



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

(21) **PI0710369-7 A2**

(22) Data de Depósito: 17/04/2007
(43) Data da Publicação: 09/08/2011
(RPI 2118)



(51) *Int.Cl.:*
A61Q 11/00 2006.01
A61K 8/21 2006.01
A61K 8/19 2006.01
A61K 8/25 2006.01
A61K 8/36 2006.01

(54) Título: **COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES E PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES**

(30) Prioridade Unionista: 27/09/2006 EP 061213534,
26/04/2006 IN 0652/MUM/2006, 26/04/2006 IN 0652/MUM/2006,
27/09/2006 EP 061213534

(73) Titular(es): UNILEVER N.V

(72) Inventor(es): NAND SANMUKHDAS BIJLANI, PHILIP
CHRISTOPHER WATERFIELD, SHARAD MUKUND KILPADY,
SUPESH JAIN

(74) Procurador(es): Kátia Jane Ferreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007053743 de 17/04/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/122146 de 01/11/2007

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES E PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES Uma composição de pasta de dentes que compreende um composto de cálcio abrasivo, um sal de fluoreto, um silicato de metal alcalino e um sal escolhido na classe que compreende os citratos de metais alcalinos.



**“COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES E PROCESSO PARA PREPARAR
UMA COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES”
“CAMPO DA INVENÇÃO”**

A presente invenção trata de uma composição de pasta de dentes
5 e mais particularmente de uma pasta de dentes que possui boa estabilidade do
fluoreto e física.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Os dentífrícios contêm geralmente um abrasivo que ajuda na
limpeza dos dentes. Uma classe de abrasivos comumente usados compreende
10 compostos insolúveis de cálcio, magnésio ou alumínio, isto é, alumina,
carbonato de cálcio, fosfato dicálcio dihidrato. Entre eles, as pastas de dentes
que contêm abrasivos à base de um composto de cálcio são conhecidas como
pastas de dente à base de carbonato de cálcio. As pastas de dente à base de
carbonato de cálcio são geralmente opacas. Outra classe de abrasivos
15 comumente usados na fabricação de pastas de dentes são as sílicas. Quando
sílicas abrasivas cuidadosamente selecionadas são usadas na preparação de
dentífrícios, podem ser preparadas pastas de dente de tipo gel que possuem
uma aparência transparente ou translúcida. Diversos outros aditivos têm sido
tradicionalmente adicionados às pastas de dente para conferir vários benefícios
20 em termos de cuidados orais. As pastas de dente que contêm fluoreto têm sido
geralmente muito eficazes para prover benefícios anticárie.

Observou-se que a estabilidade química do fluoreto nas pastas de
dentes à base de carbonato de cálcio não é muito boa. O documento
GB999857 (1965) descreve uma pasta de dentes que compreende um abrasivo
25 de sal de magnésio ou de cálcio substancialmente insolúvel, uma quantidade
terapêutica de fluoreto de metal alcalino e sílica suficiente na forma
hidrossolúvel, de preferência silicato de metal alcalino, para fornecer uma pasta
de dentes que possui uma disponibilidade melhorada de fluoreto.

Os inventores da presente invenção descobriram durante sua ampla pesquisa destinada a fornecer uma pasta de dentes à base de carbonato de cálcio com uma estabilidade melhorada que embora o silicato de metal alcalino melhore a estabilidade do fluoreto nessas pastas de dente, ocorrem outros problemas relacionadas com a estabilidade do produto encontrada associada com essas formulações. Os inventores da presente invenção descobriram que essas pastas de dentes apresentam sinérese durante um armazenamento particularmente sob temperaturas elevadas. A sinérese é um fenômeno em que o sabor, a água e outros componentes hidrossolúveis se separam da fase semi-sólida ou pastosa principal. Os inventores da presente invenção trabalharam assiduamente para resolver esse problema e chegaram a uma solução que envolve a inclusão de uma classe seletiva de sais que faz com que essas pastas de dentes confirmem a estabilidade de fluoreto necessária mantendo ao mesmo tempo a estabilidade de fase desejada durante armazenamentos prolongados. As composições de pasta de dentes da presente invenção apresentam uma estabilidade física melhorada durante um período prolongado de armazenamento sem qualquer separação da fase líquida. Quando armazenados em diferentes temperaturas, a composição de pasta de dentes apresenta a estabilidade desejada de fluoreto com melhora da integridade e da estabilidade do produto. As composições apresentam também um atrativo visual elevado durante o armazenamento prolongado sob temperaturas baixas, ambientes e altas.

O documento WO02030381 (Block Drug Co) descreve uma composição anidra para reduzir a hipersensibilidade da dentina e remineralizar a superfície exposta da dentina que compreende um agente dessensibilizante escolhido entre um sal de metal alcalino em que o metal alcalino é o estrôncio ou o potássio e o ânion é o bicarbonato, o citrato, o cloreto, o nitrato ou o acetato, um sal de cálcio hidrossolúvel e um ingrediente incompatível escolhido

entre silicato hidrossolúvel, sais de fosfato hidrossolúveis e sais de fluoreto hidrossolúveis. Essa publicação descreve composições anidras, que não incluem carbonato de cálcio como abrasivo e portanto não preconiza a solução para um problema encontrado na estabilização do fluoreto nesse tipo de pastas de dentes.

Assim, embora muitos sais, tais como descritos na arte anterior acima tenham sido usados em composições para o cuidado oral, inclusive em pastas de dentes, nenhuma delas revela uma solução para o problema encontrado na estabilização do fluoreto em formulações de pasta de dentes à base de carbonato de cálcio que mantivesse ao mesmo tempo sua estabilidade física durante períodos prolongados de armazenamento.

A presente invenção tem assim por objeto fornecer uma pasta de dentes que apresenta estabilidade de fluoreto aumentada em comparação com as composições da arte anterior.

A presente invenção tem ainda por objeto fornecer uma pasta de dentes que apresenta estabilidade de fluoreto aumentada e que mantém ao mesmo tempo a integridade física desejada durante períodos de armazenamento prolongados.

“DESCRIÇÃO RESUMIDA DA INVENÇÃO”

A presente invenção propõe, de acordo com um de seus aspectos, uma composição de pasta de dentes que compreende um composto de cálcio abrasivo, um sal de fluoreto, um silicato de metal alcalino e um sal escolhido na classe que compreende citratos de metal alcalino.

É particularmente preferido que o sal de fluoreto seja o mono fluoro fosfato de sódio. É ainda mais particularmente preferido que o referido sal seja o citrato de tripotássio.

A presente invenção propõe, de acordo com outro aspecto, um processo para preparar uma composição de pasta de dentes que compreende

um composto de cálcio, um sal de fluoreto, um silicato de metal alcalino e um sal escolhido entre a classe que compreende os citratos de metais alcalinos, processo esse que compreende as etapas de:

(i) misturar o referido sal em água e outros ingredientes opcionais como umectantes para preparar uma solução

(ii) adicionar o composto de cálcio abrasivo à referida solução com agitação para preparar uma mistura uniforme

(iii) adicionar e misturar o silicato de metal alcalino seguido do sal de fluoreto de sódio à referida mistura para preparar a pasta de dentes.

“DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO”

A presente invenção fornece uma pasta de dentes à base de carbonato de cálcio que possui uma estabilidade de fluoreto melhorada bem como uma estabilidade física melhorada durante o armazenamento prolongado. A pasta de dentes da presente invenção compreende um composto de cálcio abrasivo, um sal de fluoreto, um silicato de metal alcalino e um sal escolhido a classe que compreende citratos de metais alcalinos.

O composto de cálcio abrasivo é escolhido entre o carbonato de cálcio natural finamente moído (FGNC), o carbonato de cálcio precipitado (PCC) ou o fosfato dicálcico dihidrato (DCPD). Entre esses compostos de cálcio, o FGNC e o PCC são particularmente preferidos. Não somente o FGNC é um abrasivo menos oneroso e mais amplamente disponível, mas constata-se também que a melhora na estabilidade do fluoreto e a estabilidade de fase da pasta de dentes é melhor nas pastas de dente à base de FGNC. O composto de cálcio abrasivo está presente em uma quantidade situada na faixa de 20 a 70%, e mais preferencialmente de 25% a 50% em peso da composição.

Um sal de fluoreto está presente na composição de pasta de dentes da presente invenção. Os sais de fluoreto apropriados são o fluoreto de sódio, o mono fluoro fosfato de sódio ou o fluoreto de potássio, de preferência o

mono fluoro fosfato de sódio (SMFP). Os sais de fluoreto estão de preferência presentes em uma quantidade situada na faixa de 0,3% a 1,5% em peso da pasta de dentes.

Um silicato de metal alcalino está presente na composição de pasta de dentes da presente invenção. O metal alcalino pode ser sódio ou potássio, de preferência sódio. Assim, o silicato de sódio é o silicato de metal alcalino mais particularmente preferido presente na pasta de dentes da presente invenção. O silicato de sódio pode geralmente ser utilizado como uma solução aquosa a 10% a 40%, sendo mais comuns as soluções a 30%. O silicato de sódio está disponível como um silicato de sódio neutro ou um silicato de sódio alcalino. O silicato de sódio neutro é preferido na composição de pasta de dentes a presente invenção. O sódio com razões variáveis de $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$ pode ser utilizado. O silicato de sódio com uma razão $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$ na faixa 3,0 a 3,8 é preferido, e a faixa mais particularmente preferida situa-se entre 3,25 e 3,5. O silicato de metal alcalino está presente em uma quantidade de 0,1 a 5,0% com base no peso seco em relação ao peso da composição. Assim, uma solução a 30% de silicato de sódio é adicionada à composição em uma quantidade situada na faixa de 0,3 a 16,0%.

O sal é escolhido entre a classe que compreende os citratos de metais alcalinos, ou seja, o sal pode ser um citrato mono, di ou tri sódico ou potássico. Dentre esses sais, o citrato tripotássico é particularmente preferido. Observou-se que qualquer um desses sais, quando incorporados à pasta de dentes da presente invenção, confere excelente estabilidade física à pasta de dentes. Além disso, no armazenamento em condições extremas de temperatura, isto é, de 6 a 50°C, durante períodos prolongados de tempo de até três meses, a incorporação desses sais também confere propriedades de superfície muito boas tais como maciez e conservação em forma de fita.

A pasta de dentes da presente invenção compreende um sabor. O

sabor pode ser hortelã-pimenta, hortelã-comum, mentol ou uma combinação desses sabores. Observou-se no passado que a estabilidade desses sabores em pastas de dentes à base de carbonato de cálcio que contém fluoreto é baixa. Descobriu-se de modo surpreendente que não somente a composição
5 da presente invenção fornece boa estabilidade do fluoreto além de estabilidade física da pasta de dentes durante o armazenamento, mas também a estabilidade e o impacto do sabor é ainda melhor quando comparado com pastas de dentes similares da arte anterior. O sabor está presente em uma quantidade situada na faixa de 0,5 a 2% em peso da composição.

10 A pasta de dentes também compreende outros ingredientes clássicos, por exemplo, um umectante. Os umectantes preferidos são sorbitol, polietileno glicol, xilitol, ou glicerina. O umectante está presente em uma quantidade situada na faixa de 5 a 40% com base no peso seco em relação ao peso da composição. A pasta de dentes compreende água. A quantidade
15 preferida de água situa-se na faixa de 10 a 50% em peso da composição.

A composição de pasta de dentes da presente invenção possui de preferência uma estabilidade de fluoreto tal que a concentração de fluoreto após armazenamento até 50°C durante três meses seja pelo menos 80% da concentração inicial de fluoreto e a pasta de dentes não apresente nenhuma
20 sinérese visível.

A composição da presente invenção pode compreender também outros ingredientes tais como agentes adoçantes, agentes antimicrobianos, ligantes, agentes espessantes, agentes tampões, agentes para melhorar o brilho, corantes e conservantes.

25 A presente invenção será agora ilustrada por meio de exemplos não limitativos.

EXEMPLOS

Nos exemplos a seguir, os exemplos comparativos estão

indicados por letras e os exemplos de acordo com a presente invenção por números. Os níveis dos componentes estão indicados por porcentagens em peso.

TABELA 1

COMPOSIÇÕES

5

Componente	Exemplos				
	A	B	1	C	D
Carbonato de Cálcio	40	40	40	40	40
Sorbitol	20	20	20	15	15
Sílica espessante	5	5	5	5	5
Lauril sulfato de sódio	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Água	34	33	32	30,7	30,8
Mono fluoro fosfato de sódio	0,76	0,76	0,76	0,76	0,76
Solução de silicato de sódio aqu. (30% ad.)	-	1,5	1,5	2,5	2,5
Citrato tripotásico	-	-	0,5	-	-
Fosfato de sódio	-	-	-	0,49	-
Sulfato de potássio	-	-	-	-	0,57
Outros	para 100	para 100	para 100	para 100	para 100

O teor de fluoreto (F) das diversas composições de pasta de dentes indicadas acima foi medido antes e depois do armazenamento por meio do processo indicado a seguir.

MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FLUORETO

10

Uma porção de pasta é fervida com ácido hidrolórico diluído e qualquer flúor hidrolisável contendo complexos são quebrados para liberar o íon fluoreto. A atividade do íon fluoreto é medida com um eletrodo de fluoreto.

O eletrodo de fluoreto utilizado foi o Orion 94 – 09 e o eletrodo de referência de junção única presente na pasta é calculado por comparação com uma curva de calibração preparada por meio do aumento medido na atividade do íon fluoreto produzido pela adição de quantidades conhecidas de íon fluoreto. A linearidade da resposta e a inclinação de Nerst do eletrodo são determinadas diariamente por um método de standardização gráfica.

Em uma primeira série de testes, as composições da Tabela 1 foram armazenadas a 40°C durante três meses. O teor de fluoreto (F) em ppm e a aparência/estabilidade física da pasta de dentes foram anotados. Os resultados estão resumidos na Tabela 2.

TABELA 2

ESTABILIDADE DURANTE O ARMAZENAMENTO DAS COMPOSIÇÕES DA TABELA 1

Atributo	Exemplo				
	A	B	1	C	D
Inicial (F)	1000	1000	1000	812	805
Final (F)	596	594	808	254	254
Estabilidade Física*	Aceitável	Separação de Fase	Boa	Aceitável	Aceitável

A presente invenção fornece assim uma pasta de dentes que contém fluoreto à base de carbonato de cálcio que possui uma estabilidade de fluoreto elevada e boa estabilidade do fluoreto durante um armazenamento prolongado em comparação com as pastas de dentes utilizadas na arte anterior.

Composições de acordo com a Tabela 3 foram também preparadas e armazenadas sob diversas condições por vários meses. A Tabela 4 indica as estabilidades observadas durante o armazenamento, e os resultados mostram uma estabilidade do fluoreto mais elevada e uma maior

estabilidade do sabor para as composições de acordo com a presente invenção.

TABELA 3**OUTRAS COMPOSIÇÕES**

Componente	Exemplos	
	E	2
Carbonato de cálcio (FGNC)	40	40
Sorbitol	20	20
Sílica precipitada	3,5	3,5
Lauril sulfato de sódio	2,5	2,5
Monofluorofosfato de sódio	0,80	0,80
Dióxido de sódio	0,80	0,80
Solução de silicato de sódio aquosa (30% ad.)	-	1,50
Citrato tripotássico	-	0,5
Ortofosfato trissódico	0,6	-
SMCM 9 M (antiga Hércules)	0,65	-
SMCM 9 H (antiga Hércules)	-	0,90
Sacarina sódica	0,25	0,25
Glicerofosfato de cálcio	0,13	0,13
Formaldeído (37%)	0,04	0,04
Sabor (hortelã-pimenta)	1,00	1,00
Água	para 100	para 100

5

TABELA 4**ESTABILIDADE DURANTE O ARMAZENAMENTO DAS COMPOSIÇÕES DA TABELA 3**

Atributo	Período (meses) + condições	Exemplos	
		E	2
[F] (ppm)	1 à temperatura ambiente	908	936
	3 à temperatura ambiente	812	916
	6 à temperatura ambiente	700	904

Atributo	Período (meses) + condições	Exemplos	
[F] (ppm)	1 a 45°C	878	912
	3 a 45°C	776	908
	6 a 45°C	494	892
Sabor	1 à temperatura ambiente	OK	OK
	3 à temperatura ambiente	OK	OK
	5 à temperatura ambiente	Satisfatória	Satisfatória
Sabor	1 a 45°C	OK	OK
	3 a 45°C	Aceitável	Aceitável
	5 a 45°C	quase nenhuma	Aceitável

REIVINDICAÇÕES

1. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, que compreende um composto de cálcio abrasivo, um sal de fluoreto, um silicato de metal alcalino e um sal escolhido na classe que compreende os citratos de metais
5 alcalinos.
2. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com a reivindicação 1 em que o referido sal é o citrato tripotássico.
3. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com a reivindicação 1 ou na reivindicação 2 em que o composto de cálcio abrasivo é
10 escolhido entre o carbonato de cálcio natural finamente moído (FGNC), o carbonato de cálcio precipitado (PCC) ou o fosfato dicálcico dihidrato (DCPD).
4. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com a reivindicação 3 em que o composto de cálcio abrasivo é o FGNC.
5. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com
15 qualquer uma das reivindicações anteriores em que o composto de cálcio abrasivo está presente em uma quantidade que varia de 20 a 70% em peso da composição.
6. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores em que o sal de fluoreto é o mono
20 fluoro fosfato de sódio (SMFP).
7. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores em que o silicato de metal alcalino é o silicato de sódio.
8. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com
25 qualquer uma das reivindicações anteriores em que o silicato de sódio é um silicato de sódio neutro que possui uma razão $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$ que varia na faixa de 3,0 a 3,8.
9. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com

qualquer uma das reivindicações anteriores em que o silicato de metal alcalino está presente em uma quantidade situada na faixa de 0,1 a 5% com base no peso seco em relação ao peso da composição.

10. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com
5 qualquer uma das reivindicações anteriores que compreende o referido sal em uma quantidade que varia na faixa de 0,1 a 2% em peso da composição.

11. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores que compreende um sabor.

12. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com a
10 reivindicação 11 em que o sabor é hortelã-pimenta, hortelã-comum, mentol ou uma combinação desses sabores.

13. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com a reivindicação 11 ou 12 em que o sabor está presente em uma quantidade que varia na faixa de 0,5 a 2% em peso da composição.

15 14. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores que compreende um umectante.

15. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com a reivindicação 14 em que o referido umectante é escolhido entre o sorbitol, o polietileno glicol, o xilitol, ou a glicerina.

20 16. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com a reivindicação 14 ou 15, em que o umectante está presente em uma quantidade situada na faixa de 5 a 40% com base no peso seco em peso da composição.

17. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores que compreende água em uma
25 quantidade situada em uma faixa de 10 a 50% em peso da composição.

18. COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores que possui uma estabilidade do fluoreto de pelo menos 80% da concentração de fluoreto inicial e nenhuma

sinergia visível após um armazenamento até 50°C durante três meses.

20. PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores que compreende as etapas de:

5 (i) misturar o referido sal em água e outros ingredientes opcionais como umectantes para preparar uma solução

(ii) adicionar o composto de cálcio abrasivo à referida solução com agitação para preparar uma mistura uniforme

10 (iii) adicionar e misturar o silicato de metal alcalino seguido do sal de fluoreto de sódio à referida mistura para preparar a pasta de dentes.

RESUMO**“COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES E PROCESSO PARA PREPARAR
UMA COMPOSIÇÃO DE PASTA DE DENTES”**

Uma composição de pasta de dentes que compreende um
5 composto de cálcio abrasivo, um sal de fluoreto, um silicato de metal alcalino e
um sal escolhido na classe que compreende os citratos de metais alcalinos.