República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0709087-0 A2**

BRPI0709087A2

(22) Data de Depósito: 20/03/2007
(43) Data da Publicação: 28/06/2011
(RPI 2112)

(51) Int.Cl.:
C01B 33/12 2006.01
A61K 8/00 2006.01

(54) Título: **MÉTODO PARA PRODUZIR SIMULTANEAMENTE SÍLICA GÉIS E SÍLICAS PRECIPITADAS, COMBINAÇÃO DE SÍLICA PRECIPITADA/GEL, E, DENTIFRÍCIO**

(30) Prioridade Unionista: 23/03/2006 US 11/387300

(73) Titular(es): J.M. Huber Corporation

(72) Inventor(es): Patrick D. McGill

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT US2007006881 de 20/03/2007

(87) Publicação Internacional: WO WO2007/111877de 04/10/2007

(57) Resumo: MÉTODO PARA PRODUZIR SIMULTANEAMENTE SÍLICA GÉIS E SÍLICAS PRECIPITADAS, COMBINAÇÃO DE SÍLICA PRECIPITADA/GEL, E, DENTIFRÍCIO. São fornecidos materiais abrasivos inéditos que são composições geradas in situ de sílicas precipitadas e sílica géis. Tais composições apresentam propriedades de limpeza de filme de película benéficas diferentes e de forma particularmente simultânea altas e níveis moderados de abrasão da dentina. Um resultado como este, assim, proporciona ao usuário um dentifrício que efetivamente limpa superficies do dente sem abradar prejudicialmente tais superficies. Além disso, os materiais abrasivos produzidos também apresentam propriedades de clareamento muito altas e desejáveis que permitem fácil incorporação e utilização em dentifricios com propósitos estéticos. Está englobado nesta invenção um método inédito para preparar tais materiais compósitos de sílica precipitada/gel com um propósito como este, particularmente em condições de alto cisalhamento, bem como os diferentes materiais nas faixas de estrutura descritas anteriormente e dentifrícios compreendendo estas.

"MÉTODO PARA PRODUZIR SIMULTANEAMENTE SÍLICA GÉIS E SÍLICAS PRECIPITADAS, COMBINAÇÃO DE SÍLICA PRECIPITADA/GEL, E, DENTIFRÍCIO"

Campo Da Invenção

Esta invenção diz respeito a materiais abrasivos inéditos que são composições geradas *in situ* de sílicas precipitadas e sílica géis. Tais composições apresentam propriedades de limpeza de filme de película benéficas diferentes, particularmente simultâneas e níveis moderados de abrasão da dentina. Um resultado como este, assim, proporciona ao usuário um dentifrício que efetivamente limpa superfícies do dente, controlando ao mesmo tempo a quantidade de abrasão aplicada à superfícies dos dentes do sujeito. Além disso, os materiais abrasivos produzidos também apresentam propriedades de clareamento muito altas e desejáveis que permitem fácil incorporação e utilização em dentifrícios com propósitos estéticos. Está englobado nesta invenção um método inédito para preparar tais materiais compósitos de sílica precipitada/gel com um propósito como este, particularmente em condições de alto cisalhamento, bem como os diferentes materiais nas faixas de estrutura descritas anteriormente e dentifrícios compreendendo estas.

Fundamentos Da Invenção

Uma substância abrasiva foi incluída em composições de dentifrício convencionais de maneira a remover vários depósitos, incluindo filme de película, da superfície dos dentes. O filme de película é fortemente aderente e freqüentemente contém pigmentos marrom ou amarelo que conferem uma aparência ruim aos dentes. Embora a limpeza seja importante, o abrasivo não deve ser tão agressivo ao ponto de prejudicar os dentes. Idealmente, um material de dentifrício abrasivo efetivo maximiza a remoção do filme de película, causando ao mesmo tempo abrasão e dano mínimos aos tecidos do dente duro. Conseqüentemente, entre outras coisas, o desempenho

do dentifrício é altamente sensível à extensão da abrasão causada pelo ingrediente abrasivo. Convencionalmente, o material de limpeza abrasivo foi introduzido na forma de pó seco escoável a composições de dentifrício, ou por meio de redispersões de formas de pó seco escoáveis do agente de polimento preparado antes ou na hora de formular o dentifrício. Também, e mais recentemente, formas de pasta fluida de tais abrasivos foram fornecidas para facilitar armazenamento, transporte e introdução nas formulações de dentifrício alvo.

Sílicas de estrutura baixa sintéticas foram utilizadas com um propósito como este em virtude da efetividade que tais materiais fornecem como abrasivos, bem como características de baixa toxicidade e compatibilidade com outros componentes do dentifrício, tal como fluoreto de sódio, como um exemplo. No preparo de sílicas sintéticas, o objetivo é obter sílicas que fornecem máxima limpeza com mínimo impacto para as superfícies duras do dente. Pesquisadores odontológicos continuamente se preocupam com a identificação de materiais abrasivos que reúnam tais objetivos.

Sílicas sintéticas (de estrutura mais alta) também foram utilizadas como agentes espessantes para dentifrícios e outros materiais tipo pasta de maneira a suplementar e modificar as propriedades reológicas para melhor controle, tais como constituição da viscosidade, capacidade de ficar em pé, cedimento da escova e similares. Para formulações de pasta de dente, por exemplo, existe uma necessidade de fornecer uma pasta estável que possa atender as inúmeras necessidades do consumidor, incluindo, e sem limitação, a capacidade de ser transferida de um recipiente (tal como um tubo) por meio de pressão (isto é, apertando o tubo) como uma pasta dimensionalmente estável e retornar para seu estado anterior, mediante remoção de tal pressão, a capacidade de ser transferida para uma cabeça de escova de uma maneira fácil e sem escoamento para fora do tubo durante tal transferência, a propensão de

permanecer dimensionalmente estável na escova antes do uso e quando aplicada aos dentes alvos antes da escovação, e a apresentação da sensação apropriada na boca com propósitos estéticos, pelo menos, para o benefício do usuário.

No geral, dentifrícios compreendem na maior parte de um umectante (tais como sorbitol, glicerina, polietileno glicol e similares) de maneira a permitir o contato apropriado com a matéria dental alvo, um abrasivo (tal como sílica precipitada) para limpeza e abrasão apropriadas dos dentes do sujeito, água, e outros componentes ativos (tais como compostos a base de flúor para benefícios anticáries). A capacidade de conferir benefícios reológicos apropriados a um dentifrício como este é concedida por meio da seleção e utilização apropriadas de agentes espessantes (tais como sílicas hidratadas, hidrocolóides, gomas e similares) para formar uma rede apropriada de suporte para adequadamente conter tais umectantes, abrasivos e ingredientes anticáries importantes. Assim, é evidente que a formulação de composições de dentifrício apropriada pode ser bastante complexa, tanto de um ponto de vista de preparo da composição quanto o número, quantidade e tipo de componentes presentes em tais formulações. Conseqüentemente, embora não seja uma alta prioridade na indústria de dentifrício, a capacidade de reduzir o número de tais componentes, ou experiência para fornecer certos componentes que reúnam pelo menos duas destas propriedades necessárias poderia potencialmente reduzir a complexidade de formação, sem mencionar a potencial redução nos custos de fabricação gerais.

Inúmeros agentes de polimento abrasivos insolúveis em água foram usados ou descritos para composições de dentifrício. Estes agentes de polimento abrasivos incluem materiais particulados abrasivos naturais e sintéticos. Os agentes de polimento abrasivos sintéticos geralmente conhecidos incluem sílicas precipitadas amorfas e sílica géis e carbonato de cálcio precipitado (PCC). Outros agentes de polimento abrasivos para

dentifrícios incluíam giz, carbonato de magnésio, fosfato de dicálcio e suas formas diidratadas, pirofosfato de cálcio, silicato de zircônio, metafosfato de potássio, ortofosfato de magnésio, fosfato de tricálcio, perlita e similares.

Sílicas de estrutura baixa precipitadas produzidas sinteticamente, em particular, foram usadas como componentes abrasivos em formulações de dentifrício em virtude de sua capacidade de limpeza, relativa segurança, e compatibilidade com ingredientes de dentifrício típicos, tais como umectantes, agentes espessantes, agentes flavorizantes, agentes anticáries, e assim em diante. Conforme se sabe, sílicas precipitadas sintéticas, no geral, são produzidas pela desestabilização e precipitação de sílica amorfa de silicato alcalino solúvel pela adição de um ácido mineral e/ou gases ácidos em condições em que partículas primárias inicialmente formadas tendem a associar uma com a outra para formar uma pluralidade de agregados (isto é, aglomerados discretos de partículas primárias), mas sem aglomeração em uma estrutura de gel tridimensional. O precipitado resultante é separado da fração aquosa da mistura de reação por procedimentos de filtração, lavagem e secagem e então o produto seco é mecanicamente dividido de maneira a fornecer um tamanho de partícula e distribuição de tamanho adequados.

Os procedimentos de secagem de sílica são convencionalmente realizados usando secagem a jato, secagem com bico (por exemplo, torre ou fonte), secagem em roda, secagem rápida, secagem em roda rotatória, secagem em forno/leito fluido e similares.

Como tal, tais materiais abrasivos convencionais apresentam até certo ponto limitações associadas à maximização da limpeza e minimização da abrasão da dentina. A capacidade de otimizar tais características no passado foi limitada, no geral, ao controle das estruturas dos componentes individuais utilizados com tais propósitos. Exemplos de modificações nas estruturas de sílica precipitada para tais propósitos de

dentifrício são descritos na tecnologia em tais pedidos de patente como patentes U.S. 3.967.563, 3.988.162, 4.420.312, e 4.122.161 de Wason, patentes U.S. 4.992.251 e 5.035.879 de Aldcroft et al., patente U.S. 5.098.695 de Newton et al., e patentes U.S. 5.891.421 e 5.419.888 de McGill et al. Modificações em sílica géis também foram descritas em tais publicações como patentes U.S. 5.647.903 de McGill et al., patente U.S. 4.303.641, de DeWolf, II et al., patente U.S. 4.153.680, de Seybert, e patente U.S. 3.538.230, de Pader et al. Tais descrições preceituam melhorias em tais materiais de sílica, de maneira a conferir melhor capacidade de limpeza de filme de película e reduções nos níveis de abrasão da dentina para benefício do dentifrício. Entretanto, estas melhorias típicas não têm a capacidade de distribuir níveis apropriados preferidos que proporcionam a um produtor de dentifrício a capacidade de incorporar um material individual como este em diferentes quantidades com outros tipos de componentes, de maneira a efetuar diferentes níveis resultantes de tais características de limpeza e abrasão. Para compensar tais limitações, experiências foram submetidas para fornecer várias combinações de sílicas para permitir o alvejamento de diferentes níveis. Tais combinações de sílica que envolvem composições de diferentes tamanhos de partículas e áreas superficiais específicas são descritas na patente U.S. 3.577.521. de Karlheinz Scheller et al., patente U.S. 4.618.488 de Macyarea et al., patente U.S. 5.124.143 de Muhlemann, e patente U.S. 4.632.826 de Ploger et al. Tais dentifrícios resultantes, entretanto, não conseguem fornecer níveis desejados de abrasão e alta limpeza da película, simultaneamente.

Uma outra experiência foi tomada para fornecer misturas físicas de sílicas precipitadas de certas estruturas com sílica géis, notavelmente na Pat. U.S. 5.658.553 de Rice. No geral, aceita-se que sílica géis apresentam bordas e, assim, teoricamente apresentam a capacidade de abradar superfícies a um grau maior que sílicas precipitadas, mesmo tipos

com estrutura baixa. Assim, a mistura de tais materiais junto nesta patente forneceu, naquele momento, uma melhoria em termos de níveis controlados, mas altos de abrasividade acoplado a maior capacidade de limpeza do filme de película que sílicas precipitadas sozinhas. Em uma descrição como esta, sabe-se que sílica géis e sílicas precipitadas separadamente produzidas e co-incorporadas podem permitir maiores níveis de PCR e RDA, mas com controle aparentemente maior para características abrasivas menores que para as sílicas fornecidas anteriormente que apresentam resultados de PCR muito altos. Infelizmente, embora estes resultados sejam certamente uma etapa na direção certa, ainda existe uma necessidade imensamente não preenchida de fornecer um abrasivo dental a base de sílica que apresente propriedades de limpeza do filme de película suficientemente altas com características abrasivas da dentina simultaneamente inferiores, de maneira tal que a remoção do filme possa ser executada sem destruição deletéria da dentina. Na verdade, a necessidade é de um abrasivo mais seguro que apresente um nível de PCR significativamente maior que o nível de RDA que foi previamente fornecido na indústria de sílica dental. Novamente, a patente de Rice é meramente um início no sentido de características abrasivas desejáveis. Além disso, os requerimentos para produzir este gel separado e materiais precipitados e medi-los para níveis alvo apropriados de tais características aumenta custo e etapas de processo no procedimento de fabricação. Uma maneira de fornecer os benefícios de tais combinações, mas a um nível muito alto de limpeza do filme de película e a um grau relativamente baixo a moderado de abrasão da dentina, com facilitação simultânea da incorporação na formulação de dentifrício são assim indisponíveis para a indústria neste momento.

A capacidade de fornecer baixas propriedades abrasivas da dentina com capacidades de limpeza do filme de película suficientemente altas, particularmente quando a razão de tais características é 1 ou inferior foi,

até então, alcançada na indústria dental.

Objetivos E Sumário Da Invenção

Observou-se recentemente que modificações nos processos para produzir sílicas precipitadas podem resultar na produção simultânea *in situ* de quantidades alvejadas de sílica géis nelas, particularmente os em que a estrutura final do compósito gerado *in situ* pode ser controlada. Um método inédito como este, assim, permite a produção de materiais de sílica precipitada/gel gerados *in situ* que fornecem excelentes capacidades de abrasão da dentina e limpeza do filme de película nos dentifrícios ou, alternativamente, tais formulações que apresentam excelentes propriedades de espessamento, bem como propriedades abrasivas e de limpeza desejáveis por meio da introdução de um aditivo singularmente produzido, armazenado e introduzido como este. De maneira importante, igualmente, é a necessidade de incorporar uma etapa de tratamento de alto cisalhamento depois que o processo de produção de gel inicial foi realizado. Um procedimento extra como este fornece resultados de PCR e RDA previamente não alcançados, bem como maior brilho dos materiais, da forma descrita anteriormente.

Em particular, os compósitos formados *in situ* específicos apresentam propriedades de limpeza de filme de película de níveis muito altos, comparados aos resultados de abrasão da dentina radioativa inferiores, de maneira tal que os materiais resultantes podem ser adicionados com outros materiais abrasivos (tais como sílicas precipitadas de estrutura menor, carbonatos de cálcio e similares) para que o produtor de dentifrício alveje certos níveis altos de limpeza com menor abrasividade, fornecendo assim a otimização da limpeza, fornecendo ao mesmo tempo uma margem maior de proteção da abrasão ao último usuário. Também acredita-se, sem se limitar a nenhuma teoria científica específica, que a maior quantidade de sílica gel nos materiais compósitos finais auxilia no fornecimento de faixas mais estreitas de tamanho de partícula, de maneira a contribuir com um resultado controlado

de níveis altos de limpeza e reduzidos de abrasão da dentina. Conforme será discutido em mais detalhe a seguir, observou-se que a combinação fisicamente misturada de tais materiais (isto é, não simultaneamente produzida na mesma reação) confere níveis limitados de tais propriedades, a saber, a necessidade de fornecer materiais (particularmente um componente de sílica precipitada) que apresenta um nível de abrasão da dentina extremamente alto, potencialmente deletério, de maneira a conferir, ao mesmo tempo, um nível de limpeza do filme de película alto aceitável. As sílicas da combinação precipitada/gel geradas *in situ* inéditas inesperadamente fornecem um maior grau de limpeza do filme de película com um valor de abrasão da dentina significativamente inferior, assim, proporcionando à indústria de dentifrício não somente um material menos abrasivo potencialmente mais desejável para melhor proteção dental. Percebeu-se que a presença de quantidades variadas de um componente de sílica gel como este permite o benefício das arestas vivas apresentadas pelos aglomerados de gel para abrasividade, com a coexistência de níveis variáveis de precipitados de sílica de diferentes estruturas para proporcionar um compósito global que apresenta altas propriedades de limpeza. Quando produzido *in situ,* um material gel/precipitado resultante como este fornece propriedades inesperadamente melhores, comparadas a misturas secas de tais componentes produzidos separadamente, particularmente quando o método de produção incorpora fluxo de alto cisalhamento subseqüente à etapa de produção de gel inicial. Tais altas condições de cisalhamento parecem fornecer resultados benéficos finais em termos das propriedades abrasivas dos materiais compósitos e características de brilho. Em uma maneira como esta, observou-se que embora o nível de limpeza do filme de película seja muito alto, de fato o nível de abrasão da dentina resultante é limitado, conferindo assim uma excelente material de limpeza sem também conferir um nível de abrasão muito alto ao substrato dental alvo.

Todas as partes, porcentagens e razões aqui usados são expressos em peso, a menos que de outra forma especificados. Todos os documentos aqui citados estão incorporados pela referência.

Desta maneira, é um objetivo da presente invenção fornecer um material compósito de sílica precipitada e sílica gel que fornece melhor limpeza do filme de película sem um aumento correspondente inaceitavelmente alto na abrasão da dentina ou esmalte. Um outro objetivo da presente invenção é fornecer um método inédito para a produção de tais combinações de sílica precipitada/sílica gel efetivas em que tais materiais são produzidos simultaneamente e *in situ,* permitindo assim que as razões apropriadas de tais materiais sejam feitas durante a produção dos materiais, em vez de durante a produção de dentifrício. Também um objetivo desta invenção é fornecer um compósito de material de sílica precipitada/sílica gel gerado *in situ* em que o brilho dos materiais de sílica de produto de PCR alto, RDA baixo é igualmente muito alto.

Desta maneira, esta invenção engloba um método para produzir simultaneamente sílica géis e sílicas precipitadas, o dito método compreendendo as etapas seqüenciais de:

a) misturar uma quantidade suficiente de um silicato alcalino e um agente acidulante juntos para formar uma composição de sílica gel;

b) subseqüente à formação da composição de sílica gel, tratar a composição resultante em condições de alto cisalhamento;

c) simultaneamente introduzir a dita composição de sílica gel da etapa "b" uma quantidade suficiente de um silicato alcalino e um agente acidulante para formar uma sílica precipitada, produzindo assim uma combinação de sílica precipitada/sílica gel. Igualmente englobado nesta invenção é o produto de um processo como este em que a quantidade de sílica gel presente nele é de 5 a 80 % em volume da sílica precipitada/sílica gel total resultante simultaneamente produziu combinação. Adicionalmente

englobados nesta invenção estão os materiais compósitos preparados a partir dele e formulações de dentifrício compreendendo tais materiais, bem como o produto do processo inventivo notado anteriormente.

No geral, sílicas precipitadas sintéticas são preparadas misturando soluções de silicato alcalino diluídas com ácidos minerais aquosos fortes em condições onde a agregação para o sol e gel não pode ocorrer, agitando e então filtrando a sílica precipitada. O precipitado resultante é em seguida lavado, seco e esmiuçado para o tamanho desejado.

No geral, igualmente, sílica géis incluem sílica hidrogéis, géis hidrosos, aerogéis, e xerogéis. Sílica géis também são formados reagindo soluções de silicato alcalino com ácidos fortes ou vice-versa, para formar um hidrosol e envelhecer o hidrosol recém formado para formar o hidrogel. O hidrogel é então lavado, seco e esmiuçado para formar os materiais desejados.

Conforme notado anteriormente, a produção separada de tais materiais historicamente requereu a fabricação destes materiais separados, e medição adequada dos dois juntos durante a incorporação em uma formulação de dentifrício, de uma maneira tal a fornecer os níveis de limpeza/abrasão desejados destes.

Ao contrário, o método inventivo para a produção simultânea de tais materiais permite ao produtor alvejar uma faixa de quantidades de componentes sílica gel e sílica precipitada, bem como estruturas de componentes precipitados para conferir o nível desejado de limpeza/abrasão por meio de parâmetros controlados durante a produção, uma diferença significativa das misturas físicas anteriores (isto é, misturas secas) de tais materiais por meio da incorporação separada. Basicamente, o método inédito vincula o alvejamento da quantidade de sílica gel desejada e seleciona especificamente certas condições de reação de maneira a gerar um nível desejado como este durante a produção de sílica precipitada amorfa.

As composições abrasivas inventivas são aditivos prontos para

o uso na preparação de composições de limpeza oral, tais como dentifrícios, pastas de dente e similares, particularmente adaptadas como uma matéria-prima em um processo para preparar pasta de dente. Além disso, tais produtos de sílica podem ser utilizados em aplicações em que arestas vivas e baixa abrasividade podem ser desejadas, tais como, sem limitação, inibidores de espuma em certas formulações, tais como, sem limitação, detergentes de máquina de lavar louça automática. Usos potenciais adicionais de tais materiais incluem veículos de alimento, aditivos e veículos de borracha, aditivos de cosméticos, aditivos de cuidado pessoal, aditivos antibloqueamento de plástico e aditivos farmacêuticos, sem limitação.

Descrição Detalhada Da Invenção

As combinações de abrasivo e/ou espessante usadas na presente invenção são materiais formados *in-situ* que podem ser prontamente formulados sob demanda com outros ingredientes para preparar composições de limpeza oral com uma alta eficácia de limpeza sem causar abrasão indevida nas superfícies do dente. Os componentes essenciais, bem como opcionais das composições abrasivas e/ou espessantes e métodos relacionados de fazer o mesmo da presente invenção, são descritos em mais detalhes a seguir.

Método de Produção Geral

As composições de sílica da presente invenção são preparadas de acordo com o seguinte processo de dois estágios, com um sílica gel sendo formado no primeiro estágio e sílica precipitada formada no segundo estágio. Neste processo, uma solução aquosa de um silicato alcalino, tal como silicato de sódio, é carregada em um reator equipado com dispositivos de mistura adequados para garantir uma mistura homogênea, e a solução aquosa de um silicato alcalino no reator pré-aquecida a uma temperatura entre cerca de 40°C e cerca de 90°C. Preferivelmente, a solução de silicato alcalino aquoso tem uma concentração de silicato alcalino de aproximadamente 3,0 a 35 % em

peso, preferivelmente de cerca de 3,0 a cerca de 25 % em peso, e mais preferivelmente de cerca de 3,0 a cerca de 15 % em peso. Preferivelmente o silicato alcalino é um silicato de sódio com uma razão de SiO_2:Na_2O de cerca de 1 a cerca de 4,5, mais particularmente de cerca de 1,5 a cerca de 3,4. A quantidade de silicato alcalino carregada no reator é cerca de 10 % em peso a 80 % em peso do silicato total usado no banho. Opcionalmente, um eletrólito, tal como solução de sulfato de sódio, pode ser adicionado ao meio de reação (solução de silicato ou água). Em seguida, um agente acidulante aquoso ou ácido, tais como ácido sulfúrico, ácido clorídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, e assim em diante (preferivelmente ácido sulfúrico), adicionado como uma solução diluída destes (por exemplo, em uma concentração entre cerca de 4 a 35 % em peso, mais tipicamente cerca de 9,0 a 15,0 % em peso) é adicionada ao silicato para formar um gel. Uma vez que o sílica gel é produzido e o pH ajustado para o nível desejado, tal como entre cerca de 3 e 10, a adição de ácido é interrompida e o gel é aquecido até a temperatura da reação do banho, preferivelmente entre cerca de 65°C a cerca de 100°C. É importante observar que depois que este primeiro estágio é completado, o sílica gel produzido é submetido a condições de alto cisalhamento para modificar o gel de sua forma produzida inicial. Tal alto cisalhamento pode ser realizado de qualquer maneira conhecida, tais como pelo aumento da vazão dos líquidos adicionados a ele, mistura física em uma montagem de mistura e similares. A necessidade de condições de alto cisalhamento é alcançada simplesmente pela modificação do componente gel depois da produção inicial. Tal modificação é mensurável por uma redução no tamanho de partícula médio do material gel depois que é submetido a tal tratamento de alto cisalhamento. Preferivelmente, a modificação por meio de condições de alto cisalhamento é atingida uma vez que o tamanho de partícula médio do componente gel é reduzido pelo menos 5 mícrons. O gel resultante não é de outra maneira lavado, purificado ou limpo de qualquer outra maneira antes do

início do segundo estágio.

Em seguida, o segundo estágio começa depois que a temperatura de reação do gel aumenta, com a adição simultânea no reator dos itens seguinte, todos enquanto a taxa de cisalhamento permanece substancialmente no mesmo nível: (1) uma solução aquosa do mesmo agente acidulante previamente usado; e (2) quantidades adicionais de uma solução aquosa contendo as mesmas espécies de silicato alcalino que no reator, a solução aquosa sendo pré-aquecida a uma temperatura de cerca de 65°C a cerca de 100°C. A taxa de adições de agente acidulante e silicato pode ser ajustada para controlar o pH da adição simultânea durante o segundo estágio reação. Este controle de pH pode ser usado para controlar as propriedades físicas do produto, no geral com pH do banho médio maior fornecendo produtos de sílica de estrutura menor e pH de banho médio relativamente baixo fornecendo produtos de sílica de estrutura mais alta. Além das condições de alto cisalhamento já presentes, recirculação de alto cisalhamento pode ser utilizada e a adição de solução ácida continua até que o pH do banho do reator caia para entre cerca de 4 a cerca de 9. Para os propósitos deste método inventivo, o termo "pH de banho médio" deve significar o pH médio obtido medindo o nível do pH a cada 5 minutos durante o estágio de formação do precipitado e calculando a média do agregado total sobre tempo total transcorrido.

Depois que o influxo do agente acidulante e do silicato alcalino é interrompido, o banho do reator permaneceu em repouso ou "digeriu" por entre 5 minutos a 30 minutos, com os teores do reator sendo mantidos em um pH constante. Depois de completar a digestão, a mistura de alto cisalhamento, etc., é interrompida e o banho de reação resultante é filtrado e lavado com água para remover o excesso de sais inorgânicos de subprodutos até que a água de lavagem da torta do filtro de sílica resulte em no máximo 5 % de teor de subproduto de sal medido pela condutividade.

A torta do filtro de sílica é submetida a pasta fluida em água e então seca por qualquer técnica de secagem convencional, tal como secagem a jato, para produzir uma sílica amorfa contendo de cerca de 3 % em peso a cerca de 50 % em peso de umidade. A sílica pode então ser moída para obter o tamanho de partícula mediano desejado entre cerca de 3 μm a 25 μm, preferivelmente entre cerca de 3 μm a cerca de 20 μm. A classificação de faixas de tamanho de partícula mediana ainda mais estreitas pode igualmente auxiliar no fornecimento de maiores benefícios de limpeza.

Além das metodologias de precipitação das sílicas amorfas sintéticas do processo de produção descritas anteriormente, a preparação dos produtos de sílica não é necessariamente limitada a elas e também pode ser geralmente realizada de acordo com as metodologias descritas, por exemplo, nas patentes U.S. anteriores Nos. 3.893.840, 3.988.162, 4.067.746, 4.340.583 e 5.891.421, todas as quais estão aqui incorporadas pela referência, desde que tais métodos sejam devidamente modificados para incorporar tratamentos de recirculação e alto cisalhamento. Conforme será percebido por um versado na tecnologia, os parâmetros de reação que afetam as características da sílica precipitada resultante incluem: a taxa e tempo nos quais os vários reagentes são adicionados; os níveis de concentração dos vários reagentes; o pH da reação; a temperatura de reação; a agitação dos reagentes durante a produção; e/ou a taxa na qual quaisquer eletrólitos são adicionados.

Métodos alternativos de produção para este material inventivo incluem na forma de pasta fluida, tais como, sem limitação, procedimentos preceituados na patente U.S. 6.419.174, de McGill et al., bem como processos de pasta fluida de prensa de filtro descritos no pedido de patente U.S. publicado No. 20030019162 de Huang.

Os compósitos gerados *in situ* inventivos (também referidos como "combinações") de sílica gel e sílica precipitada são usados como abrasivos dentais de alta limpeza com menor abrasividade correlativa (com

baixas medições de RDA de no máximo cerca de 110, por exemplo, e baixos de até cerca de 70). O processo *in situ* desta invenção assim surpreendentemente rendeu, com graus de seletividade seguidos em termos de pH da reação, concentrações de reagente, quantidade de componente gel, condições de produção de alto cisalhamento e, conseqüentemente, estrutura geral dos compósitos materiais de sílica precipitada/gel resultantes preparados a partir deles, um método para produzir compósitos de produto de faixa média (níveis de limpeza relativamente altos com menores níveis de abrasão) como tal. Assim, a seleção de concentrações diferentes, níveis de pH, proporções de gel finais, entre outras coisas, podem produzir compósitos materiais de sílica precipitada/gel de estruturas de meio geral, de maneira a proporcionar resultados de limpeza do filme de película relativamente altos, com menores propriedades abrasivas comparado aos materiais de alta limpeza descritos anteriormente.

Para este material de limpeza, o componente gel está presente em uma quantidade entre 10 e 60 % em peso do compósito material de sílica precipitada/gel formado por último (e assim o componente sílica precipitada está presente em uma quantidade de 90 a 40 % em peso, conseqüentemente). A quantidade geral de gel a ser produzida é preferivelmente relativamente baixa (de até 40 %, por exemplo). Tais porcentagens de componente gel realmente representam a quantidade de volume do silicato presente durante as fases de produção para cada material sílica diferente, da forma descrita anteriormente para o material de alta limpeza.

Geralmente, determinou-se que tais abrasivos de limpeza de faixa média específicos podem ser produzidos por meio de um método de misturar um ácido adequado e um material de partida de silicato adequado (em que a concentração de ácido, em solução aquosa, é de 5 a 25 %, preferivelmente de 10 a 20 %, e mais preferivelmente de 10 a 12 %, e a concentração do material de partida silicato é de 4 a 35 %, também em uma

solução aquosa), para inicialmente formar um sílica gel. Subseqüente à formação de gel, silicato e ácido suficientes são adicionados (sem nenhuma lavagem ou outro tipo de purificação ou modificação física do gel) ao gel formado para produção adicional do componente sílica precipitada apropriadamente estruturado desejado para um compósito de material de limpeza de faixa média ser formado. O pH da reação geral pode ser controlado parte na faixa de 3 a 10. Dependendo da quantidade de gel inicialmente formada, a quantidade e estrutura do componente sílica precipitada podem ser alvejadas muito da mesma maneira que para o material de alta limpeza. Percebe-se que, de maneira a fornecer um material de limpeza de faixa média, pouco abrasivo por meio deste processo, a quantidade de gel é preferivelmente maior (conforme notado anteriormente, de 10 a 60 % em volume do compósito, preferivelmente de 20 a 33 %) e a quantidade de sílica precipitada de estrutura menor é preferivelmente menor (de 90 a 40 % em volume do compósito, preferivelmente de 80 a 67 %).

No geral, a combinação de sílica precipitada/gel de limpeza média inventiva geralmente tem as seguintes propriedades: 10 % de valor de dureza de Brass Einlehner na faixa entre 2,5 e 12,0 e, valores de RDA (abrasão radioativa da dentina) em uma formulação de teste de dentifrício (apresentada a seguir nos exemplos) entre cerca de 80 a cerca de 120, e valores de PCR (razão de limpeza da película) valores (na mesma formulação de teste de dentifrício) de 80 a 120, com uma razão de PCR para RDA na faixa de 0,7 a 1,0.

Usos de dentifrício dos materiais inventivos

Os materiais de sílica precipitada/gel compósitos gerados *in situ* inventivos aqui descritos podem ser utilizados sozinhos como o componente agente de limpeza fornecido nas composições de dentifrício desta invenção, ou como um aditivo com outros materiais abrasivos dela. Uma combinação dos materiais compósitos inventivos com outros abrasivos

fisicamente misturados neles em uma formulação de dentifrício adequada é potencialmente preferida com relação a isto, de maneira a proporcionar resultados de limpeza e abrasão dental alvejados em um nível de proteção desejado. Assim, qualquer número de outros tipos convencionais de aditivos abrasivos pode estar presente nos dentifrícios inventivos de acordo com esta invenção. Outras tais partículas de abrasivo incluem, por exemplo, e sem limitação, carbonato de cálcio precipitado (PCC), carbonato de cálcio moído (GCC), fosfato de dicálcio ou suas formas diidratadas, sílica gel (em si e de qualquer estrutura), sílica precipitada amorfa (em si e igualmente de qualquer estrutura), perlita, dióxido de titânio, pirofosfato de cálcio, alumina hidratada, alumina calcinada, metafosfato de sódio insolúvel, metafosfato de potássio insolúvel, carbonato de magnésio insolúvel, silicato de zircônio, silicato de alumínio, e assim em diante, podem ser introduzidas nas composições abrasiva desejadas para talhar as características de polimento da formulação alvo (dentifrícios, por exemplo, etc.), se igualmente desejado.

A combinação de sílica precipitada/sílica gel descrita anteriormente, quando incorporada nas composições de dentifrício, está presente em um nível de cerca de 5 % a cerca de 50 % em peso, mais preferivelmente de cerca de 10 % a cerca de 35 % em peso, particularmente quando o dentifrício é uma pasta de dente. Formulações de dentifrício ou limpeza oral gerais que incorporam as composições abrasivas desta invenção convenientemente podem compreender os seguintes ingredientes possíveis e quantidades relativas destes (todas as quantidades em % em peso):

Formulação de dentifrício

Ingrediente	Quantidade
Veículo líquido:	
umectante(s) (total)	5-70
água deionizada	5-70
aglutinante(s)	0,5-2,0
agente anticárie	0,1-2,0
agente quelante(s)	0,4-10
espessante de sílica*	3-15
agentes tensoativos	0,5-2,5

abrasivo	10-50
agente adoçante	<1,0
agentes colorantes	<1,0
agente flavorizante	<5,0
conservante	<0,5

Além do mais, conforme notado anteriormente, o abrasivo inventivo pode ser usado em conjunto com outros materiais abrasivos, tais como sílica precipitada, sílica gel, fosfato de dicálcio, fosfato de dicálcio diidratado, metassilicato de cálcio, pirofosfato de cálcio, alumina, alumina calcinada, silicato de alumínio, carbonato de cálcio precipitado ou moído, giz, bentonita, resinas de termocura particuladas e outros materiais abrasivos adequados conhecidos por um versado na tecnologia.

Além do componente abrasivo, o dentifrício também pode conter um ou mais agentes de melhora organoléptica. Agentes de melhora organoléptica incluem umectantes, adoçantes, agentes tensoativos, flavorizantes, colorantes e agentes espessantes, (também algumas vezes conhecidos como aglutinantes, gomas, ou agentes estabilizantes).

Umectantes servem para adicionar corpo "textura na boca" a um dentifrício, bem como prevenir o dentifrício de secar. Umectantes adequados incluem polietileno glicol (em uma variedade de pesos moleculares diferentes), propileno glicol, glicerina (glicerol), eritritol, xilitol, sorbitol, manitol, lactitol, e hidrolisados de amido hidrogenado, bem como misturas destes compostos. Níveis típicos de umectantes são de cerca de 20 % em peso a cerca de 30 % em peso de uma composição de pasta de dente.

Adoçantes podem ser adicionados à composição de pasta de dente para conferir um sabor agradável ao produto. Adoçantes adequados incluem sacarina (como sacarina de sódio, potássio ou cálcio), ciclamato (como um sal de sódio, potássio ou cálcio), acessulfame-K, taumatina, neoisperidina diidrocalcona, glicirrizina amoniada, dextrose, levulose, sacarose, manose, e glicose.

Agentes tensoativos são usados nas composições da presente

invenção para tornar as composições mais cosmeticamente aceitáveis. O agente tensoativo é preferivelmente um material detersivo que confere à composição propriedades detersivas e espumantes. Agentes tensoativos adequados são quantidades seguras e efetivas de agentes tensoativos aniônicos, catiônicos, não iônicos, zwiteriônicos, anfotéricos e betaína, tais como lauril sulfato de sódio, dodecil benzeno sulfonato de sódio, sais de metal alcalino ou amônio de sarcosinato de lauroíla, sarcosinato de miristoíla, sarcosinato de palmitoíla, sarcosinato de estearoíla e sarcosinato de oleoíla, monoestearato de polioxietileno sorbitano, isostearato e laurato, lauril sulfoacetato de sódio, sarcosinato de N-lauroíla, os sais de sódio, potássio e etanolamina de N-lauroila, N-miristoila ou sarcosinato de N-palmitoíla, condensados de óxido de polietileno de alquil fenóis, cocoamidopropil betaína, lauramidopropil betaína, palmitil betaína e similares. Lauril sulfato de sódio é um agente tensoativo preferido. O agente tensoativo está tipicamente presente nas composições de cuidado oral da presente invenção em uma quantidade de cerca de 0,1 a cerca de 15 % em peso, preferivelmente cerca de 0,3 % a cerca de 5 % em peso, tais como de cerca de 0,3 % a cerca de 2 % em peso.

Agentes flavorizantes opcionalmente podem ser adicionados às composições de dentifrício. Agentes flavorizantes adequados incluem, mas sem limitações, óleo de gualtéria, óleo de hortelã pimenta, óleo de hortelã, óleo de sassafrás, e óleo de cravo-da-índia, canela, anetol, mentol, timol, eugenol, eucaliptol, limão, laranja e outros compostos de sabor como estes para adicionar notas, notas temperadas, etc. Estes agentes flavorizantes consistem quimicamente em misturas de aldeídos, cetonas, ésteres, fenóis, ácidos e álcoois alifáticos, aromáticos e outros álcoois.

Colorantes podem ser adicionados para melhorar a aparência estética do produto. Colorantes adequados são selecionados de colorantes aprovados por agências regulatórias apropriadas, tais como o FDA e os

listados no European Food and Pharmaceutical Directives e incluem pigmentos, tal como TiO_2, e cores, tais como corantes FD&C e D&C.

Agentes espessantes são usados nas composições de dentifrício da presente invenção para fornecer uma estrutura gelatinosa que estabiliza a pasta de dente contra a separação de fases. Agentes espessantes adequados incluem espessante de sílica; amido; glicerita de amido; gomas, tais como goma caraia (goma esterculia), goma tragacanto, goma arábica, goma ghatti, goma acácia, goma xantana, goma guar e goma de celulose; silicato de alumínio e magnésio (Veegum); carragenano; alginato de sódio; ágar-ágar; pectina; gelatina; compostos de celulose, tais como celulose, carboximetil celulose, hidroxietil celulose, hidroxipropil celulose, hidroximetil celulose, hidroximetil carboxipropil celulose, metil celulose, etil celulose, e celulose sulfatada; argila natural e sintética, tais como argilas de hectorita; bem como misturas destes compostos. Níveis típicos de agentes espessantes ou aglutinantes são de cerca de 0 % em peso a cerca de 15 % em peso de uma composição de pasta de dente.

Agentes terapêuticos são opcionalmente usados nas composições da presente invenção para fornecer prevenção e tratamento de cáries dentais, doença periodontal e sensibilidade à temperatura. Exemplos de agentes terapêuticos, sem limitações, são fontes de flúor, tais como fluoreto de sódio, monofluorofosfato de sódio, monofluorofosfato de potássio, fluoreto estanhoso, fluoreto de potássio, fluorosilicato de sódio, fluorosilicato de amônio e similares; fosfatos condensados, tais como pirofosfato de tetrasódio, purofosfato de tetrapotássio, diidrogenopirofosfato de disódio, monoidrogenopirofosfato de trisódio; tripolifosfatos, hexametafosfatos, trimetafosfatos e pirofosfatos, tais como; agentes antimicrobianos, tais como triclosan, bisguanidas, tais como alexidina, clorexidina e gliconato de clorexidina; enzimas, tais como papaína, bromelaína, glicoamilase, amilase, dextranase, mutanase, lipases, pectinase, tanase, e proteases; compostos de

amônio quaternário, tais como cloreto de benzalcônio (BZK), cloreto de benzetônio (BZT), cloreto de cetilpiridínio (CPC), e brometo de domifeno; sais de metal, tais como citrato de zinco, cloreto de zinco e fluoreto estanhoso; extrato de sanguinaria e sanguinarina; óleos voláteis, tais como eucaliptol, mentol, timol, e salicilato de metila; fluoretos de amina; peróxidos e similares. Agentes terapêuticos podem ser usados em formulações de dentifrício sozinhos ou em combinação em um nível terapeuticamente seguro e efetivo.

Conservantes também podem ser opcionalmente adicionados às composições da presente invenção para prevenir o crescimento bacteriano. Conservantes adequados aprovados para uso nas composições orais, tais como metilparabeno, propilparabeno e benzoato de sódio podem ser adicionados em quantidades seguras e efetivas.

Os dentifrícios aqui descritos também podem ter uma variedade de ingredientes adicionais, tais como agentes de dessensibilização, agentes cicatrizantes, outros agentes conservantes de cáries, agentes quelantes/seqüestrantes, vitaminas, aminoácidos, proteínas, outros agentes antiplaquetários/anticálculo, opacificantes, antibióticos, anti-enzimas, enzimas, agentes de controle de pH, agentes oxidantes, antioxidantes e similares.

Água fornece o equilíbrio da composição além dos aditivos mencionados. A água é preferivelmente deionizada e sem impurezas. O dentifrício normalmente compreenderá de cerca de 20 % em peso a cerca de 35 % em peso de água.

Espessantes de sílica úteis para utilização em uma formulação de pasta de dente como esta incluem, sem limitações, uma sílica precipitada amorfa, tal como sílica ZEODENT 165. Outros espessantes de sílica preferidos (embora não limitantes) são sílicas ZEODENT® 163 e/ou 167 e ZEOFREE 153, 177, e/ou 265, todos disponíveis da J. M. Huber Corporation,

Havre de Grace Md., U.S.A.

Para os propósitos desta invenção, um "dentifrício" tem o significado definido em Oral Hygiene Products and Practice, Morton Pader, Consumer Science and Technology Series, Vol. 6, Marcel Dekker, NY 1988, p. 200, que está aqui incorporado pela referência. A saber, "um dentifrício é"... uma substância usada com uma escova de dentes para limpar as superfícies acessíveis dos dentes. Dentifrícios são principalmente compostos de água, detergente, umectante, aglutinanto, agentes flavorizantes, e um abrasivo finamente pulverizado como o ingrediente principal... um dentifrício é considerado uma forma de dosagem contendo abrasivo para distribuir agentes anticáries aos dentes". Formulações de dentifrício contêm ingredientes que devem ser dissolvidos antes da incorporação na formulação de dentifrício (por exemplo, agentes anticáries, tais como fluoreto de sódio, fosfatos de sódio, agentes flavorizantes, tal como sacarina).

As várias propriedades da sílica e da pasta de dente (dentifrício) aqui descritas foram medidas como se segue, a menos que de outra forma indicado.

O teste de abrasão de Brass Einlehner (BE) usado para medir a dureza das sílicas precipitadas/sílica géis reportados neste pedido de patente é descrito em detalhe na patente U.S. 6.616.916, incorporada aqui por referência, envolve um meio de abrasão Einlehner AT-1000, geralmente usado como se segue: (1) uma tela de fio de bronze de Fourdrinier é pesada e exposta à ação de uma suspensão de sílica aquosa 10 % por um período de tempo fixo; (2) a quantidade de abrasão é então determinada como perda de bronze em miligramas da tela de fio de Fourdrinier por 100.000 revoluções. O resultado, medido em unidades de perda de mg, pode ser caracterizado como o valor de abrasão de Einlehner (BE) bronze a 10 %.

Os valores de absorção de óleo são medidos usando o método esfregar a borracha. Este método é baseado em um princípio de misturar óleo

de semente de linho com uma sílica, esfregando com uma espátula em uma superfície lisa até que seja formada uma pasta tipo de emassar dura. Medindo-se a quantidade de óleo necessária para ter uma mistura da pasta que irá enroscar quando espalhada, pode-se calcular o valor da absorção de óleo da sílica - cujo valor representa o volume de óleo necessário por unidade de peso de sílica para saturar a capacidade sortiva da sílica. Um nível de absorção de óleo superior indica uma estrutura mais alta de sílica precipitada; similarmente, um valor baixo é indicativo de que considera-se uma sílica precipitada de estrutura menor. O cálculo do valor de absorção do óleo foi feito como se segue:

$$\text{absorção de óleo} = \frac{\text{mL de óleo absorvido}}{\text{peso de sílica, gramas}} \times 100$$
$$= \text{mL de óleo/100 gramas de sílica}$$

O tamanho de partícula mediano é determinado usando um instrumento de espalhamento da luz laser Modelo LA-930 (ou LA-300 ou um equivalente) disponível da Horiba Instruments, Boothwyn, Pensilvânia.

A % de resíduo da malha 325 da sílica inventiva é medida usando uma peneira padrão U.S. No. 325, com aberturas de 44 mícron ou 0,0017 polegada (0,043 milímetros) (pano de fio de aço inoxidável) pesando uma amostra de 10,0 gramas com arredondamento de 0,1 grama em um copo do misturador de Hamilton de 1 quarto de galão modelo No. 30, adicionando aproximadamente 170 mL de água destilada ou deionizada e agitando a pasta fluida por pelo menos 7 minutos. Transferir a mistura para a tela de malha 325; lavar o copo e adicionar lavagens na tela. Ajustar o jato de água para 20 psi (0,14 MPa) e jatear diretamente na tela por dois minutos. (A cabeça do jato deve ser mantida cerca de quatro a seis polegadas (101,6 a 152,4 milímetros) acima do pano da tela. Lavar o resíduo de um lado da tela e transferir lavando em um disco de evaporação usando água destilada ou deionizada de uma garrafa de lavagem. Deixar descansar por dois a três minutos e decantar a água limpa. Secar (forno por convecção @ 150°C ou em forno de infravermelho por aproximadamente 15 min.) resfriar e pesar o

resíduo em balança analítica.

Umidade ou Perda na Secagem (LOD) é a perda de peso da amostra de sílica medida a 105°C por 2 horas. Perda na ignição (LOI) é a perda de peso da amostra de sílica medida a 900°C por 2 horas (amostra precisamente pré-seca por 2 horas a 105°C).

Os valores de pH das misturas de reação (5 % em peso de pasta fluida) encontrados na presente invenção podem ser monitorados por qualquer eletrodo sensível ao pH convencional.

Para medir o brilho, materiais em pó finos prensados em uma pelota de superfície lisa foram avaliados usando um Technidyne Brightmeter S-5/BC. Este instrumento tem um sistema ótico de feixe duplo onde a amostra é iluminada em um ângulo de 45 °, e a luz refletida vista a 0 °. Isto está de acordo com os métodos de teste TAPPI T452 e T646, e padrão D985 da ASTM. Materiais em pó são prensados a cerca de uma pelota de 1 cm com pressão suficiente para dar uma superfície da pelota que é lisa e sem perda de partículas ou brilho.

Os valores de abrasão radioativa da dentina (RDA) dos dentifrícios contendo as composições de sílica usados nesta invenção são determinados de acordo com o método apresentado por Hefferen, Journal of Dental Res., julho-agosto 1976, 55 (4), pp. 563-573, e descrito nas patentes U.S. 4.340.583, 4.420.312 e 4.421.527 de Wason, cujas publicações e patentes estão aqui incorporadas pela referência.

A propriedade de limpeza das composições de dentifrício é tipicamente expressa em termos de valor de razão de limpeza de película ("PCR"). O teste PCR mede a capacidade de uma composição de dentifrício remover o filme de película de um dente em condições de escovação fixas. O teste PCR é descrito em "In Vitro Removal of Stain With Dentifrice" G. K. Stookey, et al., J. Dental Res., 61, 1236-9, 1982. Tanto resultados de PCR quanto RDA variam dependendo da natureza e concentração dos

componentes da composição de dentifrício. Os valores de PCR e RDA não têm unidades.

Modalidades Preferidas Da Invenção

Os materiais inventivos foram preparados formando seqüencialmente *(in situ)* um primeiro sílica gel (ou material tipo gel) e adicionando a ele quantidades suficientes de reagentes para formar um componente sílica precipitada presente simultaneamente com o gel inicialmente produzido (ou material tipo gel). A quantidade de gel é controlada pela quantidade de reagentes no primeiro estágio enquanto que a quantidade de sílica precipitada é controlada pela quantidade de reagentes no segundo estágio. A estrutura do produto final é controlada pela quantidade de gel primeiramente produzido com relação à quantidade de sílica precipitada, bem como parâmetros de reação, tais como temperatura, taxas, concentrações, pH, e assim em diante, da forma discutida em mais detalhe a anteriormente.

EXEMPLO

O exemplo inventivo inicialmente envolveu a condição de 8.140 litros de 6,0 % de silicato de sódio aos quais foram adicionados 11,4 % de ácido sulfúrico a uma taxa de 191,3 litros/minuto por 8 minutos a uma temperatura de 50°C em um reator. A pasta fluida contendo sílica gel resultante foi então aquecida até 93°C por 53 minutos daí em diante. Subseqüentemente, 13 minutos na etapa de aquecimento, fluxo de alto cisalhamento de 3.000 litros/minuto da pasta fluida do reator (gel) foi iniciado e continuou por todo o resto da produção do exemplo. Depois do final dos 53 minutos, 30 quilogramas de peso seco de ácido sulfúrico (243,8 litros) foram então adicionados à pasta fluida de gel. Daí em diante, adição simultânea de ácido sulfúrico e silicato de sódio foi iniciada com introdução de ambos no reator para iniciar a etapa de precipitação. O silicato de sódio de 16,21 % de concentração (a uma temperatura de 85°C) foi adicionado a 339 litros/minuto e ácido sulfúrico diluído (11,4 % de concentração) foi introduzido em 191,3

litros/minuto. O silicato foi adicionado por um período de 48 minutos. O ácido foi adicionado até que o pH da pasta fluida resultante caísse para 7,0. Neste ponto, o fluxo do ácido foi reduzido para 110 litros/minuto até que o pH foi entre 5,3 e 5,5, em cujo ponto a adição de ácido foi interrompida. A composição resultante digeriu naturalmente por mais 10 minutos a 93°C. A pasta fluida resultante foi então recuperada por filtração, lavada para uma concentração de sódio sulfate menor que cerca de 5 % (preferivelmente menor que 4 %, e acima de tudo preferivelmente abaixo de 2 %) determinada monitorando a condutividade do filtrado e então seca a jato para um nível de cerca de 5 % de umidade. O produto seco foi então moído para tamanho uniforme.

EXEMPLO COMPARATIVO

O mesmo método básico descrito anteriormente foi seguido, exceto que nenhuma condição de alto cisalhamento depois da formação de gel foi utilizada.

Certas propriedades dos materiais resultantes do exemplo e exemplo comparativo foram então medidas. A seguinte tabela mostra estes resultados:

TABELA 1

Propriedade do Material

Exemplo	Ex.	Comp.
% de umidade	3,4	4,1
% de LOI	2,9	2,8
% de resíduo de malha 325	0	0
5 % de pH	7,0	7,21
Brilho (Technidyne)	96	94,6
Tamanho de partícula médio, μm		
Tamanho de partícula mediano (Horiba)	9,64	9,35
Tamanho de partícula médio (Horiba)	10,95	10,64
Abrasão de Einlehner (mg de perda/100.000 rev.)	3,53	6,17
Absorção de óleo (cm^3/100 g)	105	99

Um brilho de pelo menos 95,5 é uma melhora significativa em relação ao tipo comparativo e é assim a extremidade inferir do nível de brilho dos materiais inventivos.

Formulações de dentifrício

Formulações de pasta de dente foram preparadas usando o exemplo e exemplo comparativo de sílica gel/ precipitada descrita anteriormente para demonstrar as capacidades sob demanda pronto para uso das composições inventivas sem medição adicional dos dois componentes para benefícios de proteção dental ideais.

Para preparar os dentifrícios, a glicerina, carboximetil celulose de sódio, polietileno glicol e sorbitol foram misturados juntos e agitados até que os ingredientes fossem dissolvidos para formar uma primeira mistura. A água deionizada, fluoreto de sódio, pirofosfato de tetra-sódio e sacarina sódica também foram misturados juntos e agitados até que estes ingredientes fossem dissolvidos para formar uma segunda mistura. Estas duas misturas foram então combinadas com agitação. Daí em diante, a cor opcional foi adicionada com agitação para obter uma "pré-mistura". A pré-mistura foi colocada em um misturador de Ross (Modelo 130 LDM) e espessante de sílica, abrasivo de sílica e dióxido de titânio foram misturados sem vácuo. Um vácuo de 30 polegadas (762 milímetros) foi aplicado e a mistura resultante foi agitada por aproximadamente 15 minutos. Finalmente, lauril sulfato de sódio e sabor foram adicionados e a mistura foi agitada por aproximadamente 5 minutos a uma velocidade de mistura reduzida. O dentifrício resultante foi transferido para tubos de pasta de dente de laminados plásticos e armazenado para teste futuro. As formulações de dentifrício são dadas na tabela 2 a seguir. A formulação de dentifrício utilizada foi considerada uma formulação de dentifrício de teste adequada para os propósitos de determinar as medidas de PCR e RDA para os abrasivos de limpeza

inventivos e comparativos.

TABELA 2

	Formulação do exemplo	Formulação comparativa
Glicerina (99.5 %), %	11	11
Sorbitol (70 %), %	40	40
água deionizada, %	20	20
CARBOWAR® 600[1], %	3	3
CEKOL® 500T CMC[2], %	1,2	1 2
Pirofosfato de tetrasódio	0,5	0,5
Sacarina sódica, %	0,2	0,2
Fluoreto de sódio, %	0,243	0,243
Espessante de sílica Zeodent® 165[3], %	1,5	1,5
Abrasivo do exemplo, %	20	
Abrasivo do exemplo comparativo, %		20
TiO_2, %	0,5	0,5
Lauril sulfato de sódio, %	1,2	12
Sabor, %	0,65	0,65

[1] Um polietileno glicol disponível da Dow Chemical Company, Midland, MI

[2] Um carboximetilcelulose disponível da CPKelco Oy, Arnhem, Holanda

[3] Um espessante de sílica amorfa, precipitada de estrutura alta disponível da J.M. Huber Corporation, Havre de Grace, MD

As formulações de dentifrício preparadas anteriormente foram avaliadas para as propriedades PCR e RDA de acordo com os métodos descritos anteriormente; as medições, bem como as razões PCR:RDA para cada formulação de dentifrício são fornecidas na tabela 3 a seguir.

TABELA 3

	Formulação do exemplo	Formulação comparativa
PCR	85	87
RDA	88	113
PCR/RDA	0,97	0,77

Os resultados mostraram capacidades de limpeza altamente efetivas com propriedades de abrasão da dentina relativamente baixas para ambos os exemplos, mas melhoria muito pronunciada no exemplo inventivo em termos de menor RDA com razão muito baixa de PCR/RDA. Uma razão de quase 1,0 é preferida; assim, acima de 0,8 é desejada, com acima de 0,85 mais preferida, acima de 0,90 ainda mais preferida e acima de 0,95 acima de tudo preferida.

Embora a invenção seja descrita e revelada com relação a certas modalidades e práticas preferidas, não se pretende de nenhuma maneira a limitar a invenção às modalidades específicas, ao contrário pretende-se cobrir equivalentemente estruturas equivalentes estruturais e todas as modalidades e modificações alternativas que podem ser definidas pelo escopo das reivindicações em anexo e equivalência destas.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir simultaneamente sílica géis e sílicas precipitadas, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas seqüenciais de:

a) misturar uma quantidade suficiente de um silicato alcalino e um agente acidulante juntos para formar uma composição de sílica gel;

b) subseqüente à formação da composição de sílica gel, tratar a composição resultante em condições de alto cisalhamento; e

c) simultaneamente introduzir na dita composição de sílica gel da etapa "b" uma quantidade suficiente de um silicato alcalino e um agente acidulante para formar uma sílica precipitada, produzindo assim uma combinação de sílica precipitada/sílica gel.

2. Combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ*, preparada de acordo com o método como definido na reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a quantidade de sílica gel presente nela é de 5 a 85 % em volume da combinação de sílica precipitada/gel total.

3. Combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ*, preparada de acordo com o método como definido na reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a dita combinação é na forma de partículas que apresentam uma faixa de tamanho de partícula mediano de 3 a 20 mícrons.

4. Dentifrício, caracterizado pelo fato de que compreende a combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ* como definida na reivindicação 2.

5. Dentifrício de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende um componente abrasivo diferente da dita combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ*.

6. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa "a" é realizada em uma temperatura entre cerca de 40 e 90°C.

7. Combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ* de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que a quantidade de sílica gel presente nela é de 5 a 85 % em volume da combinação de sílica precipitada/gel total.

8. Dentifrício, caracterizado pelo fato de que compreende a combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ* como definida na reivindicação 3.

9. Dentifrício de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende um componente abrasivo diferente da dita combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ*.

10. Combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ*, preparada de acordo com o método como definido na reivindicação 6, caracterizada pelo fato de que a quantidade de sílica gel presente nela é de 5 a 85 % em volume da combinação de sílica precipitada/gel total.

11. Dentifrício, caracterizado pelo fato de que compreende a combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ* como definida na reivindicação 10.

12. Dentifrício de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende um componente abrasivo diferente da dita combinação de sílica precipitada/gel produzida *in situ*.

RESUMO

"MÉTODO PARA PRODUZIR SIMULTANEAMENTE SÍLICA GÉIS E SÍLICAS PRECIPITADAS, COMBINAÇÃO DE SÍLICA PRECIPITADA/GEL, E, DENTIFRÍCIO"

São fornecidos materiais abrasivos inéditos que são composições geradas *in situ* de sílicas precipitadas e sílica géis. Tais composições apresentam propriedades de limpeza de filme de película benéficas diferentes e de forma particularmente simultânea altas e níveis moderados de abrasão da dentina. Um resultado como este, assim, proporciona ao usuário um dentifrício que efetivamente limpa superfícies do dente sem abradar prejudicialmente tais superfícies. Além disso, os materiais abrasivos produzidos também apresentam propriedades de clareamento muito altas e desejáveis que permitem fácil incorporação e utilização em dentifrícios com propósitos estéticos. Está englobado nesta invenção um método inédito para preparar tais materiais compósitos de sílica precipitada/gel com um propósito como este, particularmente em condições de alto cisalhamento, bem como os diferentes materiais nas faixas de estrutura descritas anteriormente e dentifrícios compreendendo estas.