	0,56	0,37	0,53	0,48	0,3
15	СТАВ, м ² /г	318	191	164	50	77
	БЭТ, м ² /г	522	242	194	84	118
	Маслопоглощение, мл/100 г	185	167	142	58/53	122
	Объем пор, см ³ /г	2,97	3,05	2,9	2,64	2,12
	ВЕ, мг потерь/100000 об.	1,96	4,27	6,79	18,76	2,94
20	Коэффициент преломления, % Т	1,457	1,457	1,448	1,438	1,448
		57	67	25	6	65,6

Примеры 13, 14

Примеры 13, 14 содержали примерно 50% об. геля и примерно 50% об. осажденного кремнезема. Продукты этих примеров обладали уровнями кремнеземной структуры от слабой структуры до очень высокой структуры. Эти примеры осуществлялись согласно процедуре, используемой в примерах 3-7, за исключением параметров, представленных в приведенной ниже таблице 7.

Таблица 7

		Параметры реакции	
30	Пример №	13	14
	Концентрация силиката А, %	13	35
	Объем силиката А, л	300	91,2
	Скорость прибавления кислоты А, л/мин	4,7	4,7
	Время прибавления кислоты А, мин	23,5	23,5
35	Объем воды, л	0	209
	Доведение pH реакции до 5,0	Нет	Нет
	Концентрация силиката В, %	13	13
	Скорость силиката В, л/мин	12,8	12,8
	Скорость кислоты В, л/мин	4,71	4,7
40	Время прибавления силиката В, мин	23,5	23,5
	Средний pH при одновременном прибавлении	7,92	7,29

Ряд свойств примеров 13, 14 были определены согласно описанным выше методам и результаты суммированы в таблице 8.

Таблица 8

45	Пример №	13	14
	% геля	50	50
	Структура	HS	MS
	% LOD	4,9	4,4
	% LOI	3,7	4,1
50	Ситовый остаток %325	0,08	0,07
	5% pH	6,75	7,83
	% Na ₂ SO ₄	0,59	1,61

	Средний размер частиц, мкм	15,4	10,4
	Разброс размера частиц	1,69	-
	Размер частиц бета	0,44	0,42
	СТАВ, м ² /г	251	90
5	БЭТ, м ² /г	377	127
	Маслопоглощение, мл/100 г	210	111
	Объем пор, см ³ /г	4,39	1,98
	ВЕ, мг потерь/100000 об.	1,46	6,47
	Коэффициент преломления	1,457	1,441
10	% Т	84	14

Примеры 15-17

Примеры 15-17 отражают способность изменять нужным образом содержание геля и структуру кремнезема путем варьирования рН осажденного кремнеземного компонента при получении смеси гель/осадок и также путем изменений концентраций участников реакции. Эти примеры осуществлялись согласно процедуре, используемой в примерах 3-12, за исключением параметров, представленных в приведенной ниже таблице 9, в том же самом реакторе и в тех же самых условиях перемешивания, указанных выше для примера 12. Однако в примерах 15 и 17 высокосдвиговая рециркуляция не применялась, в то время как в примере 16 использовалась та же самая объемная скорость высокосдвиговой рециркуляции, что и в примере 12.

Таблица 9

Параметры реакции				
Пример №		15	16	17
Концентрация силиката А, %		13,0	6,0	13,0
Объем силиката А, л		2442	8140	4884
Скорость прибавления кислоты А, л/мин		191,3	191,3	191,3
Время прибавления кислоты А, мин		5	8	11,5
Объем воды, л		0	0	0
Доведение рН реакции до 5,0		Нет	Нет	Нет
Концентрация силиката В, %		13,0	16,21	13,0
Скорость силиката В, л/мин		521	339	521
Скорость кислоты В, л/мин		191,3	191,3	231,7
Время прибавления силиката В, мин		42	48	37,6
Средний рН при одновременном прибавлении		9,7	7,2	5,4

Ряд свойств примеров 15-17 были определены согласно описанным выше методам и результаты суммированы в таблице 10.

Таблица 10

Свойства				
Пример №		15	16	17
% геля		10	33	20
Структура		LS	MS	MS
% LOD		5	2,9	4,1
% LOI		4,3	3,2	4,5
Ситовый остаток %325		2,6	4,2	0,43
5% рН		7,2	6,69	7,17
% Na ₂ SO ₄		0,59	0,82	0,51
Средний размер частиц, мкм		12,4	13,21	10,35
Разброс размера частиц		2,83	2,79	2,52
Размер частиц бета		0,29	0,34	0,41
СТАВ, м ² /г		92	151	185

БЭТ, м ² /г	91	166	265
Маслопоглощение, мл/100 г	79	115	150
Объем пор, см ³ /г	1,39	2,08	2,64
ВЕ, мг потерь/100000 об.	22,47	5,79	3,83
5 Коэффициент преломления	1,432	1,454	1,454
% Т	5	67	57

Рецептуры средств ухода за зубами

Рецептуры зубных паст готовили с использованием нескольких описанных выше
10 примеров систем гель/осажденный кремнезем с целью продемонстрировать
возможности готовых к применению композиций настоящего изобретения без
необходимости дозирования обоих компонентов с целью достижения оптимальной
защиты для зубов.

15 Для получения СУЗ смешивают между собой глицерин, натриевую
карбоксиметилцеллюлозу, полиэтиленгликоль и сорбит до растворения ингредиентов
с образованием первой части смеси. Смешивают между собой также деионизованную
воду, фторид натрия, пирофосфат тетранатрия и сахарин натрия и ведут
перемешивание до растворения ингредиентов с образованием второй части смеси. Эти
20 две части затем объединяют при перемешивании. После этого добавляют
оптимальную красящую добавку при перемешивании с образованием «премикса».
Премикс помещают в смеситель Ross (модель 130 LDM) и примешивают в отсутствие
вакуума кремнеземный загуститель, абразивный кремнезем и диоксид титана. После
25 этого создают 75-см вакуум и образовавшийся компонент смеси перемешивают в
течение приблизительно 15 мин. Наконец, добавляют лаурилсульфат натрия и
вкусоароматическую добавку и перемешивают смесь приблизительно 5 мин при
пониженной скорости перемешивания. Образовавшееся СУЗ переносят в тубики из
пластикового ламината и хранят до последующего тестирования. Рецептуры СУЗ
30 приведены ниже в таблице 11. Использованная рецептура СУЗ была признана
подходящей в качестве испытуемого состава СУЗ для определения значений PCR
и RDA (а также вязкости) для чистящих абразивов согласно изобретению и
сравнительных чистящих абразивов. В некоторых случаях производились изменения в
количестве карбоксиметилцеллюлозы с целью обеспечения необходимого образования
35 СУЗ с учетом физической и эстетической перспектив при соответствующем
компенсационном изменении количеств добавляемой деионизированной воды, но
базовый состав СУЗ в целом оставался при этом по существу постоянным для
проведения указанных выше тестов.

Таблица 11

	Рецептура 1	Рецептура 2	Рецептура 3	Рецептура 4	Рецептура 5	Рецептура 6	Рецептура 7	Рецептура 8	Рецептура 9	Рецептура 10
40 Глицерин (99,5%), %	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11
Сорбит (70%), %	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Деионизованная вода, %	20	20,4	20	20,2	20,7	20	20,4	20	20,2	20,7
Carbowax 600 ¹ , %	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
CMC-7MXF ² , %	1,2	0,8	1,2	1,0	0,5	1,2	0,8	1,2	1,0	0,5
Пирофосфат тетранатрия	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Сахарин натрия, %	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Фторид натрия, %	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243
45 Кремнеземный загуститель Zeodent [®] 165, %	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
Пример 4 кремнезем, %	20									
Пример 5 кремнезем, %		20								
Пример 6 кремнезем, %			20							
Пример 7 кремнезем, %				20						
Пример 8 кремнезем, %					20					
Пример 9 кремнезем, %						20				
Пример 10 кремнезем, %							20			
Пример 13 кремнезем, %								20		
Пример 16 кремнезем, %									20	
50 Пример 17 кремнезем, %										20
TiO ₂ , %	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Лаурилсульфат натрия, %	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Вкусоароматическая добавка, %	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65

¹ Полиэтиленгликоль, поставляемый фирмой Union Carbide Corporation, Danbury, CT.

² Карбоксиметилцеллюлоза, поставляемая отделением Aqualon фирмы Hercules Corporation, Wilmington, DE; приемлем также CECOL[®]2000; CMC поставляет Noviant.

Полученные выше рецептуры СУЗ были оценены с точки зрения свойств PCR и RDA

в соответствии с описанными выше методами. Их измеренные значения, а также отношения PCR:RDA для каждой рецептуры СУЗ показаны в приведенной ниже таблице 12. Данные по PCR для составов 1, 3 и 8 были получены от Southeastern Dental Research Corporation of Port Allen, а данные по остальным PCR от Oral Health Research Institute of Indianapolis, Indiana.

	Рецептура 1	Рецептура 2	Рецептура 3	Рецептура 4	Рецептура 5	Рецептура 6	Рецептура 7	Рецептура 8	Рецептура 9	Рецептура 10
PCR	123	100	153	95	76	64	98	74	97	91
RDA	204	143	233	182	66	73	134	23	117	107
PCR/RDA	0,60	0,7	0,65	0,52	1,15	0,88	0,73	3,22	0,83	0,93

Результаты показывают переменные характеристики с высокоэффективными чистящими свойствами при относительно низком истирании дентина.

Некоторые другие рецептуры СУЗ были приготовлены с использованием комбинации двух кремнеземов изобретения для составов 12-14 и комбинации кремнезема изобретения с промышленным кремнеземом (ZEODENT® 115 от J.M. Huber Corporation) для состава 11. Рецептуры СУЗ получали согласно приведенному выше способу и с теми же ингредиентами, которые даются в приведенной выше таблице 11. Следующая ниже таблица 13 демонстрирует рецептуры для зубных паст, включающих различные кремнеземные абразивы в сравнении с описанным в заявке изобретением.

	Рецептура	Рецептура	Рецептура	Рецептура
	11	12	13	14
Глицерин (99,5%), %	11	11	11	11
Сорбит (70%), %	40	40	40	40
Деионизованная вода, %	20,2	20,6	20,6	20,7
Carbowax 600 ¹ , %	3	3	3	3
СМС-7МХФ, %	1,0	0,6	0,6	0,5
Пирофосфат тетраэтриа	0,5	0,5	0,5	0,5
Сахарин натрия, %	0,2	0,2	0,2	0,2
Фторид натрия, %	0,243	0,243	0,243	0,243
Кремнеземный загуститель Zeodent®165, %	1,5	1,5	1,5	1,5
Пример 5, кремнезем, %	15	0	0	0
Пример 7, кремнезем, %	0	5	0	0
Пример 8, кремнезем, %	0	15	10	6
Пример 10, кремнезем, %	0	0	10	14
ZEODENT®115, кремнезем, %	5	0	0	0
TiO ₂ , %	0,5	0,5	0,5	0,5
Лаурилсульфат натрия, %	1,2	1,2	1,2	1,2
Вкусоароматическая добавка, %	0,65	0,65	0,65	0,65

¹ Слабоструктурированный осажденный кремнезем, поставляемый J.M. Huber Corporation, Havre de Grace, Maryland.

Полученные выше рецептуры СУЗ были оценены с точки зрения свойств PCR и RDA в соответствии с описанными выше методами. Их измеренные значения, а также отношения PCR:RDA для каждой рецептуры СУЗ показаны в приведенной ниже таблице 14.

	Рецептура	Рецептура	Рецептура	Рецептура
	11	12	13	14
PCR	97	90	92	95
RDA	168	96	97	113
PCR/RDA	0,58	0,94	0,95	0,84

Чистящая способность этих комбинаций, в частности составов 12, 13 и 14, демонстрирует неожиданный и эффективный полирующий зубы и удаляющий налет

материал с гораздо более низкими уровнями истирания.

Детальное описание чертежей

Фиг.1 дает графическое представление соотношения RDA и PCR, имеющих место в некоторых из приведенных выше рецептур в сопоставлении с механическими смесями силикагеля и осажденного кремнезема, получаемыми по существу тем же путем, что и смеси, раскрытые в патенте США №5658553 (Rice). Угол наклона каждой из линий демонстрирует основные результаты, которые обеспечивает каждая из различных рецептур, и показывает, что одновременно образующаяся комбинация настоящего изобретения дает более высокие результаты по PCR с соответственно более низкими результатами по RDA. Таким образом, неожиданным образом установлено, что такого рода комбинация согласно изобретению обеспечивает лучшую чистящую способность при одновременном отсутствии неприемлемо высокого уровня истирания дентина.

Все СУЗ обладали приемлемой вязкостью, наличием фторида и великолепной эстетикой (стойкой, текстурой, дисперсностью). В особенности, принимая во внимание графическое представление на фиг.1, является очевидным, что приведенные для сравнения механические смеси тех же материалов не обладают тем же желаемым повышением чистящей эффективности в отношении зубного налета при более низких значениях RDA, которые имеются у образующихся *in situ* комбинаций настоящего изобретения.

На фиг.2 проводится аналогичным образом сравнение загущающих способностей получаемых *in situ* кремнеземных комбинаций согласно изобретению с механическими смесями гелей и осадков, описанных в патенте Rice (в том же испытательном составе СУЗ, что и выше). Является очевидным, что имеется значительная разница в общей структуре и вытекающей из нее функциональности этих разных типов материалов, так как получаемые *in situ* композиционные материалы обладают отличающимися степенями загущения по всему спектру содержащихся в них количеств «гель/осадок» по сравнению со смесями в патенте Rice. Таким образом, ясно, что для этих двух разных типов добавок к СУЗ существуют различия в форме и характеристиках.

Далее, фиг.3 дает графическое представление зависимости измеряемого PCR от RDA для композита гель/осадок настоящего изобретения в широком диапазоне в сравнении с той же зависимостью для традиционных абразивов из осажденного кремнезема (также при измерении в том же испытательном составе СУЗ, что и выше). Из данного представления очевидно, что композиционные материалы гель/осажденный кремнезем согласно изобретению дают значительно более высокие результаты по PCR при соответственно более низких значениях RDA по сравнению с традиционными абразивными материалами, показывая значительную разницу между абразивами сравнения и произведенными *in situ* типами согласно изобретению. Этим путем было неожиданно обнаружено, что получение *in situ* смесей силикагелей и осажденных кремнеземных материалов предоставляет преимущества улучшенной очистки зубного налета, показывая при этом намного более низкие величины истирания дентина, предоставляя, таким образом, намного более эффективный чистящий материал с пониженной склонностью к разрушительному истиранию поверхностей зубов при пользовании.

Хотя изобретение описывается и раскрывается на определенных предпочтительных вариантах осуществления и практических примерах, ни в коем случае не предполагается ограничить изобретение этими конкретными вариантами осуществления, и, напротив, предполагается, что изобретение включает в себя

эквивалентные структуры и структурные эквиваленты, а также все альтернативные варианты осуществления и модификации, которые могут входить в рамки прилагаемой формулы изобретения и ее эквивалентов.

5

Формула изобретения

1. Кремнеземная комбинация абразивный гель/осадок, полученная способом, включающим следующие последовательные стадии:

а) смешение силиката щелочного металла с подкисляющим агентом в количествах, достаточных для образования композиции, содержащей частицы силикагеля, которые не подвергают промывке или очистке,

б) последующее введение в указанную композицию, содержащую частицы силикагеля, силиката щелочного металла и подкисляющего агента в количествах, достаточных для образования осажденного кремнезема, в результате чего образуется указанная комбинация абразивный гель/осадок, причем указанная комбинация имеет уровень радиоактивного истирания (RDA) от 180 до 240 и степень очистки зубного налета (PCR) от 90 до 160.

2. Комбинация кремнеземный абразивный гель/осадок по п.1, которая содержит частицы со средним размером от 3 до 20 мкм.

3. Рецепттура средства ухода за зубами, включающая кремнеземную комбинацию абразивный гель/осадок по п.1 или 2.

4. Рецепттура средства ухода за зубами по п.3, отличающаяся тем, что она дополнительно включает абразивный компонент, отличный от абразивного геля кремнеземной комбинации абразивный гель/осадок.

5. Кремнеземная комбинация абразивный гель/осадок, полученная способом, включающим следующие последовательные стадии:

а) смешение силиката щелочного металла с подкисляющим агентом в количествах, достаточных для образования композиции, содержащей частицы силикагеля, которые не подвергают промывке или очистке,

б) последующее введение в указанную композицию, содержащую частицы силикагеля, силиката щелочного металла и подкисляющего агента в количествах, достаточных для образования осажденного кремнезема, в результате чего образуется указанная комбинация абразивный гель/осадок, причем указанная комбинация имеет уровень радиоактивного истирания (RDA) от 95 до 150 и степень очистки зубного налета (PCR) от 90 до 160.

6. Комбинация кремнеземный абразивный гель/осадок по п.5, которая содержит частицы со средним размером от 3 до 20 мкм.

7. Рецепттура средства ухода за зубами, включающая кремнеземную комбинацию абразивный гель/осадок по п.5 или 6.

8. Рецепттура средства ухода за зубами по п.7, отличающаяся тем, что она дополнительно включает абразивный компонент, отличный от абразивного геля кремнеземной комбинации абразивный гель/осадок.

9. Кремнеземная комбинация загущающий абразивный гель/осадок, полученная способом, включающим следующие последовательные стадии:

а) смешение силиката щелочного металла с подкисляющим агентом в количествах, достаточных для образования композиции, содержащей частицы силикагеля, которые не подвергают промывке или очистке,

б) последующее введение в указанную композицию, содержащую частицы силикагеля, силиката щелочного металла и подкисляющего агента в количествах,

достаточных для образования осажденного кремнезема, в результате чего образуется указанная комбинация абразивный гель/осадок, причем указанная комбинация имеет уровень радиоактивного истирания (RDA) от 20 до 80 и степень очистки зубного налета (PCR) от 50 до 80.

5 10. Комбинация загущающий кремнеземный абразивный гель/осадок по п.9, которая содержит частицы со средним размером от 3 до 20 мкм.

11. Рецепттура средства ухода за зубами, включающая кремнеземную комбинацию загущающий абразивный гель/осадок по п.9 или 10.

10 12. Рецепттура средства ухода за зубами по п.11, отличающаяся тем, что она дополнительно включает абразивный компонент, отличный от загущающего абразивного геля кремнеземной комбинации абразивный гель/осадок.

15

20

25

30

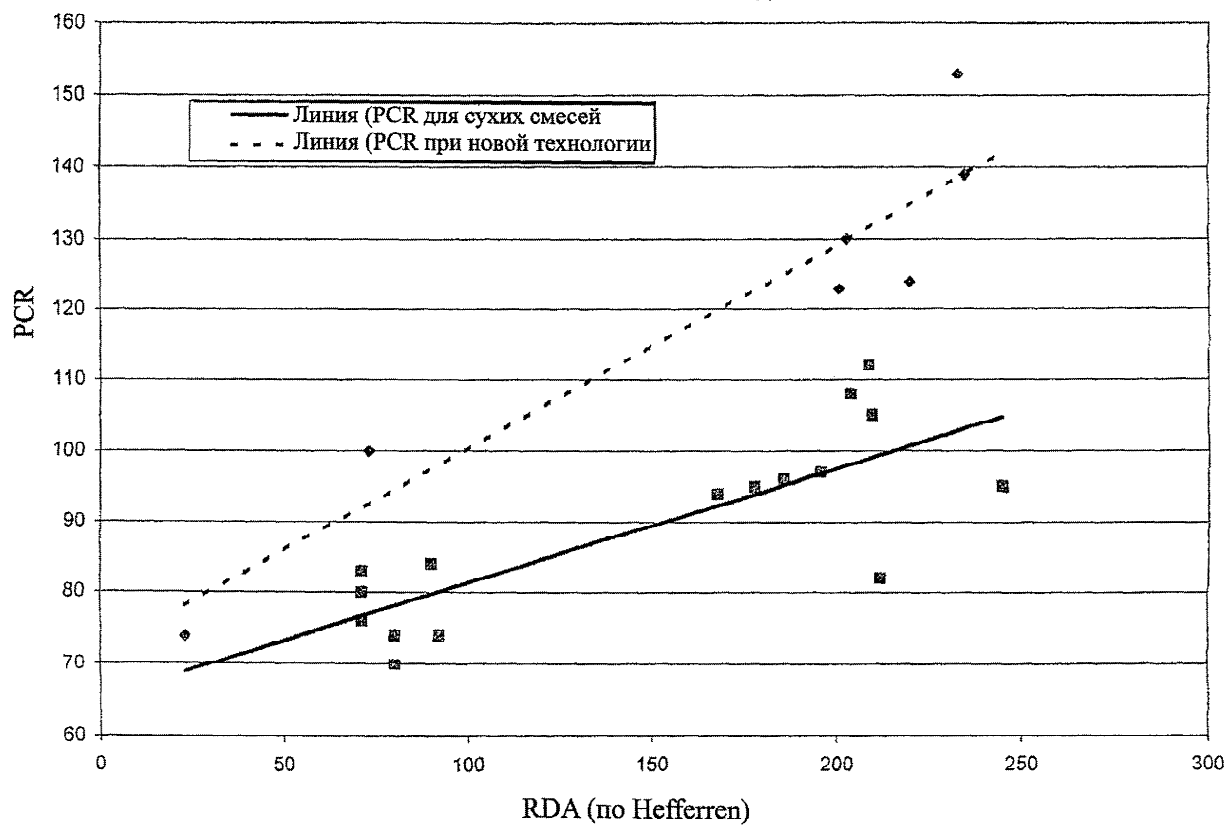
35

40

45

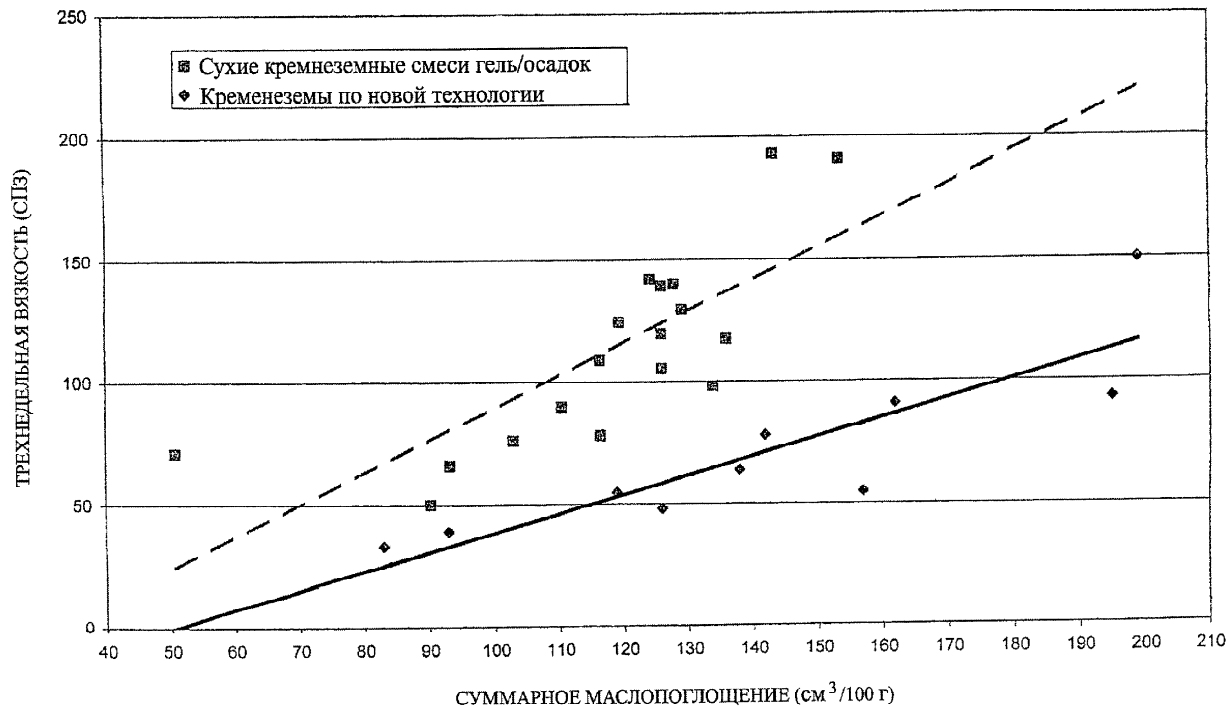
50

СРАВНЕНИЕ РСР И RDA ДЛЯ СУХИХ СМЕСЕЙ ГЕЛЕЙ И ОСАДКОВ С НОВОЙ ТЕХНОЛОГИЕЙ



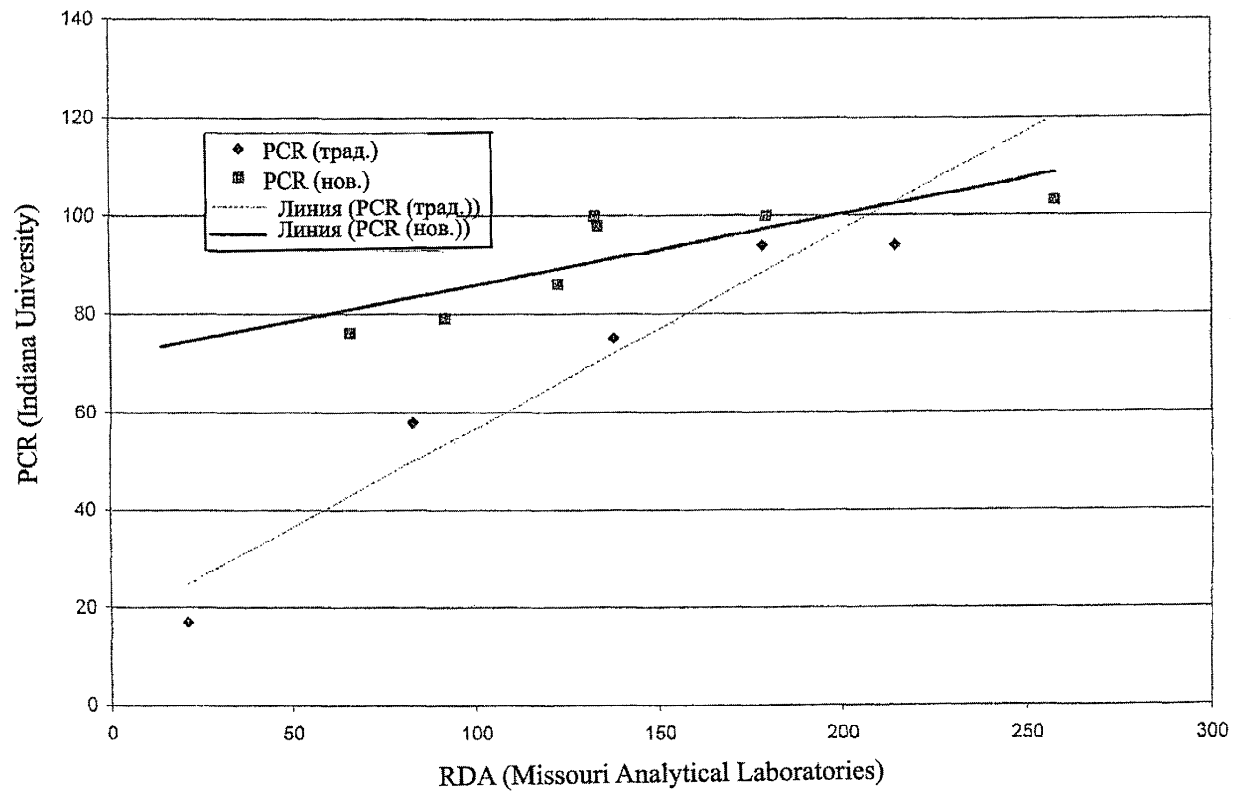
Фиг. 1

ЗАВИСИМОСТЬ ТРЕХНЕДЕЛЬНОЙ ВЯЗКОСТИ ОТ СУММАРНОГО МАСЛОПОГЛОЩЕНИЯ
ДЛЯ СУХОЙ СМЕСИ ГЕЛЬ/ОСАДОК И КРЕМНЕЗЕМОВ ПО НОВОЙ ТЕХНОЛОГИИ



Фиг. 2

СРАВНЕНИЕ НОВОЙ И ТРАДИЦИОННОЙ ТЕХНОЛОГИЙ



Фиг. 3