



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 181 856**

51 Int. Cl.:
C01B 33/193 (2006.01)
A61Q 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

- 86 Número de solicitud europea: **96309089 .9**
86 Fecha de presentación : **10.01.1997**
87 Número de publicación de la solicitud: **0785169**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **23.07.1997**

54 Título: **Sílices amorfas y composiciones orales.**

30 Prioridad: **19.01.1996 GB 9601084**

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **01.03.2003**

45 Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **01.05.2007**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **01.05.2007**

73 Titular/es: **INEOS Silicas Limited**
Bank Quay
Warrington WA5 1AB, GB

72 Inventor/es: **Stanier, Peter William**

74 Agente: **Dávila Baz, Ángel**

ES 2 181 856 T5

DESCRIPCIÓN

Sílices amorfas y composiciones orales.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a sílices amorfas usadas particularmente como abrasivos en composiciones orales. Más particularmente, la presente invención se refiere a sílices precipitadas amorfas con buenas propiedades de limpieza asociadas con bajas características de abrasión y que son adecuadas para composiciones orales con bajo índice de refracción. La presente invención se refiere además a composiciones orales que contienen tales sílices.

Antecedentes de la invención

Las composiciones de pasta de dientes están bien caracterizadas en la literatura y muchas composiciones se describen en memorias descriptivas de patentes y otra literatura. Las composiciones de pasta de dientes contienen un número de componentes específicos, por ejemplo, agentes abrasivos, fuentes de fluoruro, aglutinantes, conservantes, humectantes, agentes contra la placa, agentes colorantes, agua, aromas y otros ingredientes opcionales.

De estos componentes, el agente abrasivo se requiere para proporcionar la eliminación de la placa y la limpieza apropiadas sin someter al propio diente a una abrasión excesiva. Típicamente, una composición de pasta de dientes contendrá de aproximadamente 5% a aproximadamente 50%, preferiblemente hasta aproximadamente 30%, en peso de abrasivo. Abrasivos usados comúnmente son alúminas, carbonatos cálcicos y fosfato cálcico. Más recientemente, se han adoptado sílices sintéticas debido a su limpieza eficaz, compatibilidad con otros ingredientes y sus propiedades físicas.

Una propiedad importante de una sílice para usarse en formulaciones de pasta de dientes es su capacidad de absorción de aceite. Para un material del mismo tamaño de partícula, esta propiedad se refiere directamente al efecto espesante obtenido cuando se añade la sílice a una formación de pasta de dientes; cuanto mayor es la capacidad de absorción de aceite mayor es el efecto espesante observado. Por lo tanto, cuanto mayor es la capacidad de absorción de aceite, menor es el volumen de sílice que puede incorporarse a la composición de pasta de dientes.

Otra propiedad importante de una sílice para usarse en formulaciones de pasta de dientes es su capacidad para proporcionar la eliminación de manchas y placa apropiada sin someter al propio diente a una abrasión excesiva, es decir, sin dañar la dentina o el esmalte. Normalmente, la capacidad de limpieza se correlaciona con las propiedades de abrasión.

Otra propiedad importante de una sílice para usarse en formulaciones de pasta de dientes transparentes es su índice de refracción aparente. Cualquier pasta de dientes transparente debe caracterizarse por su índice de refracción. Cuando se incorpora un material abrasivo en una pasta de dientes transparente es importante que este material abrasivo permanezca invisible, esto es, que la claridad de la pasta de dientes siga siendo la misma. Esto se alcanza sólo si el material abrasivo tiene un índice de refracción aparente que es igual al índice de refracción de la pasta de dientes. Ahora, las pastas de dientes pueden tener índices de refracción que varían de 1,430 a 1,470. Un índice de refracción por debajo de 1,445 se considera generalmente como un índice de refracción bajo.

En el mercado existe la necesidad de pastas de dientes en forma de geles claros que sean totalmente del color del agua. El método para determinar la claridad en esta invención implica el uso de una carta estándar que consiste en símbolos negros que varían de tamaño sobre un fondo blanco. Este es the RIT Alphanumeric Resolution Test Object, RT 4-74, producido por Graphic Arts Research Center, Rochester Institute of Technology. Se mide la capacidad para discernir los símbolos claramente a través de una muestra de producto de grosor estándar (1 cm). Los símbolos se numeran de -12 a +13. Cuanto mayor sea el número positivo, mayor es la claridad. En la presente invención, se considera que un número de 0 o mayor es característico de una pasta de dientes visualmente clara.

En US-A-5.225.177 se reivindica una sílice amorfa que tiene una humedad de 10%, un pH al 5% de 7, una absorción de aceite de menos de 125 cm³/100 g, un índice de refracción de 1,45. Se indica además que las sílices precipitadas de acuerdo con este documento tienen un valor RDA de al menos 40, preferiblemente de 70 a 120. Se proporciona una descripción detallada del método usado para medir el valor RDA y, bajo el "Experimento de Prueba E", está claro que el valor RDA que se da no es el RDA de la sílice sino el RDA de una pasta de dientes que contiene esta sílice. Por otra parte, en la columna 11, bajo "Cálculos", se hace claro que los valores RDA se dan "para una pasta particular". Ahora bien, no se describe lo que es la naturaleza de la pasta de dientes y, de forma más importante, no se describe la carga de sílice de la pasta de dientes (de 6% a 35% de acuerdo con la columna 5, línea 25). Los valores RDA, por lo tanto, se refieren a la propiedad de abrasión de una pasta de dientes desconocida que contiene una cantidad desconocida de una sílice amorfa específica y no es posible, basándose en US-A-5.225.177, saber cuál es el valor RDA de la sílice.

Ahora, el solicitante de US-A-5.225.177 está comercializando un producto llamado Zeodent 115 (tamaño medio de las partículas 9,3 µm, índice de refracción 1,45, absorción de aceite 110 cm³/100 g), que se cree que es la sílice descrita en US-A-5.225.177. El valor RDA de esta sílice es 97, lo que se considera como una sílice de poco a medianamente abrasiva.

ES 2 181 856 T5

Las sílices disponibles comercialmente pueden clasificarse ampliamente como de baja abrasión si tienen un RDA de menos de 90 y de media abrasión si el RDA está entre 110-150. Muestras de sílices de pastas de dientes disponibles comercialmente se enviaron a Missouri Analytical Laboratories y se determinaron los valores RDA de la sílice con los siguientes resultados:

Nombre de la sílice	RDA
ZEODENT 113	84
ZEODENT 115	97
TIXOSIL 73	83
SIDENT 9	113
SIENT 12	91
SORBOSIL AC77	125
SORBOSIL AC35	110

(NB: Zeodent, Tixosil, Sident y Sorbosil son marcas comerciales registradas de Huber, Rhone Poulenc, Degussa y Crosfield, respectivamente).

A partir de los datos, puede observarse que incluso las sílices de baja abrasión actuales tienen valores RDA relativamente altos y hay una necesidad de una sílice amorfa que tenga un valor RDA mucho menor, que, cuando se incorpore en una composición oral, mantenga buenas características de limpieza. También hay una necesidad de una sílice amorfa tal que no altere la claridad de la composición de pasta de dientes a la que se añade.

En la actualidad, cuando se hace referencia a composiciones orales con buena claridad, la tendencia en la industria es hacia formulaciones con bajos índices de refracción, con el fin de mejorar los costes. Esto es debido a que el índice de refracción de una pasta dental viene gobernado principalmente por su relación humectante/agua, proporcionando las relaciones más altas los índices de refracción más altos. El humectante, por ejemplo sorbitol, es un componente costoso con un alto índice de refracción (> 1,46), mientras que el agua tiene un índice de refracción más bajo y es económica.

Por tanto, existe la necesidad de disponer de composiciones orales de coste más eficaz y que sean transparentes a un índice de refracción por debajo de 1,445, con el fin de reducir al mínimo la cantidad de humectante.

Pruebas y definiciones

i) Absorción de Aceite

La absorción de aceite se determina mediante el método de frotamiento con espátula de ASTM (American Society Of Test Material Standards D, 281).

La prueba se basa en el principio de mezclar aceite de linaza con la sílice frotando con una espátula sobre una superficie lisa hasta que se forma una pasta similar a masilla consistente que no se rompe o se separa cuando se corta con una espátula. El volumen de aceite usado se pone a continuación en la siguiente ecuación:

$$\begin{aligned}\text{Absorción de aceite} &= \frac{\text{cm}^3 \text{ de absorción de aceite} \times 100}{\text{peso de muestra de sílice en g}} \\ &= \text{cm}^3 \text{ de aceite}/100 \text{ g de sílice}\end{aligned}$$

ii) Tamaño Medio de las Partículas en Peso

El tamaño medio de las partículas en peso de la sílice se determina usando un Malvern Mastersizer modelo X, con una lente de 45 mm y una unidad de presentación de la muestra MS15. Este instrumento, fabricado por Malvern Instruments, Malvern, Worcestershire, usa el principio de difracción de Fraunhofer, utilizando un láser de He/Ne de baja energía. Antes de la medida, la muestra se dispersa ultrasónicamente en agua durante 7 minutos para formar una suspensión acuosa.

El Malvern Mastersizer mide la distribución del tamaño de las partículas en peso de la sílice. El tamaño medio de las partículas en peso (d50) o percentil 50, el percentil 10 (d10) y el percentil 90 (d90) se obtienen fácilmente a partir de los datos generados por el instrumento.

ES 2 181 856 T5

iii) *Densidad Aparente Sin Cohesión*

La densidad aparente sin cohesión se determina pesando aproximadamente 180 cm³ (ml) de sílice en un cilindro de medida seco de 250 cm³ (ml), invirtiendo el cilindro diez veces para retirar bolsas de aire y leyendo el volumen asentado final.

$$\text{Densidad aparente sin cohesión} = \frac{\text{peso}}{\text{volumen}} \times 1000 \text{ mg/cm}^3 \text{ (g/l)}$$

iv) *Niveles de Electrolito*

El sulfato se determina gravimétricamente mediante extracción con agua caliente de la sílice, seguido por precipitación con sulfato de bario. El cloruro se determina mediante extracción con agua caliente de la sílice, seguido por valoración con solución estándar de nitrato de plata usando cromato potásico como indicador (método de Mohr).

v) *Pérdida de Humedad a 105°C*

La pérdida de humedad se determina mediante la pérdida de peso de una sílice cuando se seca hasta peso constante en una estufa eléctrica a 105°C.

vi) *Pérdida por Ignición a 1000°C*

La pérdida por ignición se determina mediante la pérdida de peso de una sílice cuando se somete a ignición en un horno a 1000°C hasta peso constante.

vii) *Contenido de Agua Estructural*

El contenido de agua estructural se define por la diferencia entre la pérdida por ignición a 1000°C y la pérdida de humedad a 105°C.

viii) *pH*

Esta medida se lleva a cabo sobre una suspensión al 5% p/p de la sílice en agua desmineralizada en ebullición (libre de CO₂).

ix) *Superficie específica según BET*

La superficie específica se determina usando métodos de adsorción de nitrógeno estándar de Brunauer, Emmett y Teller (BET), usando un método de un solo punto con un aparato Sorpty 1750 suministrado por la compañía Carlo Erba de Italia. La muestra se desgasificó bajo vacío a 270°C durante 1 hora antes de la medida.

x) *Prueba de Abrasión Radiactiva de la Dentina (RDA)*

El procedimiento sigue el método para determinar la abrasividad de un dentífrico, recomendado por the American Dental Association (Journal of Dental Research 55 (4) 563, 1976). En este procedimiento, dientes humanos extraídos se irradian con un flujo de neutrones y se someten a un régimen de cepillado estándar. El fósforo 32 radiactivo retirado de la dentina en las raíces se usa como índice de la abrasión del dentífrico usado. También se mide una suspensión de referencia que contiene 10 g de pirofosfato cálcico en 50 cm³ (ml) de solución acuosa al 0,5% de carboximetilcelulosa sódica y el RDA de esta mezcla se toma arbitrariamente como 100. La sílice precipitada que ha de probarse se prepara como una suspensión de 6,25 g en 50 cm³ (ml) de solución acuosa al 0,5% de carboximetilcelulosa sódica y se somete al mismo régimen de cepillado.

Cuando se prueban las pastas, 25 g de dentífrico en pasta se añaden a 50 cm³ (ml) de agua.

xi) *Índice de Refracción (IR)/transmisión*

La muestra de sílice se dispersa en una gama de mezclas de jarabe de sorbitol (sorbitol al 70%/agua). Después de la desaireación, habitualmente 1 hora, se determina la transmisión de las dispersiones usando un espectrofotómetro a 589 nm; usándose agua como blanco. El índice de refracción de cada dispersión también se mide usando un refractómetro de Abbe.

Una representación gráfica de la transmisión trazada frente al índice de refracción permite determinar el intervalo de índices de refracción a lo largo del cual la transmisión supera 70%. La transmisión máxima de la muestra y el índice de refracción aparente de la sílice al que se obtiene ésta también pueden estimarse a partir de esta gráfica.

Descripción general de la invención

Un primer objetivo de la presente invención es proporcionar una sílice amorfa caracterizada por:

- un valor RDA entre 30 y 70, preferentemente entre 50 y 60,
- una transmisión de luz mayor de 70% a un índice de refracción menor de 1,445, con preferencia entre 1,430 y 1,444, más preferentemente entre 1,436 y 1,444,
- una capacidad de absorción de aceite entre 90 y 145 cm³/100 g, con preferencia entre 100 y 125 cm³/100 g, y
- una superficie específica BET de hasta 350 m²/g.

Preferentemente, la sílice amorfa de la invención presenta un pico de transmisión de luz en la gama de índice de refracción de 1,430 a 1,444, más preferentemente entre 1,436 y 1,444. Esto permite incorporar la sílice en composiciones orales transparentes de bajos índices de refracción.

La sílice amorfa de la invención presente un contenido en agua estructural entre 3,5 y 5%, con preferencia entre 4 y 4,5%, una superficie específica BET de 50 a 350 m²/g, con preferencia entre 50 y 250 m²/g, un pH en solución al 5% entre y 6 y 7,5 y una densidad aparente sin cohesión entre 180 y 300 mg/cm³ (g/l).

Un segundo objeto de la presente invención consiste en proporcionar una composición oral que comprende una sílice amorfa, teniendo dicha sílice amorfo:

- un valor RDA entre 40 y 70, preferentemente entre 50 y 60,
- una transmisión de luz mayor del 70% a un índice de refracción menor de 1,445 y
- una superficie específica BET de hasta 350 m²/g.

Preferentemente, la sílice amorfa es una sílice precipitada que tiene una capacidad de absorción de aceite entre 90 y 145 cm³/100 g, con preferencia entre 100 y 125 cm³/100 g.

El tercer objeto de la presente invención consiste en proporcionar una composición oral visualmente clara que tiene un índice de refracción por debajo de 1,445, con preferencia entre 1,430 y 1,444, más preferentemente entre 1,436 y 1,444, que comprende de 5 a 25% en peso, con preferencia de 10 a 25% en peso, de una sílice amorfa, teniendo dicha composición de pasta de dientes un valor RDA menor de 60, con preferencia menor de 50, preferentemente por encima de 35.

La sílice amorfa es la sílice amorfa de la presente invención.

Esta composición de pasta de dientes es capaz de mantener los dientes humanos limpios y pulidos sin dañar dichos dientes.

En las composiciones orales de acuerdo con la presente invención, el nivel de la sílice amorfa puede variar ampliamente, por ejemplo, dependiendo de la forma física del producto final deseado.

Las composiciones orales particularmente preferidas de la presente invención están en forma de pastas, geles, cremas o líquidos, cuyas propiedades físicas exactas pueden controlarse, por ejemplo, mediante el ajuste adecuado de la relación de sólido a líquido y/o la viscosidad de la fase líquida, por ejemplo seleccionando los contenidos apropiados de componentes adyuvantes, según se describe adicionalmente más adelante.

En modalidades preferidas de la invención, la sílice amorfa de la invención está presente en la composición en una cantidad de 1 a 99% en peso aproximadamente, más preferiblemente de 2 a 60% aproximadamente, aún más preferiblemente de 3 a 40% aproximadamente. En composiciones líquidas o en pasta de la invención, la sílice amorfa de la invención está presente preferiblemente en una cantidad de 1 a 30% en peso aproximadamente, más preferiblemente de 5 a 25% aproximadamente.

Las composiciones orales de la invención pueden contener uno o más componentes adicionales, como se describirá ahora.

Las composiciones orales de la invención comprenden preferiblemente uno o más tensioactivos, seleccionados preferiblemente de tensioactivos aniónicos, no iónicos, anfóteros y zwitteriónicos, y mezclas de los mismos, siendo todos adecuados para uso dental y/u oral.

Tensioactivos aniónicos adecuados pueden incluir jabones, alquil-sulfatos, alquil-éter-sulfatos, alcaril-sulfonatos, alcanoil-isetionatos, alcanoil-tauratos, alquil-succinatos, alquil-sulfosuccinatos, N-alcoil-sarcosinatos, alquil-fosfatos, alquil-éter-fosfatos, alquil-éter-carboxilatos y alfa-olefin-sulfonatos, especialmente sus sales sódicas, magnésicas,

ES 2 181 856 T5

amónicas y de mono-, di- y tri-etanolamina. Los grupos alquilo y acilo contienen generalmente de 8 a 18 átomos de carbono y pueden ser insaturados. Los alquil-éter-sulfatos, alquil-éter-fosfatos y alquil-éter-carboxilatos pueden contener de una a 10 unidades de óxido de etileno u óxido de propileno por molécula, y preferiblemente contienen de 2 a 3 unidades de óxido de etileno por molécula.

Ejemplos de tensioactivos aniónicos preferidos pueden incluir lauril-sulfato sódico, dodecibenceno-sulfonato sódico, lauroil-sarcosinato sódico y coco-monoglicérido-sulfonato sódico.

Tensioactivos no iónicos que pueden ser adecuados para usar en la composición de la invención incluyen ésteres de sorbitán y poliglicerol de ácidos grasos, así como copolímeros de bloques de óxido de etileno/óxido de propileno.

Tensioactivos anfóteros que pueden ser adecuados para usar en las composiciones de la invención incluyen betaínas tales como cocamidopropil-betaína y sulfobetaínas, por ejemplo.

El tensioactivo o los tensioactivos pueden estar presentes en la composición oral de la invención en una cantidad total de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 3% en peso.

El agua es otro componente preferido de las composiciones orales de la invención y puede estar presente en una cantidad de 1 a 90% en peso aproximadamente, preferiblemente de 10 a 60% aproximadamente, más preferiblemente de 15 a 50% aproximadamente y lo más preferiblemente para pastas claras de 1 a 20% aproximadamente.

Las pastas de dientes y las cremas de esta invención también pueden contener humectantes, por ejemplo polioles tales como glicerol, jarabe de sorbitol, polietilenglicol, lactitol, xilitol y jarabe de maíz hidrogenado. La cantidad total de humectante, si está presente, puede estar, por ejemplo, en el intervalo de 10 a 85% aproximadamente en peso de la composición.

En las composiciones orales de la presente invención, se prefiere particularmente que se incluyan uno o más agentes espesantes y/o agentes de suspensión, para dar a la composición las propiedades físicas deseadas (por ejemplo, si es una pasta, una crema o un líquido) y para que la sílice amorfa de la invención permanezca dispersada establemente a través de la composición.

Un medio particularmente preferido para espesar las composiciones orales de la invención es mediante la inclusión de materiales espesantes convencionales tales como sílices espesantes, ejemplos de las cuales ya se han mencionado anteriormente.

Otros agentes de suspensión/espesantes adecuados son bien conocidos en la técnica e incluyen, por ejemplo, poli(ácido acrílico), copolímeros y polímeros reticulados de ácido acrílico, copolímeros de ácido acrílico con un monómero hidrófobo, copolímeros de monómeros que contienen ácido carboxílico y ésteres acrílicos, copolímeros reticulados de ácido acrílico y ésteres de acrilato, ésteres de etilenglicol o ésteres de polietilenglicol (por ejemplo, ésteres de ácido graso del mismo), gomas de heteropolisacárido tales como gomas de xantano y guar, y derivados de celulosa tales como carboximetilcelulosa sódica.

Agentes espesantes particularmente adecuados son goma de xantano y carboximetilcelulosa sódica.

El agente espesante y/o el agente de suspensión (que pueden usarse solos o como mezclas de dos o más de tales materiales) pueden estar presentes en la composición en una cantidad total de 0,1 a 50% en peso aproximadamente; preferiblemente de 0 a 15% aproximadamente, lo más preferiblemente de 1 a 10% aproximadamente para agentes espesantes de sílice; preferiblemente de 0,1 a 5% aproximadamente para agentes de suspensión poliméricos.

Las composiciones de la invención pueden contener uno o más de otros componentes encontrados convencionalmente en composiciones orales. Ingredientes adicionales adecuados incluyen: sustancias saboreantes, por ejemplo hierbabuena, menta verde; edulcorantes artificiales; sustancias perfumantes o que refrescan el aliento; agentes perlescentes; peroxi-compuestos, por ejemplo peróxido de hidrógeno o ácido peracético; opacificadores; pigmentos y colorantes; conservantes; agentes hidratantes; compuestos que contienen fluoruro; agentes anti-carries; agentes anti-placa; agentes terapéuticos tales como citrato de zinc, Triclosan (de Ciba Geigy); proteínas; sales; agentes de ajuste del pH.

Las composiciones de acuerdo con la presente invención pueden prepararse mediante métodos convencionales para preparar composiciones orales. Las pastas y las cremas pueden prepararse mediante técnicas convencionales, por ejemplo usando sistemas de mezcla de alto cizallamiento bajo vacío.

Descripción específica de la invención

La invención será descrita adicionalmente en los siguientes ejemplos con referencia a la Figura 1 la cual representa el RIT Alphanumeric Resolution Test Object, RT 4-74, producido por Graphic Arts Research Center, Rochester Institute of Technology.

ES 2 181 856 T5

Ejemplo 1

Un recipiente de reacción agitado y calentado se usó para la reacción de silicato/ácido.

La operación de mezcla es una característica importante de la reacción de silicato y ácido sulfúrico. Por consiguiente, se han usado especificaciones fijas, como las listadas en Chemineer Inc. Chem. Eng., 26 de Abril de 1976, páginas 102-110, para diseñar el recipiente de reacción agitado y calentado, con deflactor. Aunque el diseño de la turbina es opcional para la geometría de la operación de mezcla, se ha elegido para los experimentos una unidad con álabes inclinados 30°, de 6 álabes, para asegurar una eficacia de mezcla máxima con un cizallamiento mínimo.

Las soluciones usadas en el procedimiento eran como sigue:

a) Soluciones de silicato sódico con una relación molar de $\text{SiO}_2\text{:Na}_2\text{O}$ en el intervalo de 2,2 a 2,7:1 y un contenido de sólidos en el intervalo de 9 a 21,5% en peso.

b) Una solución de ácido sulfúrico de peso específico 1,07 (solución al 11% p/p) a 1,14 (solución al 20% p/p).

Se adoptó el siguiente procedimiento en la preparación de las sílices precipitadas. Los valores de las concentraciones de reactantes, los volúmenes, las temperaturas y las etapas de envejecimiento se dan en la Tabla 1.

(A) dm^3 (litros) de agua se pusieron en el recipiente con (C) dm^3 (litros) de solución de silicato sódico y (B) gramos de electrolito. A continuación, esta mezcla se agitó y se calentó hasta (H) °C.

(D) dm^3 (litros) de silicato sódico y (F) dm^3 (litros) de ácido sulfúrico se añadieron a continuación simultáneamente durante (G) minutos a (H) °C. Los caudales de las soluciones de silicato y ácido eran uniformes a lo largo del período de adición para asegurar que se mantuviera un pH constante, en el intervalo de 9 a 11,5, en el recipiente.

La solución de ácido sulfúrico se añadió a continuación durante un período de (J) minutos hasta el extremo final del pH (K) del conjunto.

A continuación, la suspensión final se filtró y se lavó con agua para retirar el electrolito en exceso. Típicamente, para una aplicación a una pasta de dientes, el electrolito residual debe ser menos de 2% sobre una base en peso seco. Después de lavar, la torta de filtración en cada ejemplo se secó instantáneamente para retirar el agua rápidamente de la sílice de modo que se mantuviera la estructura, y se molió hasta el intervalo de tamaño de partícula deseado.

Las sílices precipitadas obtenidas tenían las propiedades expresadas sobre una base en peso seco listadas en la Tabla 2.

TABLA 1

Prueba	Ejemplo 1
Capacidad recipiente, dm^3 (litros)	64
Volumen agua (A), dm^3 (litros)	11,9
Electrolito (B) (gramos)	300
Tipo de electrolito	Na_2SO_4
Relación silicato $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ en peso	2,26
Concn. SiO_2 en silicato (% p/p)	14,24
Vol. silicato (C), dm^3 (litros)	0,19
Vol. silicato (D), dm^3 (litros)	18,5
Concn. ácido (% p/p)	17,6
Vol. Acido I (F), dm^3 (litros)	9,4
Tiempo de sol (G) (mins.)	40

ES 2 181 856 T5

TABLA 1 (continuación)

Prueba	Ejemplo 1
Temperatura (H) (°C)	88
Tipo de adición de ácido II (J) (mins.)	9,5
pH límite del conjunto (K)	3,5

TABLA 2

Prueba	Ejemplo 1
RDA sílice	49
% Max. Transmisión	98
A un índice de refracción de	1442
Absorción de aceite (cm ³ (mls)/100 g)	120
PH	6,2
A.p.s. (μm)	7.3
Pérdida de humedad @ 105°C	4,5
Pérdida por ignición @ 1000°C	8,5
SA (m ² /g)	75
SO ₄ ²⁻ (%)	0,1
Cl ⁻ (%)	0,01
Densidad aparente sin cohesión mg/cm ³ (g/l)	285

Ejemplos 2 y 3

La sílice amorfa preparada en la forma descrita en el Ejemplo 1 se formuló a una carga de 8 y 10% para producir formulaciones de pastas dentales transparentes.

Las formulaciones generales fueron con sigue:

Ingrediente	Ejemplo 2 (% p/p)	Ejemplo 3 (% p/p)
Sorbitol	58,0	58,0
Agua	14,99	13,74
Sílice de la invención (Ejemplo 1)	8,0	8,75
Sorbosil TC15 (*)	9,5	8,75
Otros ingredientes activos	hasta 100%	hasta 100%
Índice de refracción	1,4386	1,4425
Índice de claridad	+ 3	+ 13

Los valores RDA de estas pastas de dientes fueron menores de 60.

(*) Sorbosil TC15 es sílice espesante producida por Crosfield ltd.

Estas formulaciones produjeron pastas visualmente claras, especialmente la del Ejemplo 3 que tenía una claridad excepcional.

REIVINDICACIONES

1. Una sílice amorfa que tiene:

- un valor RDA entre 40 y 70,
- un transmisión de luz mayor del 70% a un índice de refracción menor de 1,445,
- una capacidad de absorción de aceite entre 90 y 145 cm³/100 g
- una superficie específica BET de 50 a 350 m²/g y
- un pico de transmisión de luz en el intervalo del índice de refracción de 1,430 a 1,444.

2. Una sílice amorfa según la reivindicación 1, **caracterizada** porque tiene un valor RDA entre 50 y 60.

3. Una sílice amorfa según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada** porque tiene una transmisión de luz mayor del 70% a un índice de refracción entre 1,436 y 1,444.

4. Una sílice amorfa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada** porque tiene una capacidad de absorción de aceite entre 100 y 125 cm³/100 g.

5. Una sílice amorfa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada** porque presenta un contenido en agua estructural entre 3,5 y 5%, un PH en una suspensión al 5% comprendido entre 6 y 7,5 y una densidad aparente sin cohesión comprendida entre 180 y 300 mg/cm³.

6. Una composición oral que comprende una sílice amorfo, **caracterizada** porque dicha sílice presenta:

- un valor RDA entre 40 y 70,
- una transmisión de luz mayor del 70% a un índice de refracción menor de 1,445,
- una superficie específica BET de 50 a 350 m²/g y
- Un pico de transmisión de luz en el intervalo de índice de refracción de 1,430 a 1,444.

7. Una composición oral visualmente clara que tiene un índice de refracción por debajo de 1,445, **caracterizada** porque comprende de 5 a 25% en peso de una sílice amorfa, teniendo la composición oral un valor RDA menor de 60 y teniendo la sílice:

- un valor RDA entre 40 y 70,
- un transmisión de luz mayor del 70% a un índice de refracción menor de 1,445
- una capacidad de absorción de aceite entre 90 y 145 cm³/100 g,
- una superficie específica BET de 50 a 350 m²/g y
- un pico de transmisión de luz en el intervalo de índice de refracción de 1,430 a 1,444.

8. Una composición oral visualmente clara según la reivindicación 7, **caracterizada** porque tiene un índice de refracción entre 1,436 y 1,444 y un valor RDA menor de 50 y mayor de 35.

9. Una sílice amorfa según la reivindicación 1 o una composición según la reivindicación 7 u 8, **caracterizada** porque la sílice tiene una superficie específica BET de hasta 250 m²/g.

Figura 1

