*PI01133349*
*PI01133349*

**REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL**
MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA E COMÉRCIO EXTERIOR
**INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL**

# CARTA PATENTE Nº PI 0113334-9

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 0113334-9

(22) Data do Depósito: 25/07/2001

(43) Data da Publicação do Pedido: 28/02/2002

(51) Classificação Internacional: A61K 8/25; A61Q 11/00

(52) Classificação CPC: A61K 8/25; A61Q 11/00

(30) Prioridade Unionista: 18/08/2000 US 09/641639

(54) Título: PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DENTIFRÍCIA, E, COMPOSIÇÃO DENTIFRÍCIA

(73) Titular: J.M. HUBER CORPORATION, Companhia Norte Americana. Endereço: 3100 Cumberland Blvd., Suite 600, Atlanta, Georgia, GA 30339, USA., Estados Unidos da América (US).

(72) Inventor: MICHEL J. MARTIN; PATRICK D. MCGILL; DONALD M. GURY; YUNG-HUI HUANG; MINAS R. APELIAN

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 16/06/2015, observadas as condições legais.

Expedida em: 16 de Junho de 2015.

Assinado digitalmente por:
**Júlio César Castelo Branco Reis Moreira**
Diretor de Patentes

"PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DENTIFRÍCIA, E, COMPOSIÇÃO DENTIFRÍCIA"

## Campo da Invenção

Esta invenção diz respeito a processos de fabricar composições dentifrícias e aos produtos resultantes.

## Descrição da Técnica Relacionada

Composições dentifrícias convencionais tipicamente incluem uma substância abrasiva de modo a remover vários depósitos, incluindo filme de película, da superfície dos dentes. O filme de película é firmemente aderido e freqüentemente contém pigmentos marrons ou amarelos que comunicam uma aparência feia aos dentes. Embora a limpeza seja importante, o abrasivo não deve ser tão agressivo de modo a danificar o dente. Idealmente, um material abrasivo dentifrício eficaz maximiza a remoção do filme de película enquanto causa abrasão e dano mínimos aos tecidos duros do dente. Conseqüentemente, entre outras coisas, o desempenho dos dentifrícios é altamente sensível ao ingrediente de agente de polimento abrasivo. Convencionalmente, o material de polimento abrasivo foi introduzido na forma de pó seco fluidificável às composições dentifrícias ou pelas re-dispersões das formas de pó seco fluidificável do agente de polimento preparado antes ou no momento da formulação dos dentifrícios.

Vários agentes de polimento insolúveis em água, abrasivos foram usados ou descritos para composições dentifrícias. Estes agentes de polimento abrasivos incluem materiais particulados abrasivos naturais e sintéticos. Os agentes de polimento abrasivos sintéticos conhecidos no geral incluem sílicas precipitadas amorfas e géis de sílica e carbonato de cálcio precipitado (PCC). Outros agentes de polimento abrasivos para dentifrícios incluem giz, carbonato de magnésio, fosfato de dicálcio e as suas formas de diidrato, pirofosfato de cálcio, silicato de zircônio, metafosfato de potássio, ortofosfato de magnésio, fosfato de tricálcio e outros.

As sílicas precipitadas sinteticamente produzidas, em particular,

foram usadas como componentes abrasivos em formulações dentifrícias devido à sua capacidade de limpeza, segurança relativa e compatibilidade com ingredientes dentifrícios típicos, tais como umectantes, agentes espessadores, agentes flavorizantes, agentes anticáries e assim por diante. Como conhecido, as sílicas precipitadas sintéticas são no geral produzidas pela desestabilização e precipitação da sílica amorfa a partir do silicato alcalino solúvel pela adição de um ácido mineral e/ou gases ácidos sob condições em que as partículas primárias inicialmente formadas tendem a se associarem umas com as outras para formar uma pluralidade de aglomerados (isto é, cachos separados de partículas primárias), mas sem agregação em uma estrutura de gel tridimensional. O precipitado resultante é separado da fração aquosa da mistura de reação pelos procedimentos de filtração, lavagem e secagem e depois o produto seco é mecanicamente pulverizado de modo a fornecer um tamanho de partícula e distribuição de tamanhos adequados.

Os procedimentos de secagem da sílica são convencionalmente realizados usando secagem por pulverização, secagem de bocal (por exemplo, torre ou fonte), secagem por volatilização, secagem por roda giratória, secagem em estufa/leito fluídico e outros, que freqüentemente requerem gastos consideráveis com equipamento e custos operacionais. Um resultado similar está associado com outros agentes de polimento sinteticamente derivados, tais como PCC.

Adicionalmente, agentes de polimento abrasivos convencionais destinados para formulações dentifrícias requerem pulverização de modo a reduzir o tamanho da partícula do produto de sílica precipitada desidratada até um tamanho que não dê a impressão de arenoso na boca de um usuário do dentifrício, enquanto, por outro lado, não seja tão pequeno de modo que falte ação de polimento suficiente. Isto é, na prática convencional, o tamanho médio da partícula de sílica no reator formada pela acidulação de um silicato metálico é muito grande para aplicações dentifrícias e outras. Para pulverizar particulados de

sílica secos, foram usados equipamentos de trituração e moagem, tais como um moinho de martelo ou pêndulo usado em uma ou em passadas múltiplas e a trituração fina foi realizada, por exemplo, por moinho de energia fluídica ou a jato de ar. Estas operações de pulverização a seco adicionais acarretam custo adicional e tempo de processo. Além disso, o equipamento de trituração e moagem a seco e os processos convencionais tendem a introduzir impurezas na sílica o que pode diminuir o brilho, isto é, causa "acinzentamento", da formulação que por último incorpora a sílica seca moída.

A patente norte-americana US 3.506.757 concedida a Salzmann descreve dentifrícios líquidos que compreendem materiais abrasivos particulados, estavelmente colocados em suspensão em um veículo líquido aquoso com o auxílio de uma goma de polissacarídeo como agente de suspensão. Similarmente, o pedido internacional publicado como WO 97/46485 descreve a sílica tendo um tamanho médio de partícula no geral na faixa de 12 a 30 μm, fornecida na forma de uma suspensão, que pode ser estabilizada usando um hidrocolóide, particularmente denominado polissacarídeos tais como goma xantana, goma guar e éteres de celulose solúveis em água. A patente norte-americana US 5.310.543 descreve dentifrícios líquidos contendo agentes limpadores silicosos particulados estavelmente colocados em suspensão em um meio líquido com o auxílio de uma goma de polissacarídeo e usando um meio líquido especificado como sendo substancialmente isento de umectantes do tipo poliol de modo a obter propriedades reológicas satisfatórias.

Entre outras coisas, pode ser desejado que as composições dentifrícias contendo partículas abrasivas apropriadamente classificadas possam ser preparadas como parte de um fluxo de processo contínuo e sem a necessidade para procedimentos de secagem e moagem/pulverização a seco caros que são feitos no componente abrasivo do dentifrício.

## Descrição da Invenção

Os acima e outros objetivos, vantagens e benefícios são obtidos

pela presente invenção que é direcionada a composições dentifrícias fabricadas com um ingrediente de composição abrasiva compreendido de agentes de polimento abrasivos insolúveis em água colocados em suspensão em um meio líquido com base em umectante. As composições dentifrícias têm atributos únicos, tais como brilho TAPPI realçado comunicado ao componente abrasivo quando processado para incorporação no dentifrício.

Em uma forma de realização, a invenção diz respeito a um processo para fabricar composições dentifrícias por um processo contínuo, integrado sem a necessidade para realizar procedimentos de desidratação nos ingredientes do dentifrício antes da formulação do dentifrício. Em particular, o componente abrasivo usado como uma matéria prima na fabricação do dentifrício de acordo com esta invenção é convenientemente e eficaz em custo fornecido como uma lama estável, bombeável de sílica, nunca secada, dispersando-se o bolo de sílica filtrado obtido diretamente do reator de precipitação em um umectante. Em particular, os custos de capital e energia são economizados pela eliminação das operações de secagem-desidratação no processamento do componente abrasivo de sílica usado na fabricação de uma composição dentifrícia de acordo com esta invenção. Além disso, as exigências de pulverização para o conteúdo de partícula abrasiva dos dentifrícios da invenção são reduzidas, se não completamente eliminadas em alguns casos, pelo desempenho eficaz de pulverização concorrente com a síntese do material abrasivo a ser usado no dentifrício em um sistema de reator comum na prática desta invenção. O produto particulado abrasivo insolúvel em água da reação é fornecido com o tamanho da partícula requerido adaptado para composições de limpeza oral para eliminar a necessidade para secagem e pulverização dos sólidos de sílica secos depois da filtração. Embora não se deseje estar ligado a qualquer teoria em particular neste momento, são postulados que as propriedades reológicas das composições abrasivas usadas na fabricação de dentifrícios de acordo com esta invenção são superiores, pelo menos em parte, devido ao fato de evitar a aglomeração das

partículas de outro modo incorrido pelas partículas de sílica durante procedimentos de secagem de partícula de sílica convencionais. Ao contrário, as composições dentifrícias fabricadas de acordo com esta invenção contêm partículas de sílica que retêm ou essencialmente retêm a estrutura e a química originais da sílica de reator e evita mudanças no tipo e densidade do grupo hidroxila de superfície. A este respeito, as partículas abrasivas não secadas usadas nos dentifrícios fabricados de acordo com esta invenção mostram valores de brilho TAPPI melhorados quando comparadas com as partículas abrasivas derivadas de processamento que envolve secagem e pulverização a seco das partículas abrasivas. A "Secagem" das partículas de sílica, para os propósitos neste, significa que as partículas de sílica foram desidratadas a um grau que no geral um pó fluidificável seco resulta conforme o teor de água é reduzido abaixo de cerca de 10% em peso. Assim, as partículas abrasivas "secadas" ou "secas" foram submetidas a tal secagem, como definido acima. Também, "pulverização a seco", significa moagem ou outro atrito mecânico realizado nas partículas abrasivas secas. As partículas abrasivas usadas nos dentifrícios fabricados de acordo com esta invenção não são secadas nem pulverizadas a seco. Também, o umectante usado como um carregador para liberar o ingrediente de partícula abrasiva a uma formulação dentifrícia sob preparação pode ser adaptado para as exigências de umectante do dentifrício por si.

## Breve Descrição dos Desenhos

A figura 1 é um mapa de fluxo do processo de um esquema de processo para produzir uma composição dentifrícia de acordo com esta invenção.

A figura 2 é um diagramático de um esquema de sistema de reator usado na produção de um componente de composição abrasiva usada na fabricação de uma composição dentifrícia de acordo com esta invenção.

## Melhor Modo de Realizar a Invenção

As composições dentifrícias fabricadas de acordo com esta invenção usam combinações abrasivas que são suspensões ou lamas abrasivas

altamente estáveis portáveis, armazenáveis, prontas para o uso, que podem ser facilmente formuladas conforme a necessidade com outros ingredientes para preparar composições de limpeza oral tendo uma eficácia de limpeza alta sem causar abrasão indevida nos tecidos do dente. Os processos de fabricar composições dentifrícias de acordo com esta invenção são descritos em mais detalhes abaixo.

Referindo-se à figura 1, um esquema de processamento generalizado 100 é ilustrado para fabricar uma composição dentifrícia de acordo com esta invenção.

Na primeira etapa do esquema de processamento 100, uma reação de acidulação é realizada para precipitar a sílica. A reação de acidulação inicial é realizada em um sistema de reação 10 equipado com equipamento de aquecimento adequado. No geral, as sílicas precipitadas fabricadas na etapa 10 podem ser preparadas por um processo de acidulação em água fresca ou solução de eletrólito, em que a sílica é precipitada pela reação de um silicato de metal alcalino e um ácido mineral em solução aquosa. No processo em água fresca, nenhum eletrólito tal como alúmen, $Na_2SO_4$ ou NaCl, está presente durante a reação de acidulação.

Como mostrado em mais detalhes na figura 2, um sistema de reator 10' é mostrado usado para implementar a etapa 10 na figura 1. Como ilustrado, uma porção da solução de silicato de sódio 21 é carregada a um recipiente ou câmara reatora 20 incluindo meios agitadores (não mostrado) para fornecer agitação aos conteúdos do recipiente 27. Preferivelmente, cerca de 0% a 30% da quantidade estequiométrica total da solução de silicato de sódio são colocados no recipiente reator 20 para servir como núcleos de iniciação para a sílica. A solução aquosa de silicato de sódio no recipiente 20 é depois pré-aquecido a uma temperatura na faixa de cerca de 60 a 100°C, mais preferivelmente de cerca de 80 a 95°C. Antes da introdução no recipiente reator 20, o silicato de sódio remanescente é preferivelmente pré-aquecido a uma temperatura de cerca de 70 a 95°C. Uma solução ácida é preferivelmente pré-

aquecida a cerca de 30 a 35°C.

Embora o silicato de sódio seja ilustrado, deve ser entendido que qualquer silicato de metal alcalino adequado pode ser usado. O termo "silicato de metal alcalino" inclui todas as formas convencionais de silicatos alcalinos, como por exemplo, silicatos, dissilicatos metálicos e outros. Os silicatos de potássio e silicatos de sódio solúveis em água são particularmente vantajosos com o último sendo preferido. Deve ser levado em consideração que a relação em mol do silicato alcalino, isto é, a relação de sílica para metal alcalino, contribui, dependendo de outros parâmetros de reação, para o tamanho de poro médio dos produtos de sílica. No geral, os produtos de sílica aceitáveis desta invenção podem ser fabricados com relações molares de silicato ($SiO_2$:$Na_2O$) variando de cerca de 1,0 a 3,5 e preferivelmente de cerca de 2,4 a cerca de 3,4. A solução de silicato alcalino fornecida ao vaso reator 20 durante as várias etapas de processamento no processo da invenção, como descrito em outro lugar neste, no geral pode conter entre cerca de 8 a 35% e mais preferivelmente entre cerca de 8,0% e 15,0%, em peso de silicato de metal alcalino com base no peso total da solução de silicato de metal alcalino. De modo a reduzir a concentração de silicato alcalino de uma solução fonte de silicato alcalino para a faixa desejada indicada acima, a água de diluição pode ser adicionada a uma solução fonte de silicato alcalino antes da solução de silicato ser alimentada no reator, ou, alternativamente, a água de diluição pode ser combinada *in situ* com a solução fonte de silicato alcalino no reator 20 com mistura por agitação para formular a concentração desejada de silicato na solução de silicato de metal alcalino.

O ácido ou agente acidulante, pode ser um ácido de Lewis ou ácido de Brönsted e preferivelmente é um ácido mineral forte tal como ácido sulfúrico, ácido clorídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico e assim por diante e mais preferivelmente ácido sulfúrico, adicionado como uma solução diluída deste (por exemplo, a uma concentração entre cerca de 6 a 35% em peso, mais tipicamente de cerca de 9,0 a 15,0% em peso).

Como mostrado na figura 2, o sistema de reator 10' também tem uma volta de recirculação 28 incluindo uma bomba 22, por exemplo uma bomba centrífuga e uma válvula manual 29 para o controle do fluxo e da razão de fluxo através da volta de recirculação 28. A bomba 22, quando ativada e quando a válvula 29 está aberta, bombeará continuamente uma porção dos conteúdos do reator 27 pela linha 23 para um meio misturador de alto cisalhamento em linha 24, por exemplo, um misturador de rotor/estator ou misturador Lightnin, que comunica alto cisalhamento aos conteúdos do reator que fluem através dele. Como uma conseqüência, o misturador em linha 24 serve eficazmente para reduzir o tamanho da partícula dos sólidos de sílica colocados em suspensão em um ambiente aquoso. Depois do tratamento de alto cisalhamento no misturador em linha 24, a suspensão de sílica condicionada é alimentada através da linha 26 e re-introduzida de volta no reator 20 onde ela re-ingressa na mistura de reação 27. O ácido alimentado 25 é preferivelmente introduzido no misturador em linha 24, embora, alternativamente, o ácido possa ser introduzido diretamente no recipiente reator 20. A solução de silicato de sódio pode ser carregada diretamente no recipiente reator 20 ou no misturador em linha 24 ou ambos.

Retornando agora ao debate geral do fluxo do processo, uma vez que a solução do reator 27 e os reagentes remanescentes atingiram as temperaturas desejadas, a válvula manual 29 na volta de recirculação 28 é ajustada a uma posição aberta. O misturador em linha 24 é ativado. Depois, a adição simultânea da solução remanescente de silicato de sódio e ácido é começada. Preferivelmente, o ácido é introduzido no misturador em linha 24. A solução de silicato de sódio e ácido são medidos no reator em um tempo de adição de cerca de 30 a 90 minutos. As taxas de adição dos reagentes dependem da relação em mol, do tempo de adição e da concentração do silicato e da concentração do ácido. No geral, 2 moles de sódio são neutralizados com um mol de ácido sulfúrico.

No final deste período de co-adição, a maior parte da sílica precipitou e a adição de silicato de sódio é interrompida. A adição do ácido é

continuada até que a lama do reator atinja o pH desejado. Uma vez que o pH da lama atinge cerca de 7,0, é preferível reduzir a razão de fluxo de ácido até que o pH da lama se aproxime do pH alvo, ponto no qual o fluxo de ácido pode ser interrompido e o ajuste manual usado para atingir o pH da lama alvo. O pH da lama preferido é de aproximadamente 4,0 a 7,0, mais preferivelmente entre 4,0 a 5,0 e o mais preferivelmente 4,6 ± 0,1. Nesta conjuntura, a sílica precipitou para fornecer uma mistura da sílica precipitada e o líquido de reação. Uma vez que o pH da lama desejado é atingido, a digestão começa e a temperatura de reação é elevada até aproximadamente 85 a 99°C e preferivelmente de 91 a 97°C e a digestão é continuada na temperatura elevada durante aproximadamente 5 a 60 minutos e preferivelmente durante aproximadamente 10 minutos. O ácido é adicionado durante a etapa de digestão até o grau necessário para manter um pH constante.

Um aspecto importante do esquema de processo da invenção reside no uso do misturador de alto cisalhamento em linha 24 para condicionar a massa de reação e as partículas de sílica nela durante pelo menos uma ou mais das etapas de precipitação, adição de ácido e de digestão descritas acima. Em uma forma de realização preferida, o misturador em linha é aplicado à lama que flui através da volta de recirculação no tempo em que a válvula manual 29 está aberta e a co-adição da solução de silicato e ácido iniciada até que a digestão esteja completa. Alternativamente, o misturador em linha 24 é aplicado à lama que está fluindo através da volta de recirculação 28 durante apenas uma parte do tempo de reação. Entretanto, de acordo com um objetivo desta invenção de reduzir as partículas de sílica sem a necessidade para os procedimentos de secagem e moagem seca, a quantidade de cisalhamento aplicado aos conteúdos de lama do reator deve ser suficiente para reduzir o tamanho médio de partícula (MPS) entre cerca de 1 a cerca de 30 μm, preferivelmente entre cerca de 1 e cerca de 25 μm e mais preferivelmente entre cerca de 3 e cerca de 10 μm.

Para se obter o tamanho de partícula do produto desejado no

estágio de reator do processo, a presente invenção no geral utiliza uma taxa de recirculação de aproximadamente 8% em volume a 22% em volume por minuto do volume dos conteúdos do recipiente de reação 20 através da volta de recirculação 28. A quantidade de cisalhamento também pode ser expressa em termos do número de vezes em que os conteúdos do reator inteiro (em litros (l)) são recirculados durante o tempo de reação (em minutos), incluindo através da precipitação, digestão e as etapas intermediárias. Para esta invenção, a taxa de cisalhamento mínima é 3,0 e preferivelmente é maior do que 4,5 e mais preferivelmente maior do que 9,0. Por exemplo, um fluxo de recirculação de 160 litros/minuto durante 60 minutos em um reator de 1000 litros produz uma taxa de cisalhamento, como aqui definido, de 9,6.

O misturador em linha 24 utilizado para comunicar o alto cisalhamento ao fluxo de recirculação 28 durante a reação preferivelmente é um misturador do tipo rotor/estator em linha. Os exemplos de misturadores de rotor/estator úteis incluem os misturadores Silverson em linha, tal como Silverson Modelo 450LS, fabricado pela Silverson Machines, Inc.; ou aqueles comercialmente disponíveis da IKA-Works Inc., Wilmington, North Carolina 28405 e da Charles Ross e Son Company, Hauppage, NY 11788, incluindo os Modelos ME-410/420X e 450X.

A construção básica de um misturador em linha do tipo rotor/estator de alto cisalhamento, por si mesmo, que é utilizável na prática desta invenção não é nova por si. Ela no geral inclui uma turbina reforçada consistindo de um rotor e um estator, onde o rotor é colocado em rotação de alta velocidade em torno de um eixo enquanto um estator estacionário circunferencialmente circunda o rotor. A rotação de alta velocidade das lâminas do rotor cria sucção que faz com que a lama a ser tratada seja sugada em uma área de entrada da montagem de rotor/estator. De lá, a lama passa através das fendas do rotor e é direcionada pelas forças centrífugas a uma abertura entre o estator e as extremidades das lâminas do rotor onde a lama é submetida a cisalhamento de

fluxo radial alto no intervalo. A lama é depois forçada através das fendas do estator sob cisalhamento hidráulico intenso para uma área de saída onde a lama cisalhada é canalizada para outro processamento. Lama fresca é continuamente puxada no rotor/estator conforme a lama cisalhada sai. Deste modo, os conteúdos do reator têm altas forças de cisalhamento aplicadas ao fluxo de recirculação 28.

Depois que a etapa de digestão é completada no sistema de reator 10' usado para implementar a etapa 1 na figura 1 e qualquer ajuste de pH subseqüente conduzido, o lote de reação é descarregado. Isto é, a massa de reação é filtrada e lavada na etapa 11 (figura 1). O filtro preferivelmente é um filtro de pressão, tal como um filtro de placa e armação, prensa filtro ou um filtro de lâmina de pressão. A massa de reação é filtrada e lavada com água para reduzir o nível de $Na_2SO_4$ a menos do que 5% e preferivelmente menos do que 2%, em peso de (por exemplo, 0,5 a 1,5%). O bolo úmido resultante contém cerca de 50% em peso de teor de sólidos, o equilíbrio é essencialmente todo água. O pH do bolo do filtro lavado pode ser ajustado, se necessário.

Na etapa 12 (figura 1), o bolo úmido lavado da etapa 12 é fluidizado com umectante. Um umectante e especialmente um umectante do tipo poliol, é misturado com o bolo do filtro úmido com mistura para fornecer uma suspensão ou lama de partículas abrasivas contendo o umectante. Preferivelmente, a mistura é feita em um misturador de alto cisalhamento, tal como pela adição do bolo úmido em um vaso misturador contendo a quantidade especificada de umectante e misturando depois os conteúdos até que a lama tenha um nível de resíduo de malha +325 de menos do que 1,5% (com base no peso de sílica seca). Os exemplos de misturadores úteis a este respeito são um misturador de alto cisalhamento Motoregler Dispermat CV e um dispersador Hockmeyer tipo Lab 2 da Hockmeyer Equipment Company.

Foi verificado que a adição de uma quantidade relativamente pequena de umectante de poliol ao bolo úmido com mistura suficiente para fluidizar o mesmo produz uma lama ou suspensão abrasiva que é reologicamente

estável e adequadamente resistente à sedimentação para evitar a necessidade de agentes de estabilização estranhos. Adicionalmente, o bolo úmido tratado e fluidizado com umectante de poliol também não experimenta re-aglomeração significante da sílica em tamanhos de partícula maiores.

Para realizar isto, o umectante é adicionado em uma quantidade de cerca de 3 a cerca de 80% em peso, preferivelmente de cerca de 5 a cerca de 60% em peso e mais preferivelmente de cerca de 20 a cerca de 50% em peso e pode ser menos do que cerca de 30% em peso (por exemplo, 3 a < 30% em peso), com base no peso do bolo do filtro úmido. Se a quantidade de umectante adicionada ao bolo úmido filtrado for muito baixa, a viscosidade do bolo permanece muito alta para permitir a sua fluidização em uma forma de lama, enquanto, por outro lado, se a quantidade de umectante for muito alta, a lama fluidizada tenderá a requerer quantidades grandes de preservantes para manter o controle da bio-carga com um aumento concomitante nos custos de material e pode conter mais umectante do que o utilizável em algumas formulações de pasta de dente. O umectante preferivelmente é um poliol, tal como glicerina, sorbitol, polietileno glicol, polipropileno glicol, hidrolisado de amido hidrogenado, xilitol, lactitol e xarope de milho hidrogenado, usado sozinho ou como misturas destes. A glicerina e o sorbitol são preferidos, como individualmente usados ou em combinações. A glicerina é facilmente obtenível em soluções a 99,5% em peso, enquanto o sorbitol é freqüentemente disponível no comércio como uma solução aquosa a 70% em peso de sólidos. Funcionalmente, o termo umectante é costumeiramente entendido como se referindo a um composto que facilita e garante a retenção da umidade pelas composições que incorporam o mesmo de modo a impedir a secagem da composição na(s) sua(s) exposição(ões) ao ar.

O meio líquido no qual o bolo úmido de sílica é fluidizado será constituído tanto pela água ou parte aquosa do bolo úmido filtrado quanto pelo aditivo umectante. Como mencionado acima, o próprio umectante pode ser introduzido com teor de água relativamente baixo (por exemplo, cerca de 30% em

peso ou menos no caso do uso de soluções de sorbitol a 70% em peso de sólidos comercialmente disponível e menos do que cerca de 0,5% em peso para o uso de glicerina comercialmente disponível). Entretanto, será avaliado que a água retida no próprio bolo do filtro contribui para o fluido de fluidização, como um todo, que agrega caráter aquoso ao meio líquido global no qual as partículas de sílica são colocadas em suspensão.

A lama abrasiva resultante fabricada de acordo com esta invenção pela etapa 12 na figura 1 tem uma viscosidade variando de cerca de 100 cP a 700.000 cP, como medida a 25°C medida em um Viscosímetro Brookfield ½ RVDV II com um fuso T-F, rpm = 5,0 em uma plataforma Helipath e uma taxa de sedimentação de sólidos de menos do que 30% em peso depois de três semanas de armazenagem a cerca de 25°C.

A verificação de que a adição de quantidades de umectante de poliol de cerca de 3% em peso a 80% em peso às suspensões de sílica precipitada fina pode produzir suspensões abrasivas reologicamente estáveis e resistentes à sedimentação, que podem ser usadas por si ou usada como aditivos em outras composições, é considerada surpreendente. Assim, a composição abrasiva fornecida neste estágio do processamento é estável e apropriadamente classificada na partícula de modo a ser portável, armazenável e usada conforme a necessidade como um aditivo de componente múltiplo pronto para o uso para composições dentifrícias. Isto é, o produto de suspensão abrasiva da etapa 12 é depois usado na formulação de um dentifrício como indicado na etapa 13 da figura 1. As partículas abrasivas são dispersas e distribuídas substancial e uniformemente por toda a composição de lama da invenção.

Os estudos experimentais aqui relatados também indicaram que a presença adicionada de aglutinante de polissacarídeo, tal como celulose carboximetílica sódica (CMC), na suspensão abrasiva tendo a quantidade pequena de umectante, teve um efeito deletério na medida em que as propriedades de sedimentação da lama. Os aglutinante de polissacarídeos incluem éteres de

celulose solúveis em água, goma guar e goma xantana e assim por diante e estes material aglutinantes não são necessários para estabilizar reologicamente e fornecer propriedade formadora de viscosidade adequada nas composições abrasivas da presente invenção.

A suspensão abrasiva resultante compreende cerca de 10 a cerca de 60% em peso de partículas abrasivas, de cerca de 3 a cerca de 80% em peso de umectante e de cerca de 5 a cerca de 50% em peso de água (preferivelmente de cerca de 5 a cerca de 30% em peso água). Preferivelmente, nenhum aglutinante de polissacarídeo está presente nas composições abrasivas da invenção ou apenas quantidades minúsculas no máximo, viz., menos do que 0,20% em peso de polissacarídeo e mais preferivelmente menos do que 0,05% em peso de polissacarídeo está presente, se não de modo algum (isto é, 0% em peso de polissacarídeo é mais preferido), na composição abrasiva. Quando a composição abrasiva é por último combinada com outros materiais requeridos, por exemplo, espessadores, veículo líquido, compostos de fluoreto, agentes de controle do tártaro e assim por diante, para formar um dentifrício ou outra composição de limpeza oral, foi observado que o aglutinante pode ser então combinado com a composição abrasiva e os outros ingredientes dentifrícios, tais como os espessadores e veículo líquido, sem impacto adverso nas propriedades reológicas ou de sedimentação da sílica.

Um preservante, que é um agente antimicrobiano (isto é, um agente antibacteriano e/ou antifúngico), opcionalmente pode ser adicionado à sílica precipitada fluidizada com mistura concorrente ou imediatamente depois, com o processo de fluidização na etapa 12 usando o umectante de poliol. O preservante a este respeito pode ser selecionado, por exemplo, do grupo que consiste de benzoato de sódio, pirofosfato de tetrassódio, propil-p-hidróxi-benzoato e metil-p-hidróxi-benzoato (metil parabeno). As quantidades eficazes do preservante que se verificou impedir adequadamente o desenvolvimento bacteriano e fúngico são menos do que cerca de 0,5% em peso com base no peso

da pasta de dente acabada. O preservante, como usado nestas quantidades, não impacta as propriedades reológicas vantajosas da composição abrasiva.

Um aspecto importante desta invenção é que a suspensão aquosa de partículas abrasivas fornecida pela etapa 12 pode ser continuamente mantida a um teor de líquido total de pelo menos 20% em peso até que uma etapa adicional de incorporar a suspensão aquosa de partículas abrasivas em uma composição dentifrícia ou outra composição de limpeza oral sem a necessidade de secar a sílica ou executar a moagem seca. Embora não se deseje estar ligado a qualquer teoria em particular neste momento, é postulado que os processos de secagem e de moagem seca impactam a aglomeração e o tipo e a densidade da hidroxila de superfície da partículas de sílica de modos não prognosticáveis ou mesmo adversos. A presente invenção evita estes impactos de secagem e moagem seca. A presente invenção também evita os efeitos adversos do equipamento e processos de trituração e moagem seca convencionais que podem tender a introduzir impurezas na sílica que pode diminuir o brilho, isto é, causar "acinzentamento", de uma formulação que por último incorpora a sílica seca moída.

Opcionalmente e referindo-se à figura 1, se um tamanho de partícula muito pequeno é desejado ou se o alto cisalhamento realizado na etapa 10 é truncado por qualquer razão, a invenção permite a moagem úmida, por exemplo a moagem de pérola úmida, da suspensão aquosa das partículas abrasivas na etapa 14 depois de introduzir o umectante e antes da suspensão aquosa de partículas abrasivas ser incorporada em uma composição dentifrícia. Também, a moagem de pérola da lama na etapa 14 pode ser seguida pelo peneiramento da lama na etapa 16 para remover os tamanhos de partícula maior do que a malha 325 (45 μm), que, na prática desta invenção estão consistentemente abaixo de 1;5% em peso em quantidade. Alternativamente, a etapa de peneiramento 16 pode ser realizada em lugar da etapa de moagem em pérola para remover os tamanhos de partícula maior do que malha 325.

As sílicas fornecidas nas composições abrasivas ilustradas acima

são preferivelmente caracterizadas como sílicas amorfas hidratadas sintéticas, conhecidas como dióxidos de silício ou $SiO_2$. Estas sílicas precipitadas podem ser caracterizadas como sílicas sintéticas de estrutura muito baixa à média de acordo com as definições apresentadas em J. Soc. Cosmet. Chem., 29, 497 a 521 (agosto de 1978) e Pigment Handbook: Volume 1, Properties and Economics, 2ª ed., John Wiley & Sons, 1988, p. 139 a 159.

Além das metodologias da etapa 10 descritas acima de precipitar as sílicas amorfas sintéticas, a preparação das sílicas não é necessariamente limitada a elas e também pode ser no geral realizada de acordo com as metodologias descritas, por exemplo, nas patentes US 3.893.840, US 3.988.162, US 4.067.746, US 4.340.583 e US 5.225.177, todas as quais são aqui incorporadas por referência, contanto que tais processos sejam apropriadamente modificados para incorporar a recirculação e o tratamento de alto cisalhamento usados na etapa 10. Como será avaliado por uma pessoa habilitada na técnica, os parâmetros de reação que afetam as características da sílica precipitada resultante incluem: a razão e o tempo nos quais os vários reagentes são adicionados; os níveis de concentração dos vários reagentes; o pH da reação; a temperatura de reação; e/ou a razão na qual quaisquer eletrólitos são adicionados.

Também, o sistema de reator 10' (figura 2) pode ser reconfigurado em diversos esquemas alternativos para o esquema da volta de recirculação descrito acima e a maneira de operação para fornecer os tamanhos de partícula menores nas lamas do reator. Por exemplo, ao invés de ser introduzido no misturador de alto cisalhamento na volta de recirculação em linha 28, o ácido 25 ao invés pode ser introduzido diretamente no vaso reator 27. Os presentes investigadores observaram que os tamanhos das partículas do produto sólido precipitado no reator são relativamente menores, embora ainda dentro das faixas aqui descritas (isto é, entre cerca de 1 a cerca de 30 μm), onde o ácido é introduzido no misturador de cisalhamento em linha como mostrado na figura 2 *versus* o que é introduzido diretamente no vaso de reação, todas as outras coisas

iguais. Também, a volta de recirculação 28 ao invés pode ser usada com um misturador de linha estático na volta de recirculação 28. Alternativamente, ao invés de usar a volta de recirculação 28 equipada com um misturador de alto cisalhamento, um agitador de reator de turbina de alto cisalhamento pode ser disposto diretamente dentro do vaso reator 20 para misturar os materiais da reação de precipitação brutos e a lama 27. Para este cenário, os materiais da reação de precipitação brutos podem ser introduzidos próximo ao agitador de reator de alto cisalhamento, por exemplo, no fundo do reator. Alternativamente, para a adição direta ao reator, o ácido pode ser disperso através de um eixo agitador e fora da ponta da lâmina agitadora disposto na mistura de reação 27 no vaso reator 20 para reagir com o silicato de sódio e a lama de reação remanescente e este cenário pode ser usado no sistema de reator com ou sem a volta de recirculação 28 descrita acima. Também, os materiais reagentes da precipitação bruta podem ser introduzidos na lama de reação no reator por intermédio de uma bomba de alta pressão e arranjo de bocal. Também, a ação de alto cisalhamento pode ser aplicada inicialmente aos materiais reagentes da precipitação bruta em um vaso de mistura pequeno separado onde o alto cisalhamento é aplicado através de um misturador do tipo *cowles*, onde a mistura de reação transborda então no vaso reator principal usando agitação de alto cisalhamento à normal.

As sílicas precipitadas usadas nas composições abrasivas desta invenção no geral têm as seguintes propriedades:

Valores de dureza de Einlehner a 10% de latão na faixa entre 0,5 e 30, um valor BET de 20 a 250 $m^2/g$, absorções de óleo de linhaça entre cerca de 40 a cerca de 200 cc/100 g, valores RDA (Abrasão Radioativa de Dentina) entre cerca de 30 a cerca de 200 e valores PCR (Relação de Limpeza de Película) de 50 a 200. Entretanto, deve-se ter me mente que um tamanho de partícula médio de 3 a 15 μm para a sílica é obtido no reator na presente invenção pelo tratamento de volta de recirculação 28 aqui debatido, sem a necessidade de incluir os procedimentos de secagem e moagem/ pulverização secas pós-reator e o

equipamento relacionado.

Embora as sílicas tenham sido aqui ilustradas como o componente de agente de polimento abrasivo fornecido nas composições abrasivas que são produzidas por esta invenção, será entendido que os princípios da presente invenção também são considerados aplicáveis às suspensões ou lamas de outras partículas abrasivas insolúveis em água que possam ser sintetizadas em um reator, pelo menos na medida em que o efeito estabilizador de combinar uma suspensão aquosa das partículas abrasivas com menos do que cerca de 80% em peso a quantidade de umectante e o nível de umectante pode ser ainda menor do que 30% em peso, sem a necessidade para quaisquer etapas de secagem ou moagem seca intermediárias. Outras de tais partículas insolúveis em água incluem, por exemplo, carbonato de cálcio precipitado (PCC), fosfato de dicálcio diidratado, sílica gel e pirofosfato de cálcio. Outras partículas abrasivas sintéticas, tais como PCC, podem ser sintetizadas modificando-se um reator de PCC de outro modo convencional para incluir o uso de uma volta de recirculação/misturador de alto cisalhamento em linha 28 como aqui descrito, para fornecer um tamanho de partícula da lama do reator pequeno o bastante para eliminar a necessidade para os procedimentos de pós-secagem e pulverização a seco.

Opcionalmente, na etapa de fluidização 12 (figura 2), agentes de polimento particulados solúveis em água diferentes, tais como carbonato de cálcio precipitado, fosfato de dicálcio diidratado, pirofosfato de cálcio, alumina hidratada, metafosfato de sódio insolúvel, metafosfato de potássio insolúvel, carbonato de magnésio insolúvel, silicato de zircônio, silicato de alumínio, e/ou gel de sílica e assim por diante, podem ser introduzidos durante o procedimento de formação da lama de sílica precipitada da etapa 12 adaptar as características de polimento da lama, se desejado.

Em qualquer evento, a suspensão abrasiva acabada ou lamas em qualquer das etapas 12, 14 ou 16 indicadas na figura 1 podem ser então conduzidas por meio de canos, carregadas para transporte ou armazenadas, até que

necessárias para uso posterior, na preparação de dentifrícios ou outras composições de limpeza oral. A este respeito, a suspensão aquosa de partículas abrasivas tipicamente serão combinadas com pelo menos um de água adicional, umectante adicional como necessário, um aglutinante, um composto que forneça o íon fluoreto, um agente flavorizante, um agente corante, um agente branqueador, um preservante, um composto antiplaca, um agente espumante e um agente antimicrobiano.

Os exemplos de uso destes ingredientes dentifrícios opcionais estão descritos neste e/ou, por exemplo, nas patentes US Re29.634, US 5.676.932, US 6.074.629 e US 5.658.553 e nas outras patentes aqui já citadas, todas sendo aqui incorporadas por referência. Estes ingredientes opcionais, se usados, podem ser usados em níveis que são costumeiramente observados em formulações dentifrícias.

O componente de sílica precipitada do produto de suspensão de sílica descrito acima (produto da etapa 12 na figura 1), quando incorporado nas composições dentifrícias (etapa 13, 15 ou 17), está presente em um nível de cerca de 10% a cerca de 50% em peso, mais preferivelmente de cerca de 10% a cerca de 35% em peso, quando o dentifrício é uma pasta de dente. O dentifrício ou formulação de limpeza oral globais que incorporam as composições abrasivas desta invenção convenientemente podem compreender os seguintes ingredientes possíveis e suas quantidades relativas (todas as quantidades em% em peso):

Formulação Dentifrícia:

| Ingrediente | Quantidade |
|---|---|
| Veículo líquido: | |
| umectante(s) (total) | 5 a 70 |
| água desionizada | 5 a 70 |
| aglutinante(s) | 0,5 a 2,0 |
| agente anticáries | 0,1 a 2,0 |
| agente(s) quelador(es) | 0,4 a 10 |

| | |
|---|---|
| espessador de sílica* | 3 a 15 |
| tensoativo(s) aniônico(s) | 0,5 a 2,5 |
| abrasivo | 10 a 50 |
| agente adoçante | < 1,0 |
| agentes corantes | < 1,0 |
| agente flavorizante | < 5,0 |
| preservante | < 0,5 |

Os espessadores de sílica úteis incluem, por exemplo, uma sílica precipitada amorfa tal como sílica Zeodent® 165. Outros espessadores de sílica preferidos são as sílicas Zeodent® 163 e Zeofree® 153, todas disponíveis da J. M. Huber Corporation, Havre de Grace Maryland, U.S.A.

## EXEMPLOS

Os seguintes exemplos são apresentados para ilustrar a invenção, mas a invenção não deve ser considerada como limitada por eles. Nos exemplos seguintes, as partes são em peso a menos que de outro modo indicado.

## EXEMPLO 1

De modo a estimar as qualidades reológicas e de sedimentação de componentes de composições abrasivas dos dentifrícios da invenção fabricados de acordo com a invenção *versus* as composições abrasivas comparativas derivadas de sílicas secadas e moídas secas, as sílicas foram primeiro preparadas como segue.

Preparação de bolo úmido de sílica:

Bolo úmido de sílica 1 (WC1):

24,8 litros de silicato de sódio (13,3% de $Na_2O$, relação em mol de 2,65 de $SiO_2$:$Na_2O$; peso específico de 1,123) foram adicionados a um reator de aço inoxidável de 1000 litros encamisado para aquecimento com vapor. Um agitador Lightnin A200 que foi colocado dentro do reator foi ajustado a 120 rpm. O sistema de reator também foi fornecido com uma volta de recirculação externa incluindo uma bomba centrífuga Labour ASME B73.1 (Sterling Fluid Systems),

uma válvula de controle da taxa de fluxo manual e um misturador em linha Silverson 450 LS, com a entrada para a volta estabelecida no fundo do vaso e o retorno estabelecido próximo ao topo do vaso e tubulação apropriada fornecida entre estes componentes. O meio de reação foi pré-aquecido a 83°C e esta temperatura foi mantida durante a duração da reação. A recirculação foi iniciada para se obter uma taxa de fluxo de recirculação de 108 litros/minuto, com o misturador de Silverson ativado e ajustado a 60 Hz. A válvula manual no sistema de recirculação foi ajustada completamente aberta. Depois, o fluxo simultâneo de ácido e silicato para o sistema de reator foi iniciado e continuado durante um dado período de tempo. O silicato de sódio diluído, pré-aquecido a 83°C, da mesma concentração/composição descritas acima foi introduzido no vaso reator a 13,00 litros/minuto (LPM), enquanto ao mesmo tempo, um ácido sulfúrico diluído (11,4% em peso, SG = 1,079, 39°C) foi introduzido a 3,56 LPM (o ácido iniciou lentamente 1 LPM) no misturador Silverson. O fluxo de silicato foi descontinuado depois de 47 minutos da co-adição. O fluxo de ácido foi continuado a 3,56 LPM até que o pH do lote caiu para 7,0. Em um pH de lote de 7,0, o fluxo de ácido foi reduzido para 1,5 LPM e a adição de ácido continuada até que o pH aproximou-se de 4,6, tempo no qual o fluxo de ácido foi fechado para 4,6 e foi depois manualmente ajustado a um pH alvo de 4,6 ± 0,1. O lote foi depois digerido a 93°C durante 10 minutos, com o pH ajustado de volta na direção de 4,6 como necessário por toda a digestão. Depois da digestão, o pH foi manualmente ajustado para pH 4,6 ± 0,1. O tamanho médio de partícula da sílica do reator (MPS) foi determinado para uma amostra pequena da sílica removida para este propósito depois que a digestão foi completada. O tamanho médio de partícula foi de 7,76 μm. Depois que a digestão foi completada, o lote foi descarregado e depois filtrado em um filtro de placa e armação e depois lavado para remover a maior parte (até < 2,0% em peso) do subproduto da reação (sulfato de sódio). O lote foi filtrado usando uma pressão de enchimento = 5,51 bar, uma pressão de água = 1,38 a 1,72 bar, sopro de ar = 5,51 bar (sopro de ar até que a água pare de

sair da prensa). Três ou quatro armações de bolo úmido foram coletadas para serem usadas para a fluidização com umectante subseqüente ou secagem por pulverização/moagem, os caminhos de processo a serem comparados.

Como será explicado em mais detalhes abaixo, um pouco do produto do bolo úmido foi fluidizado usando uma quantidade pequena de umectante para representar as suspensões abrasivas da invenção, enquanto outro bolo úmido foi secado por pulverização e moído seco com propósito de comparação.

A secagem por pulverização usada nas amostras de comparação envolveram a secagem de outro bolo úmido fabricado da maneira descrita acima para um alvo de 7,0% de $H_2O$, ± 1% usando um meio de secagem por pulverização atomizador tendo uma temperatura de entrada a 480°C. Todas as rodadas de lama devem ter temperaturas de saídas similares. As amostras secadas por pulverização da sílica comparativa foram depois moídas com moinho de martelo até 8 a 14 μm.

Bolo úmido de sílica 2 (WC2):

24,8 litros de silicato de sódio (13,3% de $Na_2O$, relação em mol de 2,65 de $SiO_2$:$Na_2O$; peso específico de 1,123) e 1,78 kg de $Na_2SO_4$ foram adicionados a um reator de aço inoxidável de 1000 litros encamisado para aquecimento com vapor. Um agitador Lightnin A200 que foi colocado dentro do reator foi ajustado a 120 rpm. O sistema de reator usado foi o mesmo como descrito na produção da Amostra de Bolo úmido 1. O meio de reação foi pré-aquecido a 93°C e esta temperatura foi mantida durante a duração da reação. A recirculação foi iniciada para se obter uma taxa de fluxo de recirculação de 161 L/min, com o misturador de Silverson ativado e ajustado a 60 Hz. A válvula manual no sistema de recirculação foi ajustada para completamente aberta. Depois, o fluxo de ácido e silicato simultâneos para o sistema de reator foi iniciado e continuado por um dado período de tempo. O silicato de sódio diluído, pré-aquecido a 88°C, da mesma concentração/composição descritas acima foi

introduzido no vaso reator a 13,00 LPM, enquanto ao mesmo tempo, um ácido sulfúrico diluído (11,4% em peso, SG = 1,079, 39°C) foi introduzido a 4,74 LPM (ácido iniciado lentamente a 1 LPM) no misturador Silverson. O fluxo de silicato foi descontinuado depois de 47 minutos da co-adição. O fluxo de ácido foi continuado a 4,74 LPM até que o pH do lote caiu para 7,0. A um pH de lote de 7,0, o fluxo de ácido foi reduzido para 1,5 LPM e a adição de ácido continuada até que o pH aproximou-se de 4,6, tempo no qual o fluxo de ácido foi fechado a 4.6 e foi depois manualmente ajustado para um pH alvo de 4,6 ± 0,1. O lote foi depois digerido a 98°C durante 10 minutos, com o pH ajustado de volta na direção de 4,6 como necessário por toda a digestão. Depois da digestão, o pH foi manualmente ajustado para o pH 4,6 ± 0,1. O MPS da sílica do reator foi determinado para uma amostra pequena da sílica removida para este propósito depois que a digestão foi completada. O MPS da sílica do reator foi de 6,41 μm. Depois que a digestão foi completada, o lote foi descarregado e depois filtrado em um filtro de placa e armação e depois lavado para remover a maior parte (até < 2,0% em peso) do subproduto da reação (sulfato de sódio). O lote foi filtrado usando uma pressão de enchimento = 5,51 bar, uma pressão de água = 1,38 a 1,72 bar, sopro de ar = 2,76 bar (sopro de ar até que a água pare de sair da prensa). Três ou quatro armações de bolo úmido foram coletadas para serem usadas para fluidização com umectante ou secagem por pulverização/moagem subseqüentes, os caminhos de processo a serem comparados.

Bolo úmido de sílica 3 (WC3):

O procedimento básico usado para fabricar o bolo úmido de sílica 2 foi repetido exceto que 50,9 litros de silicato de sódio foi inicialmente carregado no reator, uma taxa de fluxo de recirculação de 116 litros/minuto foi usada, a taxa de introdução da solução de silicato de sódio durante o período de co-adição de silicato/ácido foi de 12,44 LPM e o lote foi descarregado. A MPS da sílica do reator foi 8,36 μm.

Bolo úmido de sílica 4 (WC4):

O Bolo úmido de sílica 4 consiste de uma mistura 20:80 do Bolo úmido 2 e do Bolo úmido 1. As propriedades físicas das sílicas nos bolos úmidos de sílica de 1 a 4, incluindo as propriedades das suas versões comparativas secas, são apresentadas abaixo na Tabela 1.

**Tabela 1**

**Propriedades Físicas de Produto de Lama de Sílica**

| Bolo úmido de sílica | WC1 | WC1 (seco*) | WC2 | WC2 (seco) | WC3 | WC3 (seco) | WC4 | WC4 (seco) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| % de $H_2O$ | 54,64 | 5,7 | 46,7 | 5,9 | 49,7 | 5,60 | 53,05 | 5,2 |
| % em malha 325 | 1,92 | 0,01 | 1,17 | 0,00 | 4,12 | 0,04 | 1,0 | 0,00 |
| pH a 5% | - | 7,72 | - | 6,50 | - | 7,35 | - | 7,49 |
| % de $Na_2SO_4$ | - | <0,35 | - | <0,35 | - | <0,35 | - | <0,35 |
| MPS, (μm) | 11 | 7,70 | 6,93 | 6,26 | 10,45 | 9,20 | 8,94 | 7,90 |
| Brilho TAPPI | 98,4 | 96,5 | 97,3 | 96,0 | 97,5 | 95,1 | 97,7 | 96,9 |
| CTAB S.A., $m^2/g$ | - | 46 | - | 32 | - | 47 | - | 43 |
| BET S.A., $m^2/g$ | - | 242 | - | 214 | - | 209 | - | 245 |
| Absorção de óleo, (cc/100g) | - | 74 | - | 49 | - | 67 | - | 87 |
| Intrusão de Hg - (ml/g) | - | 2,1806 | - | 1,1906 | - | 1,3688 | - | 1,7738 |
| Abrasão Einlehner Produto seco, mg | | 4,86 | | 8,1 | | 7,84 | | 7,64 |
| Abrasão Einlehner Bolo úmido, mg | 3,51 | - | 12,28 | - | 7,68 | - | 7,28 | - |

*: rodadas de comparação em que o bolo úmido foi secado por pulverização e moído como descrito acima no protocolo fornecido sob o cabeçalho Bolo úmido de sílica 1.

É observado a partir dos dados acima que o brilho TAPPI dos bolos úmidos de 1 a 3 é significantemente maior (até 2,4 pontos) do que suas contrapartes secadas por pulverização e moídas.

Bolos úmidos que não foram secados e moídos secos foram combinados com umectante em outros estudos usando os seguintes protocolos e as propriedades das composições abrasivas resultantes foram também estimados e relatados abaixo.

Fluidização de Bolo úmido de sílica:

As lamas de 1 a 5 foram preparadas a partir do Bolo úmido de sílica 3 acima como segue. Para cada amostra de lama, uma quantidade especificada de sorbitol a 70% e bolo úmido de sílica, indicados na Tabela 2, foram adicionados em um béquer de 1200 ml de aço inoxidável. Usando um misturador de alto cisalhamento Motorregler Dispermat CV a 1000 RPM, a adição de bolo úmido à solução foi começada. O bolo úmido foi derivado do

procedimento de preparação de bolo úmido acima descrito para o Bolo úmido de sílica 3. Conforme a viscosidade se forma, o RPM do Dispermat foi aumentado para um máximo de 6000 RPM. A adição de produto de bolo úmido continuou. Uma vez que a adição foi completada, o RPM do Dispermat foi mantido a 6000 RPM e os conteúdos dispersados durante mais 10 minutos.

A viscosidade desta lama fluidizada foi determinada de acordo com os seguintes procedimentos e estão resumidos na Tabela 2 abaixo.

Procedimento para Viscosidade

1. Ajustar um Viscosímetro de Brookfield 1/2 RVDV II com um fuso F ou B, dependendo da viscosidade e operado a 5,0 r.p.m. e externamente adaptado com uma plataforma Helipath.

2. Colocar o fuso no topo da superfície da lama

3. Registrar a viscosidade, em centipoise (cP), em 24 segundos.

**Tabela 2**

| Nº da Lama Abrasiva | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|---|---|---|---|---|
| Sorbitol a 70%, g | 40 | 80 | 160 | 320 | 640 |
| Bolo úmido de sílica 3, g | 760 | 720 | 640 | 480 | 160 |
| % em peso de Sorbitol | 5 | 10 | 20 | 40 | 80 |
| Fuso | F | F | B | B | B |
| Viscosidade, cP | 914000 | 70000 | 8080 | 1080 | 640 |
| (@ 24 s.) | | | | | |

## EXEMPLO 2

Para investigar a estabilidade reológica das composições abrasivas (isto é, lamas) com base nos tratamentos de fluidização com umectante da sílicas fabricadas de acordo com as preparações de Bolo úmido de sílica 1 e Bolo úmido de sílica 2 como descritas no Exemplo 1, os seguintes estudos de sedimentação foram conduzidos. As lamas foram preparadas usando o protocolo descrito acima sob o cabeçalho "Fluidização do Bolo úmido de sílica", exceto que o Bolo úmido de sílica 3 foi tratado para estes estudos. As rodadas comparativas 3B, 3D, 3F e 3H foram incluídas em que uma quantidade de um aglutinante de polissacarídeo foi também adicionado à lama durante a sua preparação.

Protocolo de Teste de Sedimentação de Lama de Sílica:

1. Depois da amostra de sílica fluidizada ter sido armazenada na temperatura ambiente (25°C) sem agitação durante o período de teste particular (três semanas), o peso total de lama e do frasco de vidro foi medido.

2. A altura da lama foi medida e a lâmina do agitador foi posicionada na metade da altura de lama no frasco de vidro.

3. A lama foi agitada a 1000 rpm durante 5 minutos.

4. O agitador foi removido do frasco de vidro, o frasco de vidro foi invertido para descarregar a lama no béquer. O frasco de vidro foi mantido em uma posição invertida durante 1 minuto.

5. O peso combinado da lama que permaneceu no frasco de vidro e o peso do frasco de vidro foram medidos. A lama remanescente foi removida do frasco de vidro, o frasco de vidro foi limpo e o peso de tara do frasco de vidro foi obtido.

6. Depois a% em peso da lama remanescente no frasco de vidro foi calculada com base no peso de lama de partida.

Os resultados estão resumidos na Tabela 3 abaixo:

**Tabela 3**

| Rodada | 3A | 3B | 3C | 3D | 3E | 3F | 3G | 3H |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bolo úmido de sílica | WC2 | WC2 | WC1 | WC1 | WC2 | WC2 | WC1 | WC1 |
| Bolo úmido de sílica, g | 172,27 | 172,27 | 202,57 | 202,57 | 172,27 | 172,27 | 202,57 | 202,57 |
| Glicerina 99,5%, g | 195,48 | 195,48 | 195,48 | 195,48 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Sorbitol 70%, g | 0 | 0 | 0 | 0 | 195,48 | 195,48 | 195,48 | 195,48 |
| Água adicionada, g | 30,2 | 30,2 | 0 | 0 | 30,2 | 30,2 | 0 | 0 |
| CMC-7MXF*, g | 0 | 1,95 | 0 | 1,95 | 0 | 1,95 | 0 | 1,95 |
| Peso Total, g | 398 | 400 | 398 | 400 | 398 | 400 | 398 | 400 |
| % Sedimentação - 3 semanas | 1,60 | 6,27 | 1,44 | 5,43 | 1,68 | 10,79 | 2,16 | 7,43 |

*: CMC-7MXF é a celulose carboximetílica disponível da Aqualon, divisão da Hercules Corporation, Wilmington, DE.

Os resultados mostram que o umectante - sílicas fluidizadas são altamente resistentes à sedimentação com o tempo.

## EXEMPLO 3

Para investigar a interação e a estabilidade das sílicas fluidizadas

descritas acima com um preservante antimicrobiano misturado, os seguintes estudos de bio-carga foram conduzidos.

De acordo com as quantidades de ingrediente listadas na Tabela 4, as lamas são preparadas com quantidades variáveis de sorbitol e benzoato de sódio para estudar os efeitos biológicos em relação ao período de envelhecimento. O bolo úmido de sílica 1 (WC1) foi inicialmente envelhecido durante cerca de 1,5 semana para permitir o desenvolvimento de bactérias antes da adição de sorbitol ou benzoato de sódio. O sorbitol e o benzoato de sódio são colocados em um béquer de aço inoxidável de 1200 ml e um misturador de alta velocidade Dispermat é colocado no béquer. O misturador é ajustado na velocidade baixa enquanto a quantidade requerida de bolo úmido de sílica 1 envelhecido é adicionada. Depois disso, a velocidade do misturador é aumentada para 6000 rpm e a lama é misturada durante 10 minutos. Cada lote é dividido em 2 partes iguais e transferido em frascos de vidro estéreis de 250 ml durante 1 semana e 3 semana de teste, respectivamente. Depois que o tempo designado passou, as amostras correspondentes de cada lote são analisadas quanto a contagem de placa aeróbica total, mofo, levedura e bactérias gram negativas de acordo com o protocolo microbiológico USP.

Os resultados dos estudos de bio-carga estão resumidos na Tabela 4 abaixo.

**Tabela 4**

| Sílica WC (g) | Sorbitol (g) | Benzoato de Sódio (g) | Tempo de Duração* (semanas) | Contagem de Placa Aeróbica | Mofo CFU/g | Levedura CFU/g | Bactéria Gram Negativa CFU/g |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| WC1 envelhecido | 0 | 0 | 0 | 2.800.000 | < 10 | < 10 | < 10 |
| 41,45 | 9,57 | 0 | 1 | 2.200.000 | 7300 | < 10 | < 10 |
| 41,45 | 9,57 | 0 | 3 | 310.000 | 20.000 | < 10 | < 10 |
| 41,45 | 38,26 | 0 | 1 | 6100 | 20 | < 10 | < 10 |
| 41,45 | 38,26 | 0 | 3 | 12.000 | 14.000 | 42.000 | < 10 |
| 41,45 | 9,57 | 0,5 | 1 | 570 | < 10 | < 10 | < 10 |
| 41,45 | 9,57 | 0,5 | 3 | 20 | < 10 | < 10 | < 10 |
| 41,45 | 38,26 | 0,5 | 1 | 7900 | < 10 | < 10 | < 10 |
| 41,45 | 38,26 | 0,5 | 3 | 1.500 | < 10 | < 10 | < 10 |

*Tempo zero = bolo úmido envelhecido 1,5 semana antes da adição de sorbitol ou benzoato de sódio

Como é observado a partir dos dados acima, as amostras tratadas com benzoato de sódio exibiram a maior extinção bacteriana, de mofo e levedura, especialmente aquelas com níveis de sorbitol mais baixo.

**EXEMPLO 4**

As formulações de pasta de dente foram preparadas usando diversas das sílicas descritas acima fluidizadas com umectante.

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 é aqui incorporada por referência. A saber, um "dentifrício" é "... uma substância usada com uma escova de dente para limpar as superfícies acessíveis dos dentes. Os dentifrícios são primariamente compostos de água, detergente, umectante, aglutinante, agentes flavorizantes e um abrasivo finamente pulverizado como o ingrediente principal ... um dentifrício é considerado ser uma forma de dosagem contendo abrasivo para liberar agentes anticáries aos dentes." As formulações dentifrícias contêm ingredientes que devem ser dissolvidos antes da incorporação na formulação dentifrícia (por exemplo os agentes anticáries tais como fluoreto de sódio, fosfatos de sódio, agentes flavorizantes tais como sacarina). Na prática da presente invenção, visto que a lama de abrasivo-umectante da invenção da etapa 12 (figura 2) contém parte ou mesmo em alguns casos, a maior parte da fase líquida necessária no final das contas para uma formulação dentifrícia incorporar a mesma, estes ingredientes podem ser adicionados à lama abrasiva-umectante, durante ou depois da etapa 12. Os aglutinantes são evitados nas lamas de polimento da invenção devido às observações, aqui relatadas, de que a sedimentação de sólidos é aumentada nas lamas abrasivas onde o aglutinante está presente na lama pré-dentifrícia.

Para preparar os dentifrícios, no caso onde a formulação de pasta de dente contém mais do que 3% de água não se levando em conta a suspensão de abrasivo-umectante, o seguinte procedimento é seguido. A quantidade de

umectante (glicerina, sorbitol) não incluída na suspensão de abrasivo-umectante, celulose carboximetílica sódica, polietileno glicol são misturados juntos para formar uma primeira mistura. A quantidade de água desionizada não incluída na suspensão de abrasivo-umectante, fluoreto de sódio, pirofosfato de tetrassódio e sacarina sódica são também misturados juntos até que estes ingredientes sejam dissolvidos para formar uma segunda mistura. Estas duas misturas são combinadas com agitação. Em seguida, a cor é adicionada e a mistura combinada é agitada com um misturador Lightnin para se obter uma "Pré mistura".

A "pré mistura" é colocada em um misturador Ross (Modelo 130 LDM) e a suspensão de abrasivo-umectante, espessador de sílica e qualquer $TiO_2$ requerido são adicionados e misturados sem vácuo. Um vácuo de 30 polegadas é depois puxado e a mistura resultante é agitada durante aproximadamente 15 minutos. Finalmente, lauril sulfato de sódio e gosto são adicionados e a mistura é agitada durante aproximadamente 5 minutos em velocidade de mistura reduzida.

No caso onde a formulação de pasta de dente não contém pelo menos 3% de água não se levando em consideração a lama ou suspensão de abrasivo-umectante desta invenção, alguns ingredientes devem ser adicionados a esta lama ou suspensão abrasiva da invenção. Especificamente, qualquer água, fluoreto de sódio, fosfato de sódio tribásico, fosfato monossódico, sacarina e cor remanescente da formulação são adicionados à suspensão de abrasivo-umectante com agitação. Qualquer umectante (por exemplo, sorbitol, glicerina), CMC (celulose carboximetílica sódica) e polietileno glicol (PEG) remanescente da formulação são agitados juntos para formar uma segunda mistura. Estas duas misturas são colocadas em um misturador Ross e qualquer espessador de sílica e $TiO_2$ são adicionados e misturados sem vácuo. Um vácuo de 30 polegadas é depois puxado e a mistura resultante é agitada durante aproximadamente 15 minutos. Finalmente, lauril sulfato de sódio e gosto são adicionados e a mistura é agitada durante aproximadamente 5 minutos em velocidade de mistura reduzida. A composição dentifrícia resultante é selada em tubos de pasta de dente e mantida

sob condições apropriadas para teste posterior. A composição teve um pH de cerca de 7.

Uma porção dos Bolos úmidos de sílica de 1 a 3, como descritos acima, foram fluidizados com glicerina ou sorbitol em quantidades como descritas na Tabela 5A abaixo e depois disso os dentifrícios foram formulados com estes bolos úmidos de sílica fluidizados como descrito na Tabela 5B abaixo. O protocolo geral para fluidizar os bolos úmidos de sílica foi o mesmo como aquele descrito sob o cabeçalho acima "Fluidização de Bolo úmido de sílica", exceto que alguns mas não todos dos bolos úmidos de sílica fluidizados foram peneirados através de uma peneira de malha 325, como indicado na Tabela 5a. As lamas foram peneiradas através de uma peneira de malha 325 para garantir que o nível de resíduo na malha +325 fosse menos do que 1,5% no máximo (com base no peso de sílica seca). Para assim fazê-lo, a lama de sílica/umectante foi vertida em uma peneira de malha 325 (45 μm). A lama foi empurrada através da peneira com um objeto plano até que apenas as partículas superdimensionadas permaneceram no topo da peneira.

As propriedades destas formulações dentifrícias são dadas na Tabelas 5abaixo:

**Tabela 5A**

**Fórmula de Pasta de Dente A**

Fabricação do Componente Lama

| Lama Abrasiva Nº | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Sorbitol, 70%, g | 103,6 | 93,5 | 88,2 | - | - | - | - | - | - |
| Glicerina, 99,5%, g | - | - | - | 116 | 116 | 116 | - | - | - |
| WC1 | 414,5 | - | - | 414,5 | - | - | - | - | - |
| WC2 | - | - | 352,7 | - | - | 352,7 | - | - | - |
| WC3 | - | 373,8 | - | - | 373,8- | - | - | - | |
| WC 1 (seca* & moída) | - | - | - | - | - | - | 20 | - | - |
| WC2 (seca & moída) | - | - | - | - | - | - | - | - | 20 |
| WC3 (seca & moída) | - | - | - | - | - | - | - | 20 | - |
| Total | 518,1 | 467,3 | 440,9 | 530,5 | 489,8 | 468,7 | 20 | 20 | 20 |
| Resíduo na 325,% | 1,16 | 6,2 | 2,34 | 1,29 | 7,32 | 2,7 | - | - | - |
| Viscosidade (cP)** | 2280 | 6640 | 1640 | 1880 | 3840 | 960 | - | - | - |
| Peneirada | - | sim | sim | - | sim | sim | - | - | - |

*: rodadas de comparação em que o bolo úmido foi secado por pulverização e moído por moinho de martelo como descrito acima usando o protocolo fornecido sob o cabeçalho Bolo úmido de sílica 1

**: os valores de viscosidade foram determinados de acordo com o "Procedimento de Viscosidade" descrito acima.

## Tabela 5B

## Formulação de Pasta de Dente A

| Fórmula de Pasta de Dente # | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Glicerina, 99,5%, g | 11,6 | 11,6 | 11,6 | 0 | 0 | 0 | 11,6 | 11,6 | 11,6 |
| CMC -7MF*, g | 1,4 | 1,4 | 1,4 | 1,4 | 1,4 | 1,4 | 1,4 | 1,4 | 1,4 |
| Sorbitol, 70%, g | 27,9 | 28,91 | 29,44 | 38,257 | 38,257 | 38,257 | 38,257 | 38,257 | 38,257 |
| Água desionizada, g | 3,55 | 7,62 | 9,73 | 3,55 | 7,62 | 9,73 | 25 | 25 | 25 |
| Fluoreto de sódio, g | 0,243 | 0,243 | 0,243 | 0,243 | 0,243 | 0,243 | 0,243 | 0,243 | 0,243 |
| Sacarina sódica, g | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 |
| Benzoato de sódio, g | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| $TiO_2$, g | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| Lama Abrasiva Nº | | | | | | | | | |
| 6, g | 51,81 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 7, g | - | 46,73 | - | - | - | - | - | - | - |
| 8, g | - | - | 44,09 | - | - | - | - | - | - |
| 9, g | - | - | - | 53,05 | - | - | - | - | - |
| 10, g | - | - | - | - | 48,98 | - | - | - | - |
| 11, g | - | - | - | - | - | 46,87 | - | - | - |
| 12, g | - | - | - | - | - | - | 20 | - | - |
| 13, g | - | - | - | - | - | - | - | 20 | - |
| 14, g | - | - | - | - | - | - | - | - | 20 |
| Lauril sulfato de sódio, g 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | |
| Gosto, | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Total | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 |

*: CMC-7MXF é celulose carboximetílica disponível da Aqualon, divisão da Hercules Corporation, Wilmington, DE.

## Tabela 5C

## Formulação de Pasta de dente A Dados de Desempenho

| Fórmula de Pasta de Dente # | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Viscosidade Inicial, cP | 550.000 | 270.000 | 220.000 | 510.000 | 170.000 | 250.000 | 270.000 | 270.000 | 160.000 |
| Viscosidade 1 semana, cP | 700.000 | 300.000 | 280.000 | 620.000 | 320.000 | 300.000 | 360.000 | 300.000 | 210.000 |
| Viscosidade 3 semanas, cP | 720.000 | 470.000 | 330.000 | 580.000 | 280.000 | 350.000 | 370.000 | 270.000 | 260.000 |
| Viscosidade 6 semanas, cP | 790.000 | 380.000 | 300.000 | 690.000 | 270.000 | 360.000 | 270.000 | 240.000 | 240.000 |
| pH a 25% | 6,54 | 6,35 | 6,2 | 6,47 | 6,37 | 6,05 | 6,66 | 6,85 | 6,46 |
| Peso Específico | 1,3 | 1,298 | 1,296 | 1,304 | 1,296 | 1,292 | 1,295 | 1,308 | 1,283 |
| % F/A 3 semanas 80° F (26,7°C)* | 101 | 100 | 100 | 100 | 86 | 95 | 100 | 97 | 95 |
| valor litros | 91,1 | 90,9 | 90,4 | 90,9 | 89,8 | 90,7 | 90,6 | 89,9 | 89,4 |
| a | -1,3 | -1,8 | -2,1 | -2,1 | -2,2 | -2,1 | -2,1 | -2,1 | -2,1 |
| b | 2,5 | 3,8 | 4,1 | 3,8 | 3,5 | 3,1 | 3,1 | 3,7 | 3,3 |
| RDA | 88 | - | 187 | - | - | - | 107 | - | 197 |

*% da disponibilidade de fluoreto (% F/A) depois da armazenagem durante 3 semanas a 26,7°C

É observado a partir dos dados acima que os dentifrícios fabricados com as lamas abrasivas de sílica da invenção têm diversas vantagens em relação àquelas fabricadas com abrasivos em pó secos. Isto é, as lamas abrasivas da invenção fornecem uma melhora de cerca de 1 ponto no brilho nesta formulação dentifrícia e elas são menos abrasivas, quando comparadas às suas contrapartes secadas e moídas. Todos os dentifrícios exibiram boa viscosidade, disponibilidade de fluoreto e estéticas excelentes (estabilidade, textura, dispersão).

As formulações dentifrícias adicionais foram formuladas com base nas lamas abrasivas da invenção como segue. Uma porção de Bolo úmido de sílica 4 foi fluidizada com sorbitol como descrito na Tabela 5D abaixo e usando o protocolo geral descrito acima nos exemplos e depois disso o dentifrício foi formulado com este bolo úmido de sílica fluidizado como descrito na Tabela 5E abaixo. As propriedades desta formulação dentifrícia são dadas na Tabela 5F abaixo. Também o bolo úmido de sílica (WC2) foi fluidizado com umectante e a ele foi adicionado separadamente bolo úmido PCC ou fosfato dicálcico seco como indicado na Tabela 5D. Estas lamas fluidizadas foram incorporadas na fórmula dentifrícia da Tabela 5E e estas propriedades da pasta de dente estão resumidas na Tabela 5F.

**Tabela 5D**

**Fórmula de Pasta de Dente A'**

Fabricação do Componente Lama

| | Combinação de Sílica | | Sílica/PCC | | Sílica/DCP | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Lama Abrasiva Nº | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
| Água desionizada, g | - | - | 81 | - | 205 | - |
| Sorbitol, g | 100,5 | - | 269 | - | - | - |
| Glicerina, g | - | - | - | - | 183,5 | - |
| WC1 | 331,6 | - | - | - | - | - |
| WC2 | 70,5 | - | 70,5 | - | 168,9 | - |
| WC1 (seca* & moída) | - | 400 | - | - | - | - |
| WC2 (seca & moída) | - | 100 | - | 100 | - | 9 |
| Bolo de prensa PCC, g | - | - | 198 | - | - | - |
| PCC secado por vaporização, g | - | - | - | 400 | - | - |
| Fosfato de dicálcico diidrato, g | - | - | - | - | 360 | 36 |
| Total | 502,6 | 500 | 619 | 500 | 917,4 | 45 |
| % de Resíduo na 325 | 1,5 | | 1,48 | | 0,61 | |
| Viscosidade, cP | 2320 | | - | | - | |

*: o procedimento de secagem e moagem foi o mesmo como aquele descrito na nota de rodapé "*" da Tabela 5a.

## Tabela 5E

Formulação de Pasta de Dente A

| Fórmula de Pasta de Dente # | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Glicerina 99,5%, g | 11,6 | 11,6 | 11,6 | 11,6 | 3,65 | 22 |
| CMC-7MF, g | 1,4 | 1,4 | 1,4 | 1,4 | 1,2 | 1,2 |
| Sorbitol, 70%, g | 28,21 | 38,257 | 11,36 | 38,257 | 0 | 0 |
| Água desionizada, g | 4,79 | 25 | 10 | 25 | 0 | 28,39 |
| Fluoreto de sódio, g | 0,243 | 0,243 | 0,243 | 0,243 | 0 | 0 |
| Monofluorofosfato de Sódio, g | - | - | - | - | 0,76 | 0,76 |
| Fosfato Trissódico, g | - | - | - | - | 0,5 | 0,5 |
| Sacarina sódica, g | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,2 | 0,2 |
| Benzoato de sódio, g | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0 | 0 |
| $TiO_2$, g | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0 | 0 |
| Lama Abrasiva Nº | | | | | | |
| 15, g | 50,26 | - | - | - | - | - |
| 16, g | - | 20 | - | - | - | - |
| 17, g | - | - | 61,9 | - | - | - |
| 18, g | - | - | - | 20 | - | - |
| 19, g | - | - | - | - | 91,74 | - |
| 20, g | - | - | - | - | - | 9 |
| Fosfato de dicálcio diidrato, g | - | - | - | - | - | 36 |
| Lauril sulfato de sódio, g | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,3 | 1,3 |
| Gosto, g | 1 | 1 | 1 | 1 | 0,65 | 0,65 |
| Total | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 |

## Tabela 5F

Formulação de Pasta de Dente A Dados de Desempenho

| Fórmula de Pasta de Dente # | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Viscosidade Inicial, cP | 500.000 | 270.000 | 270.000 | 140.000 | 1.200.000 | 400.000 |
| Viscosidade 1 semana, cP | 490.000 | 220.000 | 340.000 | 340.000 | 1.530.000 | 480.000 |
| Viscosidade 3 semanas, cP | 680.000 | 400.000 | 400.000 | 170.000 | 1.600.000 | 410.000 |
| Viscosidade 6 semanas, cP | 640.000 | 340.000 | 380.000 | 120.000 | 1.290.000 | 520.000 |
| pH a 25% | 6,56 | 7,2 | 9,45 | 9,66 | 7,04 | 7,05 |
| Peso Específico | 1,301 | 1,292 | 1,301 | 1,275 | 1,454 | 1,521 |
| F/A 3 semanas 26,7°C | 100 | 87 | 13 | 17 | 92 | 92 |
| Valor litros | 90,8 | 91,4 | 92,4 | 90,6 | - | - |
| $a_L$ | -2,2 | -1,9 | -1,8 | -1,5 | - | - |
| $b_L$ | 3,6 | 3,1 | 4,6 | 4 | - | - |

Todos os dentifrícios fabricados com as lamas abrasivas da invenção, mesmo em combinação com outros abrasivos exibiram boa viscosidade e propriedades estéticas.

## EXEMPLO 5

O Bolo úmido de sílica 3 foi fluidizado como descrito na Tabela 6A, depois moído úmido e peneirado antes da incorporação em uma Formulação de Pasta de Dente. Para assim fazê-lo, o bolo úmido fluidizado como descrito acima foi introduzido em um moinho Spex modelo 8000 ou 76140 para reduzir o tamanho médio da partícula da lama de sílica/umectante. Para assim fazê-lo, 100 g de lama e cinco meios de moagem de seixo úmido de cerâmica de 1,2 cm foram colocados em um recipiente apropriado e moída durante 25 minutos e depois o meio de moagem foi removido. Depois disso, a lama úmida moída foi peneirada em malha da mesma maneira como descrito no Exemplo 4. A lama moída úmido e peneirada foi formulada em uma formulação dentifrícias de gel claro de baixo teor de água descrita na Tabela 6B. As propriedades deste dentifrício são dadas na Tabela 6C.

Para comparação, uma porção de bolo úmido de sílica 3, que foi secada e moída do mesmo modo como o bolo úmido usado na fabricação da lama abrasiva Nº 13 acima, também foi incorporada em uma formulação dentifrícia.

**Tabela 6A**

**Fórmula de Pasta de Dente B**

**Fabricação do Componente Lama**

| Lama Abrasiva Nº | 21 | 22 |
|---|---|---|
| Água desionizada, g | 80,6 | - |
| Sorbitol, 70%, g | 113,6 | - |
| WC3 | 73,8 | - |
| WC3 (seca & moída) | - | 10 |
| Total | 568 | 10 |
| % de Resíduo na 325 | 0 | |
| Viscosidade, cP | 960 | |
| Peneirado | sim | |
| Moído em Spex | sim | |

**Tabela 6B**

Fórmula de Pasta de Dente B

| Formulação de Pasta de Dente Nº | 16 | 17 |
|---|---|---|
| Sorbitol, 70%, g | 52,32 | 58 |
| Carbowax 600*, g | 5 | 5 |
| CMC-7MXF, g | 0,4 | 0,4 |
| Benzoato de sódio, g | 0,5 | 0,5 |
| Sacarina sódica, g | 0,2 | 0,2 |
| Monofluorofosfato de Sódio, g | 1,11 | 1,11 |
| Água desionizada, g | 0 | 12,715 |
| Espessador de Sílica Zeodent® 165** | 8,5 | 8,5 |
| Lama Abrasiva Nº 21 | 28,4 | - |
| Lama Abrasiva Nº 22 | - | 10 |
| 1% de FD&C verde Nº 3, g | 0,2 | 0,2 |
| Lauril sulfato de sódio, g | 1,875 | 1,875 |
| Gosto, g | 1,5 | 1,5 |
| Total | 100 | 100 |

*: O Carbowax 600 é disponível da Union Carbide Corporation, Danbury, CT.

**: O Espessador de Sílica Zeodent® 165 é disponível da J. M. Huber Corporation.

**Tabela 6C**

Formulação de Pasta de dente B Dados de Desempenho

| Formulação de Pasta de Dente Nº | 16 | 17 |
|---|---|---|
| Viscosidade Inicial, cP | 220.000 | 290.000 |
| Viscosidade 1 semana, cP | 270.000 | 360.000 |
| Viscosidade 3 semanas, cP | 290.000 | 500.000 |
| Viscosidade 6 semanas, cP | 410.000 | 480.000 |
| pH a 25% | 6,45 | 6,61 |
| Peso Específico | 1,313 | 1,313 |
| Classificação de Névoa 60°C | 94 | 95 |

Como pode ser observado a partir dos dados na Tabela 6C acima, a lama abrasiva de sílica da invenção fabricou uma pasta de dente em gel com excelente viscosidade e névoa comparável àquela da pasta de dente fabricada com o abrasivo seco correspondente.

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

As sílicas precipitadas têm um tamanho médio de partícula

medido usando um aparelho Microtrac II, fabricado pela Leeds and Northrup.

O teste de Abrasão de Einlehner em Latão (BE) usado para medir a dureza das sílicas precipitadas relatadas neste pedido envolve um Abradador Einlehner AT-1000 no geral usado como segue: (1) uma peneira de tela de latão de Fourdrinier é pesada e exposta à ação de uma suspensão de sílica aquosa a 10% durante um tempo fixo; (2) a quantidade de abrasão é depois determinada como miligramas de bronze perdido da tela de arame de Fourdrinier por 100.000 revoluções. O resultado, medido em unidades de mg perdidas, pode ser caracterizado como o valor de abrasão de Einlehner de Bronze a 10% (BE).

Os valores de absorção de óleo são medidos usando o processo de raspar. Este processo está fundamentado em um princípio de misturar óleo de linhaça com uma sílica por esfregação, com uma espátula em uma superfície lisa até que uma pasta como massa rígida seja formada. Medindo-se a quantidade de óleo requerido para se ter uma mistura de pasta que enrolará quando expandida, pode-se calcular o valor de absorção de óleo da sílica - o valor que representa o volume de óleo requerido por unidade em peso de sílica para saturar a capacidade absortiva da sílica. O cálculo do valor de absorção de óleo foi feito como segue:

$$\text{Absorção de Óleo} = \frac{\text{cc de óleo absorvido}}{\text{peso de sílica, gramas}} \times 100$$

$$= \text{cc óleo/100 gramas de sílica}$$

Para determinar a disponibilidade de fluoreto na pasta de dente (F/A), um processo de determinação de fluoreto solúvel é usado. As composições de pasta de dente são armazenadas em temperaturas especificadas durante um tempo especificado em um tubo laminado. Depois disso, 10 gramas da composição de pasta de dente são colocados em um béquer de 10 ml e 30 gramas de água destilada é adicionada. A mistura é agitada para formar uma lama de pasta de dente uniformemente dispersada. A lama é subseqüentemente centrifugada durante 10 minutos a 15.000 rpm ou até que o sobrenadante esteja claro. Depois 10 ml do sobrenadante e 10 ml de tampão pH 8 (EDTA 0,2 N / THAM 0,2 N (2-

amino-2-hidroximetil-1,3-propanodiol), previamente ajustado ao pH = 8,0 com NaOH) é pipetado em um frasco de plástico, uma barra agitadora magnética adicionada e a agitação suave é iniciada. A concentração de íon fluoreto é determinada pela potenciometria direta com um elétrodo de fluoreto Orion (Modelo 95-09) utilizando padrões de F de 1000 e 100 ppm para ajustar a calibração do instrumento. A Disponibilidade de Fluoreto (% de F/A) é a porcentagem de fluoreto determinada no sobrenadante *versus* aquela originalmente adicionada na pasta de dente, com base no nível de carga abrasiva da pasta de dente.

A viscosidade da pasta de dente (dentifrício) é medida utilizando um Viscosímetro de Brookfield Modelo RVT equipado com um fuso Helipath T-E e ajustado para 5 rpm medindo-se a viscosidade da pasta de dente a 25°C em três níveis diferentes conforme o fuso desce através da amostra de teste de pasta de dente e tirando-se a média do resultados. A viscosidade Brookfield é expressa em centipoise (cP).

A névoa e cor da pasta de dente (L, $a_L$, $b_L$) são medidas utilizando um Colorímetro Gardner XL-835 medindo-se a transmissão da luz. Especificamente, duas lâminas de microscópio de 38 x 75 x 1 mm são colocadas em uma superfície plana. Um espaçador de plexiglass (38 x 75 x 3 mm de espessura com um espaço aberto em corte de 24 x 47 mm) é colocado no topo de uma das lâminas. O gel de pasta de dente é espremido na área aberta do espaçador de plexiglass e a segunda lâmina de microscópio é colocada no topo do espaçador com pressão suficiente (manual) para eliminar o ar e a pasta de dente em excesso. A lâmina é colocada na abertura do feixe de luz de transmissão colorimétrica (névoa) e na abertura do orifício de trás (cor) e as três leituras são tomadas em locais do espaçador de espécimen diferentes e calculados em média. O espécimen não deve ter bolhas de ar visíveis.

Os valores de Abrasão de Dentina Radioativa (RDA) das composições de sílica precipitada usadas nesta invenção são determinados de

acordo com o processo apresentado por Hefferen, Journal of Dental Res., julho-agosto de 1976, 55 (4), pp. 563 a 573 e descritos em Wason Patentes U.S. 4.340.583, 4.420.312 e 4.421.527, cujas publicações e patentes são aqui incorporadas por referência.

As propriedades de limpeza e abrasividade das composições dentifrícias são tipicamente expressadas em termos dos valores das Relações de Limpeza de Película ("PCR") e Abrasão de Dentina Radioativa ("RDA"), respectivamente. O teste de PCR mede a capacidade de uma composição dentifrícia para remover o filme de película de um dente sob condições de escovação fixas. O teste de PCR está descrito em "In Vitro Removal of Stain With Dentifrice" G. K. Stookey, *et al.*, J. Dental Res., 61, 1236 a 1239, 1982. O teste de RDA mede a abrasividade de composições dentifrícias medindo-se a quantidade de dentina rotulada com rádio removida de um dente sob condições de escovação fixas. Tanto o resultado de PCR quanto o de RDA variam dependendo da natureza e da concentração dos componentes da composição dentifrícia. Os valores de PCR e RDA são isentos de unidade.

A área de superfície da sílica precipitada aqui relatada é determinada pelo processo de absorção de nitrogênio BET de Brunaur *et al.*, J. Am. Chem. Soc., 60, 309 (1938).

Para medir o brilho TAPPI, materiais em pó finos, *viz.*, aqui partículas de sílica, são prensados em uma pelota de superfície lisa são 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 visualizada a 0°. Ele se adapta aos processos de teste TAPPI T452 e T646 e ASTM Standard D985. Os materiais pulverizados são prensados em uma pelota de cerca de 1 cm de espessura com pressão suficiente para fornecer uma superfície de pelota que seja lisa e plana e sem perda de partículas ou brilho.

O volume de poro total (Hg) é medido pela porosimetria de mercúrio usando um aparelho Micromeritics Autopore II 9220. Os diâmetros do

poro podem ser calculados pela equação de Washburn utilizando um ângulo de contato Teta (θ) igual a 130° e uma tensão de superfície gama igual a 484 dinas/cm. Este instrumento mede o volume de vazio e a distribuição do tamanho de poro de vários materiais. O mercúrio é forçado nos vazios como uma função da pressão e o volume do mercúrio penetrado por grama de amostra é calculado a cada ajuste de pressão. O volume de poro total aqui expressado representa o volume acumulativo de mercúrio penetrado nas pressões de vácuo a 4134 bar.

Os incrementos em volume ($cm^3/g$) a cada ajuste de pressão são plotados contra o raio ou diâmetro do poro que corresponde aos incrementos de ajuste de pressão. O pico na curva do volume penetrado *versus* o raio ou o diâmetro do poro corresponde ao modo na distribuição do tamanho de poro e identifica a maior parte do tamanho de poro comum na amostra. Especificamente, o tamanho da amostra é ajustado para se obter um volume de haste de 30 a 50% em um penetrômetro de pó com um bulbo de 5 ml e um volume de haste de cerca de 1,1 ml. As amostras são evacuadas a uma pressão de 50 μm de Hg e mantido por 5 minutos. O mercúrio enche os poros de 0,1 a 4134 bar com um tempo de equilíbrio de 10 segundos em cada um de aproximadamente 150 pontos de coleta de dados.

A área de superfície externa CTAB da sílica é determinada pela absorção de CTAB (brometo de cetiltrimetilamônio) na superfície da sílica, sendo o excesso separado pela centrifugação e determinado pela titulação com lauril sulfato de sódio usando um elétrodo de tensoativo. A superfície externa da sílica é determinada a partir da quantidade de CTAB absorvido (análise de CTAB antes e depois da absorção). Especificamente, cerca de 0,5 g de sílica é colocado em um béquer de 250 ml com 100,00 ml de solução de CTAB (5,5 g/litro), misturados em uma placa agitadora elétrica durante 1 hora, depois centrifugados durante 30 minutos a 10.000 rpm. 1 ml de Triton X-100 a 10% é adicionado a 5 ml do sobrenadante claro em um béquer de 100 ml. O pH é ajustado para uma faixa de 3,0 a 3,5 com HCl 0,1 N e o espécimen é titulado com lauril sulfato de sódio

0,0100 M usando um elétrodo de tensoativo (Brinkmann SUR1501-DL) para determinar o ponto final.

A % na malha 325 é medida utilizando uma Peneira Padrão U.S. Nº 325, com aberturas de 44 μm (tecido de malha de aço inoxidável) pesando-se uma amostra de 10,0 gramas até à aproximação de 0,1 grama no copo do misturador Hamilton de 0,946 litro, Modelo Nº 30, adicionando-se aproximadamente 170 ml de água destilada ou desionizada e agitando-se a lama por pelo menos 7 minutos. Transferindo-se a mistura sobre a peneira de malha 325; lava-se o copo e adiciona-se as lavagens sobre a peneira. Ajusta-se a pulverização de água para uma pressão de 1,38 bar e pulveriza-se diretamente sobre a peneira durante dois minutos. A cabeça de pulverização deve ser mantida a cerca de 10,2 a 15,2 cm acima do tecido da peneira. Lava-se o resíduo em um lado da peneira e transfere-se por lavagem em uma cápsula de evaporação usando água destilada ou desionizada de um frasco de lavagem. Deixa-se repousar durante dois a três minutos e decanta-se a água clara. Seca-se (em estufa de convecção a uma temperatura de cerca de 150°C ou sob estufa de infravermelho por aproximadamente 15 minutos) e se esfria e pesa o resíduo na balança analítica.

A umidade é a perda de peso da amostra medida a 105°C durante 2 horas. Os valores de pH das misturas de reação (lama a 5% em peso) encontrados na presente invenção podem ser monitorados por qualquer elétrodo sensível ao pH convencional.

Deve ser entendido que várias mudanças nos detalhes, materiais e arranjos das partes que foram aqui descritas e ilustradas de modo a explicar a natureza desta invenção podem ser fabricadas por aqueles habilitados na técnica sem divergir dos princípios e do escopo da invenção como expressado nas seguintes reivindicações.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparar uma composição dentifrícia, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender as etapas de:

fornecer uma lama abrasiva compreendendo partículas abrasivas não secas e insolúveis em água com um teor de água maior do que 10% em peso em combinação com um meio líquido compreendendo umectante, pelo que as partículas abrasivas são colocadas em suspensão na lama; e

misturar a lama abrasiva com um agente flavorizante,

em que as partículas abrasivas insolúveis em água são derivadas de uma reação de precipitação sem serem secadas e pulverizadas a seco antes de serem colocadas em suspensão no meio líquido.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a lama abrasiva compreende um teor de água de menos do que 50% em peso.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a lama abrasiva é destituída de polissacarídeo.

4. Processo para preparar uma composição dentifrícia, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender as etapas de:

fornecer um sistema de reação incluindo um recipiente de reação e um meio de mistura de alto cisalhamento disposto para tratar os conteúdos da mistura de reação do recipiente de reação;

introduzir no sistema de reação, como os conteúdos da mistura de reação, silicato alcalino e ácido no sistema de reação com intermistura destes para formar sílica precipitada;

retirar aproximadamente uma porção de 5% em volume até 50% em volume por minuto do volume total dos conteúdos da mistura de reação do recipiente de reação e conduzir a porção retirada através dos meios de mistura de alto cisalhamento e re-intriduzir tal volume conduzido dos conteúdos da mistura de reação de volta na mistura de reação no recipiente de reação depois da passagem através dos meios de mistura de alto cisalhamento;

separar a sílica precipitada da mistura de reação com um filtro para fornecer um bolo de filtro;

lavar o bolo de filtro;

fluidizar a sílica precipitada no bolo de filtro combinando-se umectante com a sílica precipitada para fornecer uma suspensão de partículas abrasivas contendo umectante; e,

combinar a suspensão de partículas abrasivas com um agente flavorizante.

5. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o sistema de reação inclui uma volta de recirculação para a retirada da porção dos conteúdos da mistura de reação fluidificáveis no recipiente de reação a partir de uma primeira loca-

lização deste e a re-introdução da porção de volta no recipiente de reação em uma segunda localização deste, sendo que a volta de recirculação inclui meios de bombeamento e um misturador de alto cisalhamento em linha.

6. Processo de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o ácido é introduzido no misturador de alto cisalhamento em linha na porção dos conteúdos da mistura de reação que passa através da volta de recirculação.

7. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o misturador de alto cisalhamento compreende um misturador de rotor/estator.

8. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a composição abrasiva compreende uma pluralidade de partículas de sílica precipitadas tendo um tamanho médio de partícula de 1 μm a 30 μm.

9. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a composição abrasiva compreende uma pluralidade de partículas de sílica precipitadas tendo um tamanho médio de partícula de 3 μm a 15 μm.

10. Processo de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a etapa retiradar compreende passar de 8% em volume a 22% em volume por minuto do volume dos conteúdos do recipiente de reação através da volta de recirculação.

11. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o umectante está presente na suspensão de partículas abrasivas em uma quantidade de 3 a 80% em peso de umectante.

12. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender ainda a etapa de adicionar um preservante à suspensão de partículas abrasivas com mistura.

13. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o preservante é selecionado de grupo que consiste de benzoato de sódio, pirofosfato de tetrassódio, propil-p-hidróxi-benzoato e metil-p-hidróxi-benzoato (metil parabeno).

14. Processo de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender ainda a etapa de manter continuamente a suspensão aquosa de partículas abrasivas em um teor líquido total de pelo menos 20% em peso desde depois da etapa de retirada até o início da etapa de combinar.

15. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a etapa de combinar compreende ainda adicionar pelo menos um de água, umectante adicional, uma fonte de íons fluoreto solúveis em água, aglutinante, agente flavorizante, agente corante, agente branqueador, preservante, composto controlador de tártaro, agente espumante e/ou agente anti-microbiano.

16. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender ainda a etapa de moar de maneira úmida a suspensão de partículas abrasivas

depois da introdução do umectante e antes da etapa de combinar.

17. Processo de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender ainda a etapa de peneirar a suspensão de partículas abrasivas depois da introdução do umectante e antes da etapa de combinar.

18. Composição dentifrícia, **CARACTERIZADA** pelo fato de compreender uma combinação de lama abrasiva, aglutinante e opcionalmente uma fonte de fluoreto solúvel em água, em que a lama abrasiva é preparada pela dispersão de partículas abrasivas não secas e insolúveis em água com um teor de água maior do que 10% em um meio líquido compreendendo umectante, pelo que as partículas abrasivas são colocadas em suspensão na lama.

19. Composição dentifrícia de acordo com a reivindicação 18, **CARACTERIZADA** pelo fato de que as partículas abrasivas insolúveis em água são selecionadas do grupo que consiste de sílica precipitada, gel de sílica, fosfato de dicálcio, pirofosfato de cálcio e carbonato de cálcio precipitado.

20. Composição dentifrícia de acordo com a reivindicação 18, **CARACTERIZADA** pelo fato de que as partículas abrasivas insolúveis em água compreendem sílica precipitada.

21. Composição dentifrícia de acordo com a reivindicação 20, **CARACTERIZADA** pelo fato de que as partículas de sílica precipitadas têm um tamanho médio de partícula de 1 a 15 μm.

22. Composição dentifrícia de acordo com a reivindicação 20, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a sílica precipitada tem um valor de Einlehner em bronze de 0,5 a 30, um PCR de 50 a 200, um valor RDA de 30 a 200 e um valor de absorção de óleo de linhaça de 40 a 200 cc/100 g.

23. Composição dentifrícia de acordo com a reivindicação 18, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o umectante compreende um poliol.

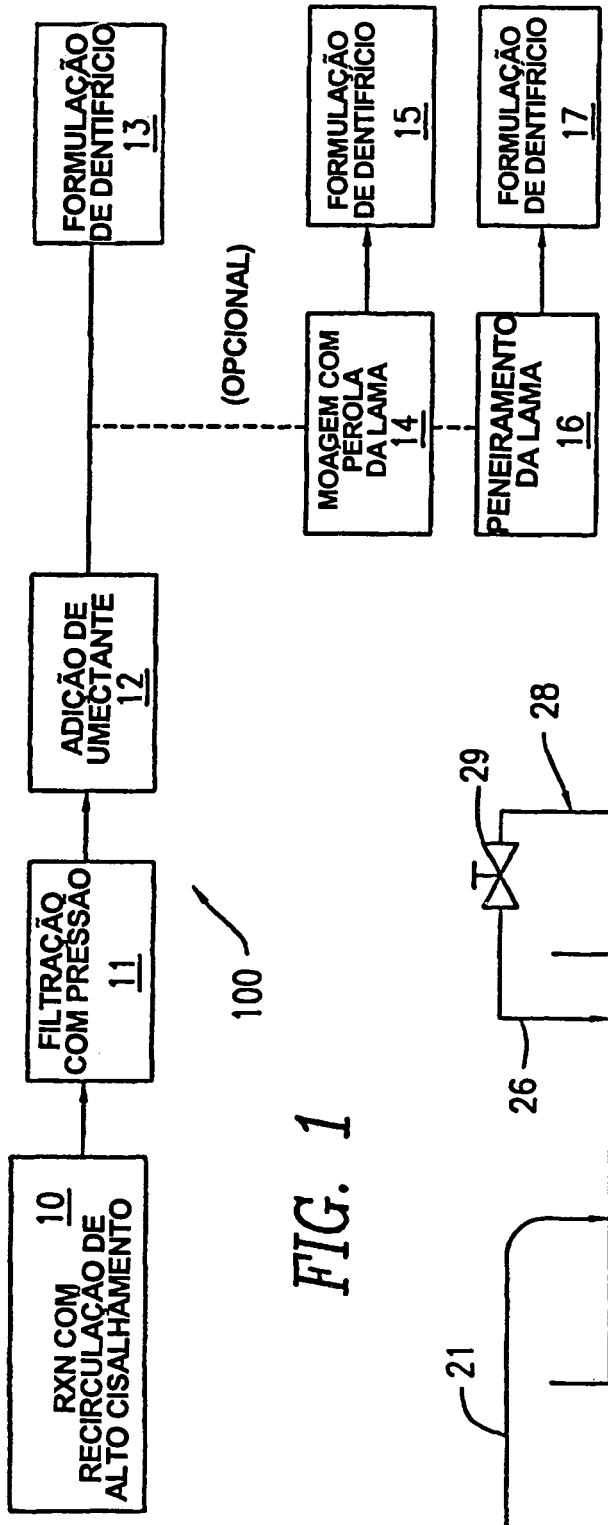
RXN COM RECIRCULAÇÃO DE ALTO CISALHAMENTO 10
FILTRAÇÃO COM PRESSÃO 11
ADIÇÃO DE UMECTANTE 12
FORMULAÇÃO DE DENTIFRÍCIO 13
(OPCIONAL)
MOAGEM COM PÉROLA DA LAMA 14
FORMULAÇÃO DE DENTIFRÍCIO 15
PENEIRAMENTO DA LAMA 16
FORMULAÇÃO DE DENTIFRÍCIO 17
100

FIG. 1

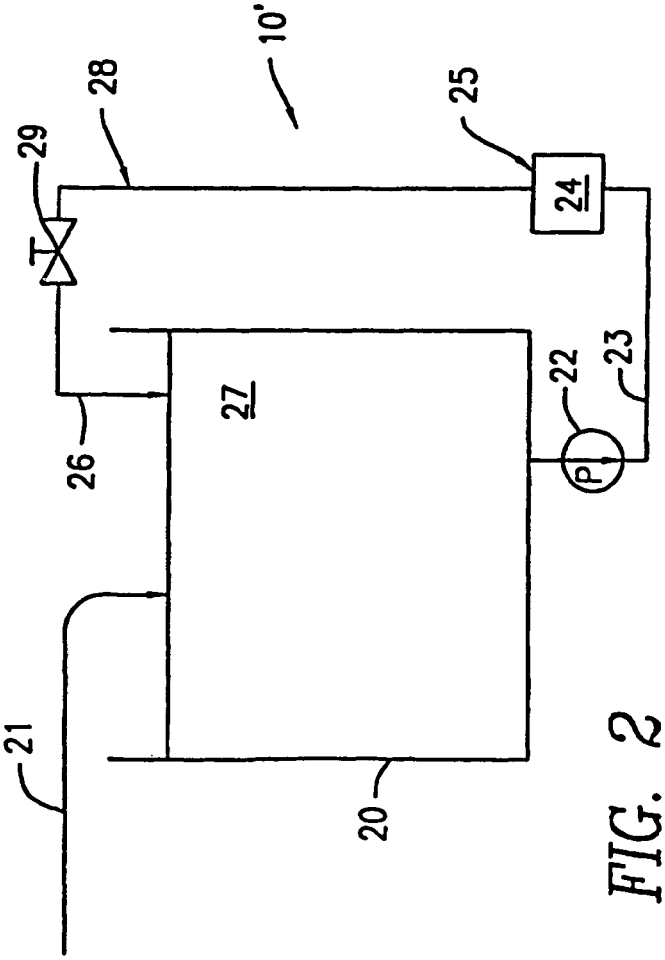
10'
21
20
27
26
29
28
25
24
22
23
P

FIG. 2

## RESUMO

"PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DENTIFRÍCIA, E, COMPOSIÇÃO DENTIFRÍCIA"

Processos de fabricar composições dentifrícias que incluem, como um ingrediente de matéria prima destas, composições abrasivas compreendidas de agentes de polimento abrasivos insolúveis em água colocados em suspensão em um meio líquido em combinação com umectante e as composições dentifrícias únicas fabricadas desta maneira.