



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **93-00404**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **25.03.1993**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate: **27.03.1992 US 7/858 928**

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.03.1998 BOPI nr. **3/1998**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 3840657; 4599363

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **COLGATE PALMOLIVE COMPANY, NEW YORK 10022, US**

(73) Titular: **COLGATE PALMOLIVE COMPANY, NEW YORK 10022, US**

(72) Inventatori: **CATIIS ROLANDO, RAHWAY, NEW JERSEY, US; CABANAS ROBIN S.,
SOMERSET, NEW JERSEY, US; BINSHTOCK JOSEPH, EAST BRUNSWICK, NEW
JERSEY, US**

(74) Mandatar: **CABINET ENPORA S.R.L. (AGENȚIE INTERNAȚIONALĂ DE BREVETE ȘI MĂRCI)
BUCUREȘTI**

(54) **MATERIAL NE-NEWTONIAN, DE TIP PASTĂ DE DINȚI SAU
SPUMĂ DE DINȚI, ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A ACESTUIA**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un material ne-Newtonian, de tip pastă sau spumă de dinți, constituit din 1... 40 % din cel puțin un solvent neapos, 0,05... 5 % din cel puțin un agent de gelifiere sau îngroșare, până la 50 % agent de lustruire, până la 75 % agent antibacterian necationic, insolubil în apă, până la 5 % agent anticalcul, până la 3 % material activ de suprafată, până la 1,5 % agent de parfumare, 0... 5000 ppm ioni de fluorură, conținuți de un compus conținând fluorură, până la 3 % material polimer, până la 5 % alchil fosfat de metal alcalin, până la 5 % alchil fosfat de metal alcalin și până la 100 % apă, procente fiind exprimate în greutate, cu o viscozitate de 0,1... 0,5 % la 6,3 radiani/s de cel puțin 700 Pascal-secunde și valoarea lui G' de 0,10... 0,5 % la 6,3 radiani/s de cel puțin 4000 dine/cm². Invenția se referă și la un procedeu de obținere a compoziției care conține următoarele etape: a. formarea, în condiții lipsite de vid, la o temperatură de 32,22 până la 54,44°C, a unei prime suspensii omogene, cu o viscozitate mică, a cel puțin unui solvent

neapos și a unui agent de îngroșare sau gelifiere; b. formarea unei a doua suspensii omogene, cu viscozitate mică, în condiții lipsite de vid, la o temperatură de 32,22 până la 54,44°C, această a doua suspensie omogenă, cu viscozitate mică, conținând apă și cel puțin un ingredient activ; c. formarea unui amestec cu viscozitate mică și a unei doua suspensii cu viscozitate mică, prin amestecarea, cu forfecare mare, în condiții lipsite de vid, la o temperatură de 32,22 până la 54,44 °C, timp de 0,1 până la 5s; d. transformarea, în condiții lipsite de vid și fără amestecare, la o temperatură de 18,33 până la 48,89°C, timp de 20 până la 60 min, a acestui amestec cu viscozitate mică, într-un amestec ne-newtonian; e. dezaerarea acestui amestec ne-newtonian, în condiții de vid, la o temperatură de 26,67 până la 48,89°C, pe o perioadă de timp de 0,05 până la 3 s, pentru a se forma un material de tip pastă sau spumă, ne-newtonian; f. trecerea materialului ne-newtonian, de tip pastă de dinți sau spumă, printr-un filtru de site.

Revendicări: 14
Figuri: 1

RO 112988 B1



Prezenta invenție se referă la un material ne-newtonian, de tip pastă sau spumă de dinți și procedeul de obținere, material utilizat în igiena dentară.

Produsele dentare cum sunt pastele de dinți, spumele dentare conțin agenți insolubili abrazivi și/sau de lustruire, ce se utilizează la îndepărtarea plăcilor, petelor și a altor depuneri de pe dinți și folosesc, de asemenea, la lustruirea dinților.

Conform unui procedeu cunoscut, de fabricare a produselor dentare, în timpul fabricării, produsele dentare sunt supuse la temperaturi ridicate și la vid, pe perioade lungi. Aceste condiții provocă, în timpul procesului de fabricare, o pierdere a substanțelor volatile, cum sunt agenții de parfumare.

Pastele de dinți se pot fabrica prin multe și diferite tehnici, care sunt cunoscute. O astfel de tehnică este prezentată în brevetul **US 3. 840. 657** din 8 octombrie 1974, în care se fabrică o compoziție pentru pastă de dinți, prin prepararea unui amestec alcătuit dintr-un vehicul lichid, un agent de gelifiere și un agent de lustruire, scoaterea gazului din acest amestec, prepararea unui al doilea amestec dintr-un detergent organic sintetic și un vehicul lichid pentru acesta și degazarea acestui amestec prin aducerea acestui amestec la o temperatură ridicată și, în final, combinarea primului amestec cu cel de al doilea. La fabricarea pastelor de dinți, în mod invariabil, componentele sub formă de pulbere trebuie să fie amestecate și dispersate cu celelalte ingrediente lichide conținute în produsul final ca pastă de dinți. Trebuie să se aibă grijă să se înlăture aerul în timpul amestecării interne a pulberilor pentru a se preîntîmpina intrarea aerului în pasta rezultată.

Diferite metode cunoscute sunt descrise în referințele bibliografice standard ca, *Cosmetics: Science and Technology*, a lui Sagarin, volumul 1, paginile 510-511, publicată în Interscience Publishers, Inc. (1972). O astfel de metodă este amestecarea unei mase de pastă sub vid pentru a îndepărta aerul

încorporat. Viteza de îndepărtare va depinde în general de cantitatea de aer și de construcția amestecătorului. Aerul mai poate fi îndepărtat prin amestecarea la presiune atmosferică urmată de utilizarea unui desaerator continuu cum este Versator procurat de la Cornell Machine Co. Eficacitatea desaerării va fi în funcție de cantitatea de aer prezentă în masa de pastă.

În brevetul **US 2.751.328**, se prezintă un procedeu continuu de fabricare a pastelor de dinți. Procedeul din acest brevet prezintă o metodă similară cu cea din invenție, dar diferă prin mijloacele de formare a pastei și spumei dentare care necesită menținerea suspensiei componentelor la o temperatură de peste 60°C pînă la 132,22°C cu un timp de ședere de 3-5 minute sub agitare. Aceste condiții ale procedurii prezentat în brevetul **US 2.751.328**, din cauza temperaturii ridicate, a timpului de ședere și a agitării, produce compoziții care nu au valori G' îmbunătățite, vîscozități complexe mărite, stabilitatea produsului, parfum sau dispersia particulelor îmbunătățite în compozițiile care sunt comparabile cu compozițiile prezentei invenții, din cauza formării incomplete a matricei de polimer.

În brevetul **US 4.599.363** se descrie un procedeu continuu pentru fabricarea de produse dentare. La fel ca procedeele în șarje descrise anterior, acest brevet descrie un procedeu în care se utilizează temperaturi ridicate și perioade prelungite de vid.

Se cunosc numeroase compoziții de paste de dinți care au la bază agenți de lustruire, agenți anticalcul, fosfați.

Prezenta invenție se referă la un material nenewtonian, de tip pastă sau spumă de dinți, constituit din 1-40% din cel puțin un solvent neapos, 0,05-5% din cel puțin un agent de gelifiere sau îngroșare, pînă la 50% agent de lustruire, pînă la 75% agent antibacterian necationic insolubil în apă, pînă la 5% agent anticalcul, pînă la 3% material activ de suprafață, pînă la 1,5% agent de parfumare, 0-5000 ppm ioni de fluorură conținuți de un compus conținînd fluorură, pînă la 3% material

polimer, pînă la 5% alchil fosfat de metal alcalin, pînă la 5% fosfat de metal alcalin și pînă la 100% apă, procentele fiind exprimate în greutate, vîscuozitatea fiind 0,1-0,5% la 6,3 radiani/secundă de cel puțin 700 Pascal-secunde și valoarea lui G' de 10,1-0,5% la 6,3 radiani/s de cel puțin 4000 dine/cm²; agentul de gelifiere este o gumă naturală sau sintetică, carboximetilceluloză sodică, hidroxietyl metil celuloză sodică, argile și amestecul lor; agentul de lustruire este ales dintre: carbonat de calciu, silice coloidală, silice cristalină, aluminosilicat complex, hidroxid de aluminiu, silicat de aluminiu, fosfat dicalcic dihidrat și xerogeluri de siliciu și amestecuri ale lor; materialul activ de suprafață este un compus conținînd sulfat; compusul conținînd fluorură este o sare anorganică de fluorură; materialul polimer este un copolimer al metil-vinil-eterului cu anhidrida maleică; fosfatul de metal alcalin este un pirofosfat de metal alcalin.

Procedeul de obținere a compoziției constă în:

a. Formarea în condiții lipsite de vid la o temperatură de 32,22°C pînă la 54,44°C a unei prime suspensii omogene cu o vîscuozitate mică de cel puțin un solvent neapos și un agent de îngroșare sau gelifiere;

b. Formarea unei a doua suspensii omogene cu o vîscuozitate mică în condiții lipsite de vid la o temperatură de 32,22°C pînă la 54,44°C, această a doua suspensie omogenă cu vîscuozitate mică conținînd apă și cel puțin un ingredient activ;

c. Formarea unui amestec cu vîscuozitate mică din prima suspensie cu vîscuozitate mică și a doua suspensie cu vîscuozitate mică prin amestecarea cu forfecare mare în condiții lipsite de vid la o temperatură de 32,22°C pînă la 54,44°C timp de 0,1 pînă la 5 s;

d. Transformarea în condiții lipsite de vid și fără amestecare la o temperatură de 18,33°C pînă la 48,89°C, timp de 20 min, pînă la 60 min a acestui amestec cu o vîscuozitate mică într-un amestec ne-Newtonian;

e. Dezaerarea acestui amestec nenewtonian în condiții de vid, la o

temperatură de 26,67°C pînă la 48,89°C pe o perioadă de timp de la 0,5 pînă la 3 s, pentru a se forma un material de tip pastă sau spumă de dinți;

f. Trecerea materialului ne-Newtonian de tip pastă sau spumă de dinți printr-un filtru de site.

Conform prezentei invenției formarea primei suspensii omogene cu o vîscuozitate mică se face prin adăugarea sub agitare la 100 pînă la 400 rpm timp de 5 pînă la 20 de minute a agentului de gelifiere la solventul neapos; formarea celei de adoua suspensii cu vîscuozitate mică constă în adăugarea sub agitare la 100 pînă la 400 rpm timp de 5 pînă la 30 de minute a cel puțin unui agent de lustruire și a cel puțin unul din ingredientele active; formarea suspensiei cu vîscuozitate mică constă din amestecarea primei suspensii cu vîscuozitate mică cu cea de a doua suspensie cu vîscuozitate mică într-un amestecator static introdus în flux; în scopul hidratării și umflării agentului de gelifiere, amestecul cu vîscuozitate mică se transformă într-un amestec ne-Newtonian prin menținerea amestecului cu vîscuozitate mică într-un vas, fără amestecare la o temperatură de 32,22°C pînă la 48,89°C timp de 15 pînă la 30 minute; un amestec de apă, solvent neapos și agent de îngroșare sau gelifiere se transformă într-un amestec ne-Newtonian în condiții de vid și fără amestecare la o temperatură de 18,33°C pînă la 48,89°C; modalitatea de dezaerare și lustruire a amestecului ne-Newtonian printr-un Versator pentru a se transforma materialul sub formă de pastă sau spumă.

Procedeul din prezenta invenție este prezentat în figura 1. Un prim vas de amestecare 10 conține un prim mijloc de amestecare 12 cum ar fi un agitator. Este prevăzut cel puțin cel puțin un prim rezervor 14 pentru materiale solide 11, iar acest prim rezervor 14 comunică cu primul vas de amestecare 10 printr-o conductă 15. Un prim vas 18 este prevăzut pentru furnizarea de apă primului vas de amestecare 10, iar acest prim vas 18 comunică cu primul vas de amestecare 10 printr-o a doua conductă 17. Al doilea

vas de amestecare 20 conține al doilea mijloc de amestecare 22 cum ar fi un agitator. Se prevede cel puțin un al doilea rezervor 24 pentru agentul lichid de gelifiere 21, acest al doilea rezervor 24 comunicând cu al doilea vas de amestecare 20 prin a treia conductă 25. Pentru furnizarea solventului neapos celui de al doilea vas de amestecare 20 este prevăzut un al doilea vas 28, vasul 28 comunicând cu al doilea vas de amestecare 20 printr-o a patra conductă 27. Conducta a cincea 30 și respectiv conducta a șasea 32 sunt în comunicare de fluid cu vasul de amestecare 10 și respectiv cu al doilea vas de amestecare 20. De asemenea conductele 30 și 32 comunică cu intrarea într-un amestecător static 34. O a șaptea conductă 36 comunică cu ieșirea din amestecătorul static 34 pe flux și cu un vas de maturare 38. O a opta conductă 40 comunică pe flux cu vasul de maturare 38 și cu intrarea în vasul Versator 42 care are un mijloc de vidare 44. Versatorul 42 comunică cu un rezervor colector 46 printr-o conductă 48, a noua, iar rezervorul colector 46 comunică cu o intrare a pompei 51 printr-o a zecea conductă 52. Pe o conductă de descărcare 54 este amplasat un pachet de site 56, iar conducta de descărcare 54 este în comunicare cu ieșirea pompei 51. Celălalt capăt al conductei de descărcare 54 este pentru descărcarea produsului într-un vas de depozitare 58. Vasul de amestecare 20 asigură mijlocul pentru prepararea celei de a doua suspensii cu vîscozitate mică din apă și din ingredientele solide și lichide ale materialului de tip pastă sau spumă fără solventul neapos și agentul de gelifiere, iar concentrația ingredientilor este de aproximativ 36 pînă la 80% în greutate. Amestecarea are loc în condiții în care nu se face vid, deci în condiții atmosferice în vasul de amestecare 20 la o temperatură de aproximativ 32,22°C pînă la aproximativ 54,44°C timp de circa 5 pînă la 30 minute, cu viteză de amestecare de aproximativ 100 pînă la 400 rpm, mai preferabil de aproximativ 200 la 300 rpm. Vasul de amestecare 10 asigură mijlocul pentru formarea primei suspensii cu

vîscozitate mică din solventul neapos și agentul de gelifiere, în care concentrația agentului de gelifiere este de aproximativ 9 pînă la 29% în greutate, mai preferabil de aproximativ 10 la 26% în greutate. Amestecul din vasul de amestecare 10 se obține în condiții în care nu este vid, în condiții atmosferice, timp de aproximativ 5 la 30 minute, la o temperatură de aproximativ 32,22°C pînă la 54,44°C, cu o viteză de amestecare de aproximativ 100 pînă la 400 rpm, mai preferabil de aproximativ 200 pînă la 300 rpm. Mijlocul pentru formarea amestecului cu vîscozitate mică din suspensia cu vîscozitate mică din apă și ingrediente lichide și solide și din suspensia cu vîscozitate mică din solventul neapos și agentul de gelifiere constă în trecerea celor două suspensii cu vîscozitate mică printr-un mixer static 34 situat în fluxul aparaturii în condiții lipsite de vid, la presiunea atmosferică și la o temperatură de aproximativ 32,22°C pînă la aproximativ 54,44°C, timpul de ședere în mixerul static 34 situat pe flux fiind de aproximativ 0,05 pînă la 3 secunde. Modul de transformare a amestecului cu vîscozitate mică într-un amestec ne-Newtonian cu vîscozitate mare constă în păstrarea amestecului cu vîscozitate mică într-un tanc de maturare 38 în condiții în care nu este vid, fără amestecare sub agitare, la o temperatură de 37,78°C pînă la 48,89°C timp de aproximativ 15 minute pînă la 60 minute, mai preferabil aproximativ 15 minute pînă la 30 minute, la presiunea atmosferică, deci fără vid. Prin aplicarea condițiilor fără vid și fără agitare sau fără amestecare, se formează un produs hidratat mai uniform, cu proprietăți ne-Newtoniene îmbunătățite și cu mai puțin aer încorporat în comparație cu produsele formate în condiții de agitare și/sau vid. Cînd se întrebuintează încălzirea și răcirea și agitarea în timpul etapei de hidratare, se formează o rețea polimerică mai slabă, în care este insuficientă umectare și încorporarea de particole solide în rețeaua polimerului, așa cum se arată în brevetul SUA nr. 2.751.328. Conform prezentei invenții, o hidratare lentă la o temperatură

esențial constantă în condiții fără amestecare permite maximizarea formării matricei de polimer care asigură o umectare și o încorporare corespunzătoare a particulelor solide în matricea polimerului. Modul de dezaerare și de lustruire a amestecului ne-Newtonian trecându-l în materialul de tip pastă sau spumă care are o valoare G' pe un interval de la 0,1 la 0,5% la 6,3 radiani/secundă de cel puțin aproximativ 4.000 dine/cm² și o vâscozitate complexă pe un interval de la 0,1 la 0,5% la 6,3 radiani/secundă de cel puțin aproximativ 700 Pascali-secunde, constă în trecerea amestecului ne-Newtonian prin Versator 42 la o temperatură de aproximativ 26,67°C până la aproximativ 48,89°C, sub un vid de aproximativ 690 până la aproximativ 720 mm, iar timpul de ședere în Versator 42 este de circa 0,05 până la circa 3 s, mai preferabil de circa 0,1 până la circa 2 secunde. Materialele sub formă de spumă sau pastă ne-Newtonian, cum este pasta de dinți, se trec printr-un pachet de site filtru de 0,007 inch 56, printru a se obține produsul final. Materialul sub formă de spumă sau pastă ne-Newtonian cum ar fi un produs cosmetic, o pastă de dinți sau o spumă dentară, având o valoare G' pe un interval de la 0,1 la 0,5% la 6,3 radiani/secundă de cel puțin aproximativ 4.000 dine/cm², mai preferabil de cel puțin 5.000 dine/cm² și cel mai preferabil de cel puțin 5.500 dine/cm² și o vâscozitate complexă pe un interval de la 0,1 la 0,5% la 6,3 radiani/secundă de cel puțin aproximativ 700 Pascali-secunde, mai preferabil de aproximativ 800 Pascali-secunde și cel mai preferabil de aproximativ 900 Pascali-secunde conține aproximativ în greutate:

a. până la 70%, mai preferabil 1 până la 40% din cel puțin un solvent neapos;

b. 0,05 până la 5%, mai preferabil 0,1 până la 3,5% din cel puțin un agent de gelifiere, unul dintre agenții de gelifiere trebuie să fie un agent acid de gelifiere și anume un polimer anionic neutralizat cu legături de reticulare metalice;

c. până la 50%, mai preferabil 0,5 până la 50% și cel mai preferabil 0,5 până

la 40% din cel puțin un agent de lustruire;

d. până la 30%, mai preferabil 0,5% până la 25% un agent de îngroșare sau umflare;

e. 0,05 până la 3%, mai preferabil 0,1 până la 2,5 din cel puțin un material activ de suprafață;

f. până la 1,5%, mai preferabil 0,15 la 1,25% dintr-un agent de parfumare;

g. un compus care conține fluorură într-o cantitate suficientă pentru a asigura până la 5.000 ppm ioni fluorură;

h. până la 0,75%, mai preferabil 0,1 până la 0,5% un agent antibacterian necationic, insolubil în apă;

i. până la 3%, mai preferabil 0,1 până la 2,5% dintr-un material polimer în formă de peliculă;

j. până la 5%, mai preferabil 0,5 până la 4% din cel puțin un agent contra pietrei de dinți;

K. până la 5% fosfat de metal alcalin;

L. apă.

Compozițiile conform prezentei invenții prezintă o creștere de două până la cinci ori a valorilor lui G' ale lor și vâscozitate complexă pentru aceleași formulări față de cele produse prin procedeul în șarje care au valori ale lui G' de 2.000 dine/cm² și o vâscozitate complexă de 400 Pascal-secunde.

La preparatele orale cum sunt cele pentru îngrijirea danturii, este prezent un vehicul acceptabil oral, incluzând de obicei o fază apoasă cu un solvent neapos. În prezenta invenție, faza lichidă din apă și solventul neapos, obicei, cuprinde cel puțin aproximativ 10% în greutate din preparatul bucal. Un solvent neapos tipic este de preferință propilenglicolul, care este prezent ca o parte din solventul neapos, pentru a solubiliza agentul antimicrobian necationic practic insolubil în apă. Restul de solvent neapos este de obicei glicerina și/sau sorbitolul. Apa este prezentă în mod obișnuit în proporție de cel puțin circa 3% în greutate și glicerina și/sau sorbitolul de obicei totalizează aproximativ 6,5-75% în greutate din preparatul oral, mai tipic aproximativ 10-75% în greutate și împreună cu solventul

neapos de solubilizare, componentele esențiate ale solventului neapos de obicei reprezintă aproximativ 7-80% în greutate din compoziția orală. Referința făcută aici la sorbitol este pentru materialul cunoscut în comerț în soluții apoase de aproximativ 70% concentrație.

Pe lângă solventul neapos pentru solubilizare, propilenglicol, se pot întrebuița și alți solvenți de solubilizare care nu afectează negativ activitatea antibacteriană în preparatele orale. Aceștia sunt dipropilenglicolul, metilcelosolv, etilcelosolv, uleiul de măsline, uleiul de ricin, acetatul de amidon, acetatul de etil, tristearatul de glicerină și benzoatul de benzil.

Pastele de dinți, spumele și gelurile conțin de obicei un agent de îngroșare natural sau sintetic, un agent de întărire sau gelifiere în proporții de aproximativ 0,1 până la aproximativ 10%, de preferință de aproximativ 0,5 la 5% procente în greutate. Ca îngroșător corespunzător este hectoritul sintetic, o argilă complexă din silicat de magneziu și metal alcalin, sintetică, coloidală disponibilă de exemplu ca Laponite (e.f. CP, SF 2002,D).. Analiza Laponite D arată, aproximativ în greutate, 58% SiO_2 , 25,40% MgO , 3,05% Na_2O , 0,98% Li_2O , apă în cantitate mică și urme de metale. Greutatea sa specifică reală este de 2,53 și are o densitate aparentă în vrac (g/ml la 8% umiditate) de 1.

Alți agenți de îngroșare corespunzători sunt mușchiul irlandez, i-carageenanul, gumă tragacanta, amidonul, polivinilpirolidonă, hidroxietyl-propilceluloză, hidroxietyl-metilceluloză, hidroxietylceluloză, (de exemplu Natrosol), carboximetilceluloză sodică și silice coloidală ca cea existentă ca Syloid (244) și Syloident 15 fin mărunțite.

Agentii aditivi de suprafață se întrebuițază în compozițiile din prezenta invenție pentru a se realiza o acțiune profilactică îmbunătățită, a ajuta la amănunțita și completa dispersie a agentului anticalcul, dacă este prezent, în întreaga cavitate bucală și pentru a face prezentele compoziții mai acceptabile din punct de vedere cosmetic. Materialul

organic activ de suprafață este de preferință anionic, neionic sau amfoteric ca natură și este preferabil să se întrebuițeze ca agent activ de suprafață un material detergent care conferă compoziției proprietăți detergente și de spumare. Ca exemple corespunzătoare de agenți activi de suprafață anionici sunt sărurile solubile în apă ale monosulfatilor de monogliceride de acizi grași superiori, cum este sarea de sodiu a monogliceridei monosulfatate a acizilor grași din uleiul de nucă de cocos hidrogenat, sulfatii de alchil superior cum este laurilsulfatul de sodiu, alchilarilsulfonații cum este dodecilbensensulfonatul de sodiu, sulfoacetații de alchil superior, esterii de sulfoacetați de alchil superior cu acizii grași superiori ai 1,2-dihidroxipropansulfonatului și acilamidele alifactice superioare complet saturate ale compușilor acizi alchil inferior-amino-carboxilici cum sunt cei care au 12 până la 16 atomi de carbon în acidul gras, în radicalul alchil sau aril și alții. Exemple dintre amidele menționate la urmă sunt N-laurilsarcosina și sărurile de sodiu, potasiu și cu etanolamina ale N-lauril-, N-miristol- sau N-palmitoil-sarcosinei care trebuie să fie complet lipsite de săpun sau material similar de acizi grași superiori. Utilizarea acestor compuși ai sarcosinei în compozițiile orale ale prezentei invenții este deosebit de avantajoasă, pentru că aceste materiale prezintă un efect prelungit și remarcabil în inhibarea formării de acid în cavitatea bucală din cauza descompunerii carbohidratului pe lângă exercitarea unei anumite reduceri a solubilității emailului dintelui în soluții acide. Ca exemple de agenți activi de suprafață neionici solubili în apă sunt produșii de condensare ai etilenoxidului cu diferiți compuși ce conțin hidrogen activ, reacționează cu aceștia care au lanțuri lungi hidrofobe (de exemplu lanțuri alifactice cu 12 la 20 atomi de carbon), produși de condensare („etoxameri”) care conțin porțiuni de polioxietilenă hidrofile, cum sunt produșii de condensare ai poli(etilenoxidului) cu acizii grași, alcoolii grași, amidele grase, alcoolii polihidrici (de exemplu monostearatul de sorbitan) și

polipropilenoxidul (de exemplu materiale Pluronic).

Un agent activ de suprafață este de obicei prezent în compoziție în proporție de pînă la 5% în greutate, mai preferabil de aproximativ 0,05 la 3,5% în greutate. Agentul activ de suprafață poate ajuta la dizolvarea agentului antibacterian necationic și astfel la diminuarea cantității de solvent neapós de solubilizare care este necesar.

Cînd compoziția prezentată în această invenție este o compoziție dentară, ea conține în general un material de lustruire acceptabil dentar. Ca exemple de materiale de lustruire sunt substanțele insolubile în apă metafosfat de sodiu, metafosfat de potasiu, fosfat tricalcic, fosfat de calciu deshidratat, fosfat dicalcic anhidru, pirofosfat de calciu, ortofosfat de magneziu, fosfat trimagnezic; carbonat de calciu, silicat de aluminiu, silicat de zirconiu, silice, bentonită și amestecuri ale acestora.

Alte materiale de lustruire corespunzătoare sunt rășinile termostabile în particole descrise în brevetul **US 3.070510** cum sunt melamino-fenol și ureo-formaldehidice și poliepozii și poliesterii reticulați. Materialele de lustruire preferate sunt silicea cristalină cu mărimea particolelor de pînă la 5μ, o mărime medie a particolei de pînă la 1,1 μ și o arie a suprafeței de pînă la 50.000cm²/g, silicagelul sau silicea coloidală și aluminosilicatul complex amorf de metal alcalin.

Cînd se întrebunțează geluri care vizual sunt transparente sau opace, sunt deosebit de folositori agenți de polisare ca silicea coloidală, cum sunt cele vîndute sub marca comercială SYLOID ca SYLOID 72 și SYLOID 74 sau sub marca comercială SANTOCEL ca SANTOCEL 100 sau silicații complecși de metal alcalin și aluminiu, pentru că sunt compatibili cu structura de tip gel și au indicii de refracție apropiați de indicii de refracție ai sistemelor lichide așe ale agentului de gelifiere (care conțin apă și/sau umectant) utilizate de obicei în produsele dentare.

Multe din materialele de lustruire așa-numite „insolubile în apă”, au caracter anionic și mai cuprind cantități mici de material solubil. Astfel, metafosfatul de sodiu insolubil se poate forma în orice mod corespunzător așa cum se arată în dicționarul lui Thorpe al *Chimiei Aplicate* volumul 9, ediția 4-2, paginile 510-511. Formele de metafosfat de sodiu cunoscute ca sarea Madrell și sarea Kuroi sunt alte exemple de materiale utile.

Acești metafosfați manifestă numai o foarte mică solubilitate în apă și de aceea sunt denumiți de obicei metafosfați insolubili (IMP). Există în ei o cantitate de fosfat solubil ca impurități, de obicei cîteva procente, ca pînă la 4% procente în greutate. Cantitatea de material fosfat insolubil, care se presupune că conține un trimetafosfat de sodiu solubil în cazul metafosfatului de sodiu insolubil, poate fi redusă sau eliminată prin spălare cu apă dacă se dorește. Metafosfatul de metal alcalin insolubil se întrebunțează de obicei sub formă de pulbere cu o mărime a particulelor astfel încît nu mai mult de circa 1% din material să fie mai mare de 37 microni.

Materialul de lustruire este în general prezent în compozițiile de spumă, pastă sau gel dentar în concentrații de pînă la 50% procente în greutate.

Sursele de ioni de fluorură din compozițiile dentare, dacă există, sau componenta care asigură fluorul, dacă există, ca agenți anticarie sunt bine cunoscute în specialitate ca agenți contra cariilor. Acești compuși pot fi puțin solubili în apă sau pot fi în întregime solubili în apă. Ei sunt caracterizați prin ușurința lor de a pune în libertate ionii de fluorură în apă și prin lipsa reacțiilor nedorite cu alte componente ale preparatului. Printre aceste materiale sunt fluorurile anorganice, cum sunt sărurile solubile de metale alcaline, metale alcalino-pămîntoase, sau de exemplu fluorura de sodiu, fluorura de potasiu, fluorura de amoniu, fluorura de calciu, o fluorură de cupru ca fluorura cuproasă, fluorura de zinc, fluorura de bariu, fluorosilicatul de sodiu, fluorosilicatul

de amoniu, fluorozirconatul de sodiu, fluorizirconatul de sodiu, monofluorofosfatul de sodiu, fluorizirconatul de sodiu, monofluorofosfatul de sodiu, mono- și difluorofosfatul de aluminiu și pirofosfatul de sodiu și calciu fluorurat. Fluorurile de metal alcalin și de staniu, cum sunt fluorurile de sodiu (MFP) și stanoasă și amestecurile lor, sunt cele preferate.

Cantitatea de compus care asigură fluorul este dependentă într-o anumită măsură de tipul de compus, de solubilitatea acestuia și de tipul de preparat oral, dar trebuie să fie o cantitate netoxică, în general de aproximativ 0,0005 până la aproximativ 3% din preparat. Într-un preparat dentar, de exemplu un gel dentar și o pastă de dinți sau o spumă de dinți, este considerată satisfăcătoare o cantitate de asemenea compus care degajă până la aproximativ 5.000 ppm ion fluorură în greutate din preparat. Se poate utiliza orice cantitate minimă dintr-un astfel de compus, dar este de preferat să se întrebuițeze suficient compus pentru a pune în libertate aproximativ 300 până la 5.000 ppm, mai preferabil 800 până la 2.000 ppm ion fluorură.

De obicei, în cazurile fluorurilor de metale alcaline, această componentă este prezentă în proporție de până la 5% în greutate, raportat la greutatea preparatului, de preferință în intervalul de la aproximativ 0,05% până la aproximativ 2,5%. În cazul monofluorofosfatului de sodiu, compusul poate fi prezent în proporție de aproximativ 0,1 la 8%, mai preferabil aproximativ 0,35 la 7,6%.

Compoziția din prezenta invenție poate să conțină o cantitate eficientă de agent antibacterian necationic contra plăcii, practic insolubil în apă, ales din grupul constituit în principal din difenileteri halogenați și compuși fenolici și aproximativ până la 3% în greutate dintr-un policarboxilat anionic sintetic care are o greutate moleculară de aproximativ 1.000 la 1.000.000, pentru care solventul neapós este un agent de solubilizare ales din grupul constituit din propilenglicol, dipropilenglicol, metilcelosolv, etilcelosolv, ulei de măsline, ulei de ricin, acetat de

amil, acetat de etil, tristearat de glicerină și benzoat de benzil care trebuie să fie amestecați cu cel puțin unul dintre glicerină și/sau sorbitol. Cantitatea de agent solubilizant trebuie să fie suficientă pentru a dizolva agentul antibacterian.

Ca exemple tipice de agenți antibacterieni necationici insolubili în apă, care sunt deosebit de indicați din cauza eficacității antiplacă, siguranței și a formulării sunt

Difenileteri halogenați:

-eterul 2',4,4'-triclór-2-hidroxidifenilic (Triclosan)

-eterul 2,2'-dihidroxi-5,5'-dibrom-difenilic

Compuși fenolici

(incluzînd fenolul și omologii săi, halofenoli mono- și polialchil și aromatici, rezorcina și derivații săi, compuși bisfenolici și salicilanilidele halogenate)

Fenolul și omologii săi

-fenol

-metil-fenol

-metil-fenol

-metil-fenol

-etilfenol

-2,4-dimetilfenol

-2,5-dimetilfenol

-3,4-dimetilfenol

-2,6-dimetilfenol

-4-*n*-propilfenol

-4-*n*-butilfenol

-4-*n*-amilfenol

-4-*tert*-amilfenol

-4-*n*-hexilfenol

-4-*n*-heptilfenol

Halofenoli *mono*- și *poli*-alchil și aromatici:

-meti-*p*-clorfenol

-etil-*p*-clorfenol

-*n*-propil-*p*-clorfenol

-*n*-butil-*p*-clorfenol

-*n*-amil-*p*-clorfenol

-*sec*-amil-*p*-clorfenol

-*n*-hexil-*p*-clorfenol

-ciclohexil-*p*-clorfenol

-*n*-heptil-*p*-clorfenol

-*n*-octil-*p*-clorfenol

-*o*-clorfenol

-metil-*o*-clorfenol

-etil-*o*-clorfenol

-*n*-propil-*o*-clorfenol

- <i>n</i> -butil- <i>o</i> -clorfenol	
- <i>n</i> -amil- <i>o</i> -clorfenol	
- <i>tert</i> -amil- <i>o</i> -clorfenol	
- <i>n</i> -hexil- <i>o</i> -clorfenol	
- <i>n</i> -heptil- <i>o</i> -clorfenol	5
- <i>p</i> -clorfenol	
- <i>o</i> -benzil- <i>p</i> -clorfenol	
- <i>o</i> -benzil- <i>m</i> -metil- <i>o</i> -clorfenol	
- <i>o</i> -feniletil- <i>p</i> -clorfenol	
- <i>o</i> -feniletil- <i>m</i> -metil- <i>p</i> -clorfenol	10
-3-metil- <i>p</i> -clorfenol	
-3,5-dimetil- <i>p</i> -clorfenol	
-6-etil-3-metil- <i>p</i> -clorfenol	
-6- <i>n</i> -propil-3-metil- <i>p</i> -clorfenol	
-6-izo-propil-3-metil- <i>p</i> -clorfenol	15
-2-etil-3,5-dimetil- <i>p</i> -clorfenol	
-6- <i>sec</i> .butil-3-metil- <i>p</i> -clorfenol	
-2-izopropil-3,5-dimetil- <i>p</i> -clorfenol	
-6-dimetil-3-metil- <i>p</i> -clorfenol	
-6-izopropil-2-etil-3-metil- <i>p</i> -clorfenol	20
-2- <i>sec</i> .amil-3,5-dimetil- <i>p</i> -clorfenol	
-2-dietilmetil-3,5,-dimetil- <i>p</i> -clorfenol	
-6 <i>sec</i> .octil-3-metil- <i>p</i> -clorfenol	
- <i>p</i> -bromfenol	
-metil- <i>p</i> -bromfenol	25
-etil- <i>p</i> -bromfenol	
- <i>n</i> -propil- <i>p</i> -bromfenol	
- <i>n</i> -butil- <i>p</i> -bromfenol	
- <i>n</i> -amil- <i>p</i> -bromfenol	
- <i>sec</i> .amil- <i>p</i> -bromfenol	30
- <i>n</i> -hexil- <i>p</i> -bromfenol	
-ciclohexil- <i>p</i> -bromfenol	
- <i>o</i> -bromfenol	
- <i>tert</i> .amil- <i>o</i> -bromfenol	
- <i>n</i> -hexil- <i>o</i> -bromfenol	35
- <i>n</i> -propil- <i>m</i> , <i>m</i> -dimetil- <i>o</i> -bromfenol	
-2-fenilfenol	
-4-clor-2-metilfenol	
-4-clor-3-metilfenol	
-4-clor-3,5-dimetilfenol	40
-4,4-diclor-3,5-dietilfenol	
-3,4,5,6-tetrabrom-2-metilfenol	
-5-metil-2-pentilfenol	
-4-izopropil-3-metilfenol	
-5-clor-2-hidroxidifenilmetan	45
Rezorcina și derivații săi:	
-rezorcina	
-metil-rezorcina	
-etil-rezorcina	
- <i>n</i> -propil-rezorcina	50
- <i>n</i> -butil-rezorcina	

- <i>n</i> -amil-rezorcina	
- <i>n</i> -hexil-rezorcina	
- <i>n</i> -heptil-rezorcina	
- <i>n</i> -octil-rezorcina	
- <i>n</i> -nonil-rezorcina	
-fenil-rezorcina	
-benzil-rezorcina	
-feniletil-rezorcina	
-fenilpropil-rezorcina	
- <i>p</i> -clorbenzil-rezorcina	
-5-clor-2,4,-dihidroxidifenilmetanul	
-4'-clor-2,4-dihidroxidifenilmetanul	
-5-brom-2,4-dihidroxidifenilmetanul	
-4'-brom-2,4-dihidroxidifenilmetanul	
-4'-brom-2,4-dihidroxidifenilmetanul	

Compuși bisfenolici

-2,2'-metilenbis(4-clorfenol)	
-2,2'-metilenbis(3,4,6-triclorfenol)	
-2,2'-metilenbis(4-clor-6-bromfenol)	
- <i>bis</i> (2-hidroxi-3,5-diclorfenil)sulfură	
- <i>bis</i> (2-hidroxi-5-clorbenzil)sulfură	

Dacă se întrebuintează un agent antibacterian necationic în compoziția dentară, el este prezent în compoziția orală într-o cantitate eficientă anti-placă, de obicei pînă la 0,75% în greutate, mai preferabil aproximativ 0,1 pînă la 0,5%. Agentul antibacterian este complet insolubil în apă, ceea ce înseamnă că eventuala sa solubilitate este mai de circa 1% în greutate în apă la 25°C și poate fi chiar sub aproximativ 0,1%.

Difenileterul halogenat preferat este triclosanul. Compușii fenolici preferați sunt hexil-rezorcina și 2,2'-metilenbis(4-clor-6-bromfenolul). Cel mai de preferat compus anti-placă antibacterian este triclosan. Triclosanul este descris în brevetul **US 4.022.880** prezentat mai sus ca agent antibacterian în compoziție cu un agent anticalculi care asigură ioni de zinc. De asemenea, el este descris ca un agent antiplacă într-un produs dentar formulat astfel ca să conțină o fază de agent activ de suprafață sub formă de cristel lichid lamelar avînd un spațiu mai mic de aproximativ 6 mm și care eventual poate să conțină o sare de zinc, în cererea de Brevet European publicată nr. **0161898** a lui Lane și alții și într-un produs dentar conținînd citrat de zinc trihidrat în cererea

de Brevet European publicată nr. **0161899** a lui Saxton și alții. Policarboxilatul polimer anionic care are o greutate moleculară de aproximativ 1.000 pînă la aproximativ 1.000.000, de preferință de aproximativ 30.000 pînă la aproximativ 500.000 a fost utilizat pentru optimizarea eficacității cu anticalcul a sărurilor polifosfat deshidratate linear, așa cum prezintă Gaffar și alții în brevetul **US 4.627.977**. El este, de asemenea, folositor la mărirea degajării și la reținerea agentului antibacterian neionic și antiplacă pe suprafețele dentare.

Polimerul anionic sintetic, cum este un policarboxilat polimer, este un inhibitor al enzimei alcaline fosfatază. Policarboxilații polimeri anionici sintetici și complexii lor cu diferite germicide cationice, zincul și magneziul au fost prezentate anterior ca agenți anticalcul, de exemplu în brevetul **US 3.429.963** al lui Shedlovsky; brevetul **US 4.152.420** al lui Gaffar; brevetul **US 3.956.480** al lui Dichter și alții; brevetul **US 4.138.477** al lui Gaffar și brevetul **US 4.183.914** al lui Gaffar și alții. Este de la sine înțeles că policarbonații polimeri anionici sintetici descriși în aceste brevete se pot folosi în compozițiile și în procedeul din prezenta invenție, de aceea ele constituie referințe bibliografice.

Policarboxilații polimeri anionici sintetici întrebuițați în prezenta invenție la formarea compozițiilor de tip gel sunt cunoscuți, fiind întrebuițați sub forma sărurilor lor neutralizate, solubile în apă, cu metale alcaline (de exemplu potasiu și de preferință sodiu) sau de amoniu. Sunt preferați copolimerii 1:4 pînă și 4:1 ai anhidridei sau acidului maleic cu un alt monomer nesaturat etilenic polimerizabil, de preferință vinileterul (anhidrida maleică) care are o greutate moleculară de aproximativ 30.000 pînă la aproximativ 1.000.000, cel mai preferabil la aproximativ 30.000 pînă la 500.000. Acești copolimeri se găsesc de exemplu ca Gantrez AN 139 (G.M. 500.000), A.N. 119 (G.M. 250.000) și de preferință S-97 de calitate farmaceutică (G.M. 70.000) de la GAF Corporation. Termenul „sintetic”, este folosit pentru a exclude

agenții de îngroșare sau de gelifiere cunoscuți, printre care sunt carboximetilceluloza și alți derivați de celuloză și gumele naturale.

Alți polimeri policarboxilați ce se pot utiliza sunt aceia descriși în brevetul **US 3.956.480** menționat mai sus, cum sunt copolimerii 1:1 de anhidridă maleică cu acrilat de etil, metacrilat de hidroxietil, N-vinil-2-pirolidonă, sau etilenă, ultima putîndu-se obține de exemplu ca Monsanto EMA nr. 1103, G.M. 10.000 și EMA 10.000 și EMA calitatea 61 și copolimerii 1:1 ai acidului acrilic cu metacrilatul de metil sau de hidroximetil, izobutilvinileterul N-vinil-2-pirolidonei.

Alți polimeri policarboxilați folosiți descriși în brevetele **US 4.138.477** și **4.188.914** menționate mai sus sunt copolimerii anhidridei maleice cu stirenul, izobutilena sau etil-vinil-eterul, acizii poli-acrilici, poliitaconic și polimaleic și oligomerii sulfoacrilici cu G.M. de numai 1.000, existenți ca Uniroyal ND-2.

În general, sunt corespunzători și acizii carboxilici nesaturați olefinic sau etilenic polimerizați care conțin o dublă legătură olefinică activată carbon-carbon și cel puțin o grupă carboxil, adică un acid care conține o dublă legătură olefinică care funcționează cu ușurință în polimerizare pentru că este prezentă în molecula de monomer fie în poziția alfa, beta față de o grupă carboxilică, fie ca o parte a unei grupări metil terminale. Astfel de acizi sunt acizii și anhidridele acrilic, metacrilic, etacrilic, alfa-cloracrilic, crotonic, beta-acriloxipropionic, sorbic, alfa-clorsorbic, cinamic, beta-stirilacrilic, muconic, itaconic, citraconic, mesaconic, glutaconic, aconitic, alfa-fenilacrilic, 2-benilacrilic, 2-ciclohexilacrilic, angelic, migelic, fumaric, maleic. Alți diverși monomeri olefinici care pot copolimeriza cu astfel de acizi carboxilici sunt acetatul de vinil, clorura de vinil, maleatul de dimetil și alții. Copolimerii conțin suficiente grupe de sare carboxilică pentru a fi solubili în apă. De asemenea, sunt utili în prezenta invenție așa numiții polimeri carboxivinil descriși în calitate de componente ale pastei de

dinți în brevetul **US 3980.767** al lui Chown și alții; brevetul **US 3.919.409** al lui Perla și alții; brevetul **US 3.935.306** al lui Roberts și alții; brevetul **US 3.911.904** al lui Harrison și brevetul **US 3.711.604** al lui Colodney și alții. Ei se găsesc în comerț de exemplu sub forma comercială Carbopol 934, 940 și 941 a lui BF Goodrich, aceste produse constând în esență dintr-un polimer solubil în apă sub formă de coloid al acidului poli-acrilic reticulat cu de la 0,75% la 2% polialilsucroză a polialilpentaeritritei drept agent de reticulare.

Componenta polimer policarboxilat anionic este în principal o hidrocarbură eventual substituenți care conțin halogen sau oxigen și eventual avînd legături în polimer de exemplu grupe ester, eter și OH, iar cînd este prezentă în compoziția conform invenției, se întrebuintează în proporție de aproximativ 0,005% pînă la 4% procente în greutate, de preferință de la circa 0,05% pînă la circa 3%, mai preferabil circa 0,1% pînă la circa 2%.

Cantitățile maxime a acestor intervale se întrebuintează de obicei în compozițiile produselor dentate care conțin tipic un abraziv dentar și se utilizează asociate cu perierea dinților, de exemplu în cazul pastelor de dinți și spumelor de dinți, gelurilor, pulberilor, tabletelor. Se pot întrebuinta și cantități în afara acestor intervale în scopuri de îngroșare sau gelifiere.

Fără să fie legat de teorie, se crede că polimerul policarboxilat este un material anionic care formează o peliculă și se consideră că se atașează de suprafața dintelui și formează o peliculă continuă pe suprafațe, astfel împiedicînd atașarea bacteriilor de suprafața bacteriilor de suprafața dinților. Este posibil ca agentul antibacterian necationic să formeze un complex cu policarboxilatul, astfel formîndu-se o peliculă din complexul celor două pe suprafața dinților. Proprietatea de a forma pelicula de policarboxilat și de a furniza și reține în mai mare măsură agentul antibacterian pe suprafețele dinților datorită policarboxilatului, rezultă că face ca suprafețele dinților să fie nefavorabile

pentru acumularea bacteriilor, mai ales pentru că acțiunea directă bacteriostatică a agentului antibacterian combate creșterea bacteriilor. De aceea prin combinarea a trei moduri de acțiune: 1) degajare mărită, 2) timp de reținere îndelungat pe suprafețele dinților și 3) împiedicarea prinderii bacteriilor de suprafețele dinților, compoziția orală devine eficață pentru reducerea plăcii.

Un alt scop al prezentei invenții este să confere și proprietăți anticalcul (contra pietrei) compoziției orale prin includerea unei sări polifosfat molecular deshidratate în compozițiile fabricate prin procedeul invenției. Sărurile polifosfat lineare molecular deshidratate care sunt folosite aici ca agenți anticalcul sunt cunoscute, fiind în general întrebuintate sub forma sărurilor lor complet sau parțial neutralizate, solubile în apă, cu un metal alcalin (de exemplu potasiu și de preferință sodiul) sau de amoniu, precum și orice amestec al acestora. Ca exemple reprezentative sunt hexametafosfatul de sodiu, tripolifosfatul de sodiu, pirofosfatul disodic diacid, cel trisodic monoacid și pirofosfatul tetrasodic și alții. Polifosfații lineari corespund formulei $(\text{NaPO}_3)_n$ unde n este aproximativ 2 pîmă la aproximativ 125. Ei se întrebuintează în general în compozițiile conform invenției, orale în proporții în greutate de la aproximativ 0,1 la aproximativ 7%, de preferință de la aproximativ 1 la aproximativ 7%, mai preferabil de la aproximativ 2 la aproximativ 7%. Cînd n este cel puțin 3 în $(\text{NaPO}_3)_n$, polifosfații au caracter sticlos.

Agenții contra pietrei deosebit de doriți sunt pirofosfații de *tetra*-metal alcalin, inclusiv amestecurile lor cum sunt pirofosfatul tetrasodic, pirofosfatul tetrapotasic și amestecurile lor. Este preferat un agent anticalcul care reprezintă circa 4,3% pînă la circa 7% din greutatea compozițiilor orale, în care raportul în greutate dintre pirofosfatul tetrapotasic și pirofosfatul tetrasodic este de aproximativ 4,3: 2,7 pînă la aproximativ 6: 1 ca cel mai preferat.

Pentru a realiza eficacitatea optimă împotriva pietri a compozițiilor orale, se

recomandă să se folosească inhibitori împotriva hidrolizei enzimatică a polifosfatului. Un astfel de agent este policarboxilatul polimer anionic sintetic descris mai sus. Un altul este o sursă de ioni de fluorură în cantitate suficientă pentru a produce până la 5.000 ppm, mai preferabil aproximativ 25 ppm până la aproximativ 5.000 ppm ioni de fluorură. Sursa de ioni de clorură poate fi prezentă chiar atunci când polifosfatul ca agent contra pietrei, pentru că ea de asemenea conferă eficacitate contra cariilor.

În preparatele orale ale prezentei invenții pot fi încorporate diferite alte materiale folosind procedeul conform invenției cum ar fi agenți de albire, conservanți, siliconi, compuși clorofilici și/sau un material cu amoniac cum ar fi ureea, fosfatul de diamoniu și amestecurile lor.

Acești agenți ajutători, dacă sunt prezenți, se încorporează în preparate în cantități care să nu afecteze negativ în mod substanțial proprietățile și caracteristicile dorite. Trebuie să fie evitate cantități însemnate de săruri de zinc, magneziu și alte metale și materiale, în general solubile, care pot forma complecși cu componentele active ale compoziției conform invenției.

Se poate întrebuința, de asemenea, orice material de parfumare sau de îndulcire. Ca exemple de componente corespunzătoare de parfumare sunt uleiurile parfumate, de exemplu uleiul de mentă de cultură, de mentă sălbatică, de perișor, de sasafraș, de cuișoare, de salvie, de eucalipt, de șovîrf, de scorțișoară, lămîie și portocală și salicilatul de metil. Ca agenți de îndulcire corespunzători sunt sucroza, lactoza, maltoza, xilitolul, ciclamatul de sodiu, perilartina, AMP (esterul metilic al aspartilfenilalaninei), zaharina și altele. În mod corespunzător, agenții de parfumare și de îndulcire pot constitui împreună de la aproximativ 0,1% până la aproximativ 5% sau mai mult din preparat.

pH-ul acestor preparate lichide sau al altora conform invenției este în general în intervalul de la aproximativ 4,5 până la aproximativ 9 sau până la aproximativ 10

și cel mai preferabil aproximativ 6,5 până la aproximativ 7,5. pH-ul poate fi reglat cu acid (de exemplu acid citric sau acid benzoic) sau cu bază (de exemplu hidroxid de sodiu) sau tamponat (de exemplu cu citrat de sodiu, benzoat de sodiu, carbonat de sodiu, fosfat disodic, fosfat monosodic etc.).

Se dă, în continuare, exemplul de realizare a compoziției conform invenției.

Pentru a prepara compoziția conform invenției se folosește formula:

% în greutate

Apă	21,379
Fosfat dicalcic anhidru	3,912
Sorbitol	12,715
Monofluorofosfat de sodiu	0,758
Fosfat dicalcic (dihidrat)	45,187
Zaharină sodică	0,30
Laurilsulfat de sodiu	2,328
Parfum	1,565
Lauroilsarcosinatul de sodiu	0,217
Glicerină	10,759
Agent de gelifiere Viscarin	1,050

Modul de preparare a compoziției este:

Agentul Viscarin se adaugă în primul vas de amestecare **10** care conține glicerina la o temperatură de 21,22°C și la 760 mm, iar aceștia se amestecă timp de 10 min, pentru a forma prima suspensie cu vîscuozitate mică.

În al doilea vas de amestecare **20** se introduce apă încălzită la temperatura de 71,11°C. Se adaugă în vasul de amestecare **20** sorbitol la 54,44°C sub agitare, apoi tot în vasul de amestecare **20** se adaugă un preamestec de monofluorofosfatul de sodiu, zaharină sodică anhidră și laurilsulfatul de sodiu pentru a forma a doua suspensie cu vîscuozitate mică și se continuă amestecarea la 51,67°C-54,44°C timp de 5-10 min. La acest amestec se adaugă fosfatul dicalcic în vasul **20** la o temperatură de 48,89°C-51,67°C la 760 mm. Agentul de parfumare se adaugă apoi în vasul de amestecare **10**, sub agitare și apoi se introduce tot în vasul de amestecare **10** lauroilsarcosinatul de sodiu la o temperatură de 48,89°C la 760 mm sub agitare timp de 15-20 min,

formându-se în final prima suspensie cu viscozitate mică.

Prima și a doua suspensie cu viscozitate mică sunt pompate într-un amestecător static **34** amplasat pe flux la o temperatură de 48,89°C la 760 mm, pentru a forma un amestec cu viscozitate mică care apoi este pompat într-un tanc de maturare **38**, unde amestecul cu viscozitate mică se menține fără amestecare, în condiții de vid, la o temperatură de 48,89°C timp de 30 min și

amestecul cu viscozitate mică se transformă într-un amestec ne-Newtonian cu viscozitate mare.

Amestecul nenevtonian se alimentează într-un Versator la o temperatură de 48,89°C cu un vid de 710 mm, în care amestecul ne-Newtonian este dezaerat timp de mai puțin de 3 s și finisat pentru a forma compoziția de pastă nenevtoniană. Această compoziție nenevtoniană este apoi trecută printr-un pachet de site de 0,007 inch spre vasul de păstrare.

S-au făcut teste asupra compoziției și s-au obținut următoarele rezultate:

pH	7,3
Viscozitatea complexă ¹ la 6,3 radiani/s secundă pe intervalul de 0,1 la 0,5%	1000 Pascal-secunde
G' ² pe intervalul de 0,1 la 0,5% la 6,3 radiani/s	6.000 dine/cm ²
Greutatea specifică	1,35
¹ și ² -testare pe reometru Carri-Med.	

Aceeași compoziție s-a fabricat următorul procedeu în șarje. Glicerina s-a încărcat într-un vas de amestecare gel. S-a adăugat Viscarin, monofluorfosfatul de sodiu, zaharina sodică și s-au amestecat timp de 5-10 min. Apoi în vasul de amestecare gel s-a adăugat sorbitolul și apa deionizată (60°C) și apoi s-au încălzit la 65,56°C-71,11°C. Când s-a ajuns la această temperatură, șarja a fost amestecată timp de 20 min și s-a transferat în mixerul cu vid și apoi s-a pornit apa de răcire în manta. În timp ce

se amestecă cu mare viteză, s-au adăugat fosfatul dicalcic, fosfatul dicalcic anhidru și parfumul (temperatura șarjei trebuie să fie sub 37,78°C). S-a aplicat un vid (27,5" minimum) și s-a continuat amestecarea 15 min. S-a îndepătat vidul. Amestecarea s-a oprit și s-au adăugat apoi laurilsulfatul de sodiu și lauroilsarcosinatul de sodiu. S-a aplicat din nou un vid (27,5" minimum) și s-a continuat amestecarea timp de 10 min. S-a oprit mixerul și s-a îndepărtat vidul. Produsul a fost pompat printr-o sită de 0,007 inch.

În urma testului s-au obținut următoarele rezultate:

pH	7,3
Viscozitatea complexă pe un interval de 0,1 la 0,5 la 6,3 radiani/s	400 Pascal-secunde
G' pe un interval de 0,1 la 0,5% la 6,3 radiani/s	2000 dine /cm ²
Greutate specifică	1,34

Revendicări

1. Material nenevtonian, de tip pastă sau spumă de dinți, pe bază de carbonat de calciu, silice coloidală, fluoruri, caracterizat prin aceea că este constituit

din 1-40% din cel puțin solvent neapós, 0,05-5% din cel puțin un agent de gelifiere sau îngroșare, până la 50% agent de lustruire, până la 75% agent antibacterian necationic insolubil în apă, până la 5% agent anticalcul, până la 3% material activ de

suprafață, pînă la 1,5% agent de parfumare, 0-5000 ppm ioni de fluorură conținută de un compus conținând florură, pînă la 3% material polimer, pînă la 5% alchil fosfat de metal alcalin și pînă la 100% apă, vîscozitatea fiind 0,1-0,5% la 6,3 radiani/s de cel puțin 700 Pascal-secunde și valoarea lui G' de 0,1-0,5% la 6,3 radiani/s, de cel puțin 4000 dine/cm², procente fiind exprimate în greutate.

2. Material nenewtonian, de tip pasă sau spumă de dinți, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** agentul de gelifiere este gumă naturală sau sintetică, carboximetilceluloză sodică, hidroxietyl carboximetil celuloză sodică, argile și amestecul lor.

3. Material nenewtonian, de tip pastă sau spumă de dinți, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** agentul de lustruire este ales dintre: carbonat de calciu, silice coloidală, silice cristalină, aluminosilicat complex, hidroxid de aluminiu, silicat de aluminiu, fosfat dicalcic dihidrat și xerogeluri de siliciu și amestecuri ale lor.

4. Material nenewtonian, de tip pastă sau spumă de dinți, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** materialul activ de suprafață este un compus conținând sulfat.

5. Material nenewtonian, de tip pastă sau spumă de dinți, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** compusul conținând fluorură este o sare anorganică de fluorură.

6. Material nenewtonian, de tip pastă sau spumă de dinți, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** materialul polimer este un copolimer al metil-vinil-eterului cu anhidrida maleică.

7. Material nenewtonian, de tip pastă sau spumă de dinți, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** fosfatul de metal alcalin este un pirofosfat de metal alcalin.

8. Procedu de obținere a compoziției, **caracterizat prin aceea că** conține următoarele etape:

a. formarea în condiții lipsite de vid la o temperatură de 32,22° C pînă la

54,44° C a unei prime suspensii omogene cu o vîscozitate mică de cel puțin un solvent neapos și un agent de îngroșare sau gelifiere;

b. formarea unei a doua suspensii omogene cu vîscozitate mică în condiții lipsite de vid la o temperatură de 32,22° C pînă la 54,44° C, această a doua suspensie omogenă cu vîscozitate mică conținând apă și cel puțin un ingredient activ;

c. formarea unui amestec cu vîscozitate mică din prima suspensie cu vîscozitate mică și a doua suspensie cu vîscozitate mică prin amestecarea cu forfecare mare în condiții lipsite de vid la o temperatură de 32,22° C pînă la 54,44° C timp de 0,1 pînă la 5 s;

d. transformarea în condiții lipsite de vid și fără amestecare la o temperatură de 18,33° C pînă la 48,89° C, timp de 20 min, pînă la 60 min a acestui amestec cu vîscozitate mică într-un amestec nenewtonian;

e. dezaerarea acestui amestec nenewtonian, în condiții de vid, la o temperatură de 26,67° C pînă la 48,89° C pe o perioadă de timp de 0,05 pînă la 3 s, pentru a se forma un material de tip pastă sau spumă nenewtonian.

f. trecerea materialului nenewtonian de tip pastă de dinți sau spumă printr-un filtru de site.

9. Procedu conform revendicării 8, **caracterizat prin aceea că** formarea primei suspensii omogene cu vîscozitate mică se face prin adăugarea sub agitare la 100 pînă la 400 rpm, timp de 5 pînă la 20 min a agentului de gelifiere la solventul neapos.

10. Procedu conform revendicării 8, **caracterizat prin aceea că** formarea celei de a doua suspensii cu vîscozitate mică constă în adăugarea sub agitare la 100 pînă la 400 rpm timp de 5 pînă la 30 min a cel puțin unui agent de lustruire și a cel puțin unul din ingredientele aditive.

11. Procedu conform revendicării 8, **caracterizat prin aceea că** formarea suspensiei cu vîscozitate mică constă din amestecarea primei suspensii cu vîscozitate mică cu cea de a doua suspensie cu

viscozitate mică într-un amestecator static introdus în flux.

12. Procedeu conform revendicării 8, **caracterizat prin aceea că** modalitatea de transformare a amestecului cu vîscozitate mică într-un amestec nenewtonian constă din menținerea acestui amestec cu o vîscuozitate mică în condiții atmosferice într-un vas fără amestecare la o temperatură de 32,22° C pînă la 48,89° C timp de 15 pînă la 30 min, permițînd în acest fel agentului de gelifiere să se hidrateze și să se umfle.

13. Procedeu conform revendicării 8, **caracterizat prin aceea că** un ames-

tec de apă, solvent neapos și un agent de îngroșare sau galifiere se transformă într-un amestec nenewtonian în condiții lipsite de vid și fără amestecare la o temperatură de 18,33° C pînă la 48,89° C, în 10 pînă la 60 min.

14. Procedeu conform revendicării 8, **caracterizat prin aceea că** modalitatea de dezaerare și lustruire a amestecului nenewtonian constă în trecerea continuă a amestecului nenewtonian printr-un Versator pentru a se transforma materialul sub formă de pastă sau spumă.

Președintele comisiei de invenții: **farm. Pentelescu Elena**
Examinator: **farm. Anghel Doina**

