



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 318 585**

51 Int. Cl.:
A61C 15/04 (2006.01)
B29C 55/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05850387 .1**
96 Fecha de presentación : **27.12.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1838235**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **03.10.2007**

54 Título: **Rollo dental y procedimiento para su fabricación.**

30 Prioridad: **11.01.2005 EP 05075060**
12.01.2005 US 643120 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2009

73 Titular/es: **DSM IP Assets B.V.**
Het Overloon 1
6411 TE Heerlen, NL

72 Inventor/es: **Dirks, Christiaan, Henri, Peter;**
Snijder, Carina, Sacha y
Nielaba, Leonard, Josef, Arnold

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Rollo dental y procedimiento para su fabricación.

5 La invención se refiere a un producto de hilo dental según la reivindicación 1, que comprende un rollo unitario de polietileno de masa molar ultraelevada que tiene una viscosidad intrínseca de más de 5 dl/g, según se mide en decalina a 135°C, teniendo el rollo un grosor de alrededor de 0,02-0,1 mm y una anchura de alrededor de 0,25-6 mm.

10 La invención se refiere además a un procedimiento según la reivindicación 8 para obtener un rollo unitario adecuado para uso en un producto de hilo dental.

15 Un producto de hilo dental generalmente se recomienda como un medio para tratar las áreas interproximales y subgingivales en la cavidad oral, para complementar el cepillado de los dientes. El uso del hilo dental comprende maniobrar el producto del hilo entre los dientes, y moverlo suavemente arriba y abajo contra la superficie de los
20 dientes para eliminar la placa y los restos interdetales, incluyendo la placa subgingival. La placa se está formando constantemente sobre las superficies de los dientes, y, si no se elimina regularmente, la placa puede provocar caries en los dientes y gingivitis. Durante el uso del hilo dental, el producto de hilo debería liberar o romper la placa de la superficie y transportarla lejos de los dientes. De este modo, un producto del hilo debería tener dimensiones que permitiesen la inserción y frotamiento entre los dientes, pero que fuese suficientemente resistente para soportar las
25 fuerzas que acompañan a estas acciones.

El hilo dental usado más habitualmente comprende una pluralidad de filamentos, hechos de polímeros como poliamidas o poliolefinas. Tal hilo de múltiples filamentos se encera habitualmente para mantener juntos los filamentos, y para lubricar el hilo. La Solicitud europea EP 00339935 A3 describe una realización particular de un hilo dental compuesto de un multifilamento de polietileno de peso molecular ultraelevado, que tiene buenas propiedades mecánicas. El hilo dental se preparó liando una multiplicidad de filamentos orientados estirados, para producir un multifilamento que tiene una resistencia a la tracción de 2,5 GPa, un módulo de 90 GPa, y un alargamiento en la ruptura de 4,1%.

30 Una forma alternativa del hilo dental es un rollo dental, opcionalmente también encerado y con un sabor. Se afirma que los productos de hilo tanto de múltiples filamentos como de rollo tienen ventajas y desventajas específicas; pero la selección del producto óptimo también parece que depende mucho de las preferencias personales de los usuarios.

35 Tal producto de hilo dental que comprende un rollo unitario se conoce desde el documento EP 0662388 B1. En esta memoria de patente, se describe un hilo dental que comprende un rollo unitario de alrededor de 0,03-0,13 mm de grosor y de alrededor de 0,25-6,4 mm de anchura, rollo el cual está hecho de un polietileno de masa molar ultraelevada, que tiene una masa molar en el intervalo de 300 a 6000 kg/mol, y rollo el cual tiene un módulo de Young en el intervalo de 0,5 a 10 GPa, y una resistencia a la tracción de 0,1 a 1,2 GPa. Se indica que este rollo no se separa en filamentos durante el uso, haciendo de ese modo más conveniente y fácil el uso del hilo dental. Otra ventaja indicada del producto es que
40 no está revestido con un sólido céreo, debido a que se autolubrica. El rollo aplicado como hilo se obtuvo hinchando un rollo precursor de dicho polietileno en aceite de parafina en un estado de pseudo-gel, enfriando el pseudo-gel en condiciones controladas a temperatura ambiente, exprimiendo ligeramente el rollo hinchado para eliminar el aceite de parafina, tratando el rollo en hexano y calentando el rollo hasta alrededor de 70°C para eliminar el hexano residual para producir un rollo poroso que tiene una porosidad mayor que dicho rollo precursor, comprimiendo el rollo poroso
45 y estirando entonces el rollo a 80-130°C para obtener un producto estirado.

Un inconveniente del rollo de hilo dental conocido es que sus propiedades mecánicas no son suficientes en todas las circunstancias; especialmente se puede producir un rasgado y ruptura prematuros del rollo, por ejemplo al insertarlo entre dientes que tienen una distancia interdental muy pequeña o que virtualmente están en contacto entre sí en algún
50 punto, o durante el uso del hilo cuando se pone en contacto con un borde afilado de, por ejemplo, un aparato de ortodoncia o un puente.

Por lo tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un producto de hilo dental que comprende un rollo unitario hecho de un polietileno de masa molar ultraelevada, que no muestra dicha desventaja, o al menos la muestra en un grado reducido.

Este objeto se logra según la invención con un producto de hilo dental en el que el rollo tiene una resistencia a la tracción de al menos 1,8 GPa.

60 El producto de hilo dental según la invención tiene una resistencia mecánica, especialmente resistencia a la tracción, muy elevada, muestra una elevada resistencia al desgarro, y tiene un bajo coeficiente de fricción. El rollo se puede insertar entre los dientes que están muy juntos entre sí, sin que se rompa. Una ventaja adicional del rollo dental según la invención es que retiene la mayoría de su resistencia inicial durante el uso del hilo dental, incluso si el rollo se separa en filamentos. Aún otra ventaja es que apenas se produce el pelado del rollo, incluso con la formación de fibras, lo que
65 quiere decir que hay poco riesgo de que el rollo se quede atascado entre los dientes como resultado del engrosamiento local. El rollo dental tiene además un módulo elevado y muestra poco alargamiento durante el uso, permitiendo una acción precisa y controlada del uso del hilo dental.

El producto de hilo dental según la invención comprende un rollo unitario de polietileno de masa molar ultraelevada, rollo el cual se puede obtener mediante un procedimiento en el que un precursor de múltiples filamentos de polietileno de masa molar ultraelevada se expone a una temperatura en el intervalo del punto de fusión del polietileno durante un tiempo suficiente para fundir, al menos parcialmente, los filamentos adyacentes mientras se estira simultáneamente el precursor, como se describe con más detalle más adelante.

El producto de hilo dental comprende un rollo unitario de polietileno de masa molar ultraelevada (UHPE). El rollo unitario en el presente contexto significa que el hilo dental, tal como se suministra, contiene un solo rollo, en contraste con el hilo dental que comprende un hilo de múltiples filamentos.

Un rollo unitario de UHPE significa que el UHPE es el material polimérico principal del que está hecho el rollo, y que proporciona las propiedades mecánicas. Preferiblemente, el rollo consiste en al menos 75% (m/m) de UHPE, más preferiblemente al menos 80, o al menos 85%. El rollo puede comprender además hasta 25% (m/m) de un aceite o cera, o una combinación de los mismos, que sea compatible o miscible con UHPE por encima de su temperatura de fusión, que está por encima de 150 o por encima de 160°C. Los ejemplos de aceites y ceras adecuados incluyen aceites minerales (por ejemplo, aceite mineral de grado de transferencia de calor, con una masa molar media de alrededor de 250-700), aceites vegetales (por ejemplo aceite de coco), o disolventes, preferiblemente no volátiles, para poliolefina, como aceite de parafina o cera de parafina. En una realización preferida, el rollo comprende alrededor de 1 a 20, o 2-16, o 2,5-12% (m/m) de dicho aceite o cera.

El polietileno de masa molar ultraelevada tiene una viscosidad intrínseca (IV) de más de 5 dl/g. La IV se determina según el método PCT-179 (Hercules Inc. Rev. 29 de abril, 1982) a 135°C en decalina, siendo el tiempo de disolución 16 horas, con DBPC como antioxidante en una cantidad de 2 g/l de disolución, y la viscosidad a diferentes concentraciones se extrapola hasta la concentración cero. La viscosidad intrínseca es una medida de la masa molar (también denominada peso molecular) que se puede determinar más fácilmente que los parámetros de masa molar reales como M_n y M_w . Hay varias relaciones empíricas entre IV y M_w , por ejemplo $M_w = 5,37 \times 10^4 [IV]^{1,37}$ (véase el documento EP 0504954 A1), pero tal relación depende de la distribución de masas molares. El rollo de UHPE tiene preferiblemente una IV entre alrededor de 6 y 40 dl/g, más preferiblemente entre 7 y 35 dl/g, o incluso entre 8 y 30 dl/g. Preferiblemente, el UHPE es un polietileno lineal con menos de una ramificación por 100 átomos de carbono, y preferiblemente menos de una ramificación por 300 átomos de carbono, conteniendo una ramificación o cadena lateral al menos 10 átomos de carbono. El polietileno lineal puede contener además hasta 5% en moles de uno o más comonómeros, tales como alquenos como propileno, buteno, penteno, 4-metilpenteno u octeno.

El UHPE puede ser de un grado de un único polímero, pero también una mezcla de dos o más grados de diferentes polietilenos, por ejemplo que difieren en la IV o la distribución de masa molar, y/o tipo y número de comonómeros o cadenas laterales. El rollo de UHPE en el producto de hilo dental según la invención puede contener además pequeñas cantidades, generalmente menores que 5% (m/m), preferiblemente menores que 3% (m/m) de aditivos habituales, tales como antioxidantes, estabilizantes térmicos, colorantes, promotores del flujo, etc.

El producto de hilo dental según la invención comprende un rollo unitario de polietileno de masa molar ultraelevada, que tiene un grosor de alrededor de 0,02-0,1 mm y una anchura de alrededor de 0,25-6 mm. El grosor del rollo se refiere a las distancias medias entre dientes, las cuales pueden variar ampliamente entre las personas. El grosor es preferiblemente alrededor de 0,03-0,09 ó 0,04-0,08 mm, para proporcionar un equilibrio entre la inserción fácil, la manipulación conveniente y la resistencia. La anchura del rollo también puede variar considerablemente, pero es preferiblemente alrededor de 0,3-5, 0,4-4, o incluso 0,5-3 mm, para equilibrar la fácil maniobrabilidad y la eliminación eficaz de la placa. La relación de anchura a grosor o aspecto del rollo dental no es crítica, y puede variar ampliamente. Expresado en unidades textiles, el rollo tiene típicamente una densidad lineal o título de alrededor de 50-5000 dtex, preferiblemente alrededor de 100-3000, o 150-2500 dtex. Un rollo de título más pequeño es generalmente más flexible y más fácil de usar.

El producto de hilo dental según la invención comprende un rollo unitario de polietileno de masa molar ultraelevada, que tiene una resistencia a la tracción de al menos 1,8 GPa. Aunque un rollo de tal resistencia no se romperá fácilmente como resultado de que un usuario aplique una fuerza demasiado elevada, se encuentra que una mayor resistencia es beneficiosa para prevenir la ruptura durante el paso entre los dientes que tienen un contacto estrecho. Preferiblemente, el rollo tiene de este modo una resistencia a la tracción, también denominada simplemente como resistencia, de al menos 2,0, 2,2, 2,4 ó 2,6 GPa. La resistencia máxima del rollo está limitada por razones prácticas, tal como la disponibilidad del hilo adecuado como precursor (véase más adelante), y es alrededor de 5 GPa. La resistencia a la tracción, también simplemente resistencia, o tenacidad se determinan mediante métodos conocidos, basados en ASTM D885-85 o D2256-97.

En una realización del producto de hilo dental según la invención, el rollo de UHPE no forma fibras durante el uso. Algunos usuarios encuentran a tal rollo dental más conveniente y más eficaz para limpiar los dientes con el hilo dental. Un rollo que no forma fibras se puede obtener por ejemplo mediante un procedimiento en el que se funde térmicamente un hilo de UHPE de múltiples filamentos precursor, mientras se controlan cuidadosamente la temperatura y el tiempo de exposición para promover la fusión, y opcionalmente se aplica una presión durante la fusión.

En otra realización del producto de hilo dental según la invención, el rollo de UHPE muestra una formación de fibras durante el uso, esto es, el rollo se separa en agrupaciones de uno o más filamentos. La ventaja de tal rollo que

ES 2 318 585 T3

forma fibras es que durante la limpieza con el hilo dental el rollo se separa en filamentos o agrupaciones de filamentos, lo que proporciona una acción limpiadora más eficaz sobre la superficie de un diente. Una ventaja del rollo según la invención es que los filamentos formados son más bien flexibles y blandos, y muestran poco riesgo de daño a la encía. Tal rollo que forma fibras se puede obtener por ejemplo mediante un procedimiento en el que se funde térmicamente un hilo de UHPE de múltiples filamentos precursor, mientras se controla cuidadosamente el grado de fusión vía el ajuste de las condiciones tales como temperatura y tiempo de exposición, para dar como resultado un rollo unitario que incipientemente puede ser descompuesto en fibras.

Es verdad que un rollo que puede ser incipientemente descompuesto en fibras, para uso como hilo dental, se describe en el documento US 4646766; pero esta publicación no describe ni sugiere cómo obtener rollos de resistencia elevada a partir de UHPE, y mucho menos mediante un procedimiento de termofusión de un hilo de múltiples filamentos.

En una realización preferida, el rollo de UHPE se puede descomponer en fibras durante el uso, pero retiene al menos 75% de su resistencia inicial tras la formación de fibras. El rollo según la invención no se rompe como resultado del deshilachado, sino que se forma filamentos o agrupaciones de los mismos, que igualmente tienen una resistencia elevada. Preferiblemente, el rollo que ha formado fibras, o que al menos ha formado parcialmente fibras, aún tiene una resistencia de al menos 80, o incluso 90% de su resistencia inicial. Una ventaja de tal rollo es que no hay, o hay muy pocos, filamentos rotos. Normalmente los filamentos rotos tienden a rizarse para formar partes localmente más gruesas, a menudo denominado pelado. Un hilo dental que muestra pelado se puede quedar atascado entre los dientes, lo que presenta un mayor riesgo de daño a la encía o incluso a los dientes cuando el usuario aplica una fuerza elevada en reacción.

En una realización preferida, el producto de hilo dental según la invención comprende un rollo unitario de polietileno de masa molar ultraelevada, rollo el cual tiene una superficie que no es completamente lisa, sino que tiene una cierta estructura o rugosidad superficial. Tal rollo texturado puede resultar, por ejemplo, de obtener un rollo de UHPE mediante un procedimiento que comprende fundir térmicamente un hilo de múltiples filamentos, opcionalmente trenzado, con lo cual la estructura original del filamento todavía se retiene parcialmente, o algunos filamentos no se han fundido entre sí en la superficie del rollo. Tal rollo muestra salientes y/o ranuras sobre su superficie, en lo sucesivo denominadas todas juntas simplemente ranuras, que están típicamente orientadas predominantemente en la dirección longitudinal, preferiblemente de un tamaño en el intervalo de 0,002-0,05 mm, dependiendo de las dimensiones del propio rollo. Las ventajas de tal rollo dental incluyen el que se desliza fácilmente entre y sobre los dientes, pero sus pequeñas ranuras superficiales ayudan a la ruptura y eliminación de la placa, dando como resultado una limpieza más eficaz.

Preferiblemente, las ranuras son de un tamaño, esto es, una anchura y profundidad o altura, de al menos alrededor de 0,003, 0,004, o incluso 0,005 mm, para efectuar una ruptura más eficaz de la placa. La dimensión, especialmente la profundidad, de una ranura es preferiblemente como máximo alrededor de 0,04 mm, o como máximo 0,03 mm, para dar como resultado un rollo con una buena resistencia. En el caso de que el rollo se haya obtenido fundiendo térmicamente una pluralidad de filamentos, las dimensiones de las ranuras son típicamente similares o más pequeñas que la dimensión de un filamento.

Las ranuras sobre la superficie del rollo están orientadas predominantemente a lo largo de la longitud del rollo, pero también pueden tener un ángulo con la dirección longitudinal, preferiblemente un ángulo de alrededor de 0-45°, más preferiblemente alrededor de 0-30°, o incluso 0-20°. Se encuentra que un rollo con tales ranuras superficiales elimina más eficazmente de entre los dientes las partículas/placa suelta.

El producto de hilo dental según la invención puede comprender además las ceras habituales y otros aditivos. El rollo puede ser coloreado, por ejemplo, preferiblemente con un colorante que no es soluble en la saliva, sino que es soluble en un agente apolar, como un aceite mineral o cera de parafina. El producto de hilo dental también puede contener diversos revestimientos tales como una cera (distinta del aceite o cera mencionados anteriormente), u otros, preferiblemente aditivos solubles en la saliva. Los aditivos habituales incluyen compuestos que contienen flúor, saborizantes, fragancias, pequeñas partículas abrasivas, o materiales médicos, por ejemplo para atacar a la bacteria en la placa.

La invención se refiere además a un procedimiento para obtener un rollo unitario adecuado para uso en un producto de hilo dental a partir de un material precursor de UHPE.

Tal procedimiento para obtener un rollo unitario es conocido desde el documento EP 0662388 B1. En esta memoria de patente, se describe un hilo dental que comprende un rollo unitario que se obtiene mediante un procedimiento que comprende hinchar un rollo precursor de UHPE en aceite de parafina en un estado de pseudo-gel, enfriar el pseudo-gel en condiciones controladas hasta la temperatura ambiente, exprimir ligeramente el rollo hinchado para eliminar el aceite de parafina, tratar el rollo en hexano y calentar el rollo hasta alrededor de 70°C para eliminar el hexano residual para producir un rollo poroso que tiene una porosidad mayor que dicho rollo precursor, comprimir el rollo poroso y después estirar el rollo a 80-130°C para obtener un producto estirado.

Una desventaja de este procedimiento conocido es que da como resultado un rollo que tiene tendencia a la ruptura al insertarlo entre los dientes con un fuerte contacto entre ellos.

ES 2 318 585 T3

El objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento que permita obtener un rollo unitario que tenga un grosor de alrededor de 0,02-0,1 mm y una anchura de alrededor de 0,25-6 mm, hecho de un precursor de polietileno de masa molar ultraelevada, rollo el cual no muestra dicha desventaja.

5 Este objeto se logra según la invención con un procedimiento en el que el precursor es una hebra multifilamentosa, y el procedimiento comprende exponer el precursor a una temperatura dentro del intervalo de punto de fusión del polietileno durante un tiempo suficiente para al menos parcialmente fundir los filamentos adyacentes mientras que se estira simultáneamente el precursor.

10 Con el procedimiento según la invención, se puede obtener un rollo de dimensiones específicas que muestra una elevada resistencia a la tracción. Una ventaja adicional es que se puede controlar la tendencia a la formación de fibras y la rugosidad superficial del rollo vía las condiciones de fusión, tales como el tiempo de exposición y la temperatura.

15 Desde el documento EP 0740002 B1 se conoce un procedimiento en el que los filamentos de UHPE se funden al menos parcialmente juntos a temperatura elevada, pero en esta publicación se describe la obtención de líneas de pescar monofilamentosas, y no la obtención de rollos de las presentes dimensiones.

20 Se entiende que una hebra multifilamentosa es un artículo de longitud indefinida que comprende una pluralidad de filamentos hechos de UHPE. Un precursor puede tener diversas construcciones; por ejemplo, es una cuerda trenzada o tendida, o un hilo apilado, plegado o doblado, o un hilo enmarañado al aire. El uso de un hilo de múltiples filamentos, opcionalmente enredado, tiene la ventaja de que el precursor y el rollo se pueden obtener fácilmente y económicamente eficaz. Preferiblemente, al menos 80% (m/m) de los filamentos en la hebra multifilamentosa son filamentos de UHPE, más preferiblemente al menos 90% (m/m), y lo más preferible la hebra consiste esencialmente en filamentos de UHPE, para dar como resultado un rollo de elevada resistencia y baja resistencia a la abrasión.

25 Los filamentos de UHPE y el hilo de múltiples filamentos se pueden preparar hilando una disolución de UHPE en un disolvente adecuado en una fibra de gel, y estirando la fibra antes, durante y/o después de la eliminación parcial o completa del disolvente, esto es, vía el denominado proceso de hilatura en gel. La hilatura en gel de una disolución de UHPE es bien conocida por la persona experta, y se describe en numerosas publicaciones, incluyendo EP 0205960 A, EP 0213208 A1, US 4413110, GB 2042414 A, EP 0200547 B1, EP 0472114 B1, WO 01/73173 A1, y en Advanced Fiber Spinning Technology, Ed. T. Nakajima, Woodhead Publ. Ltd. (1994), ISBN 1-855-73182-7, y las referencias citadas allí.

30 El procedimiento según la invención comprende la etapa de exponer el precursor a una temperatura dentro del intervalo del punto de fusión del UHPE durante un tiempo suficiente para al menos parcialmente fundir los filamentos adyacentes. Las condiciones de esta etapa de fusión se escogen de forma que la temperatura y el tiempo de exposición sean suficientes para ablandar especialmente una capa superficial de los filamentos, y para permitir que se fundan al menos parcialmente para formar un rollo unitario. El intervalo del punto de fusión del UHPE es el intervalo de temperaturas entre el punto de fusión pico de un polímero no orientado y el punto de fusión pico de una fibra de UHPE muy orientada restringida, según se determina mediante análisis de DSC usando una velocidad de barrido de 20°/min. Para los filamentos de UHPE, que muestran típicamente un intervalo de punto de fusión de 138-162°C, la temperatura de exposición está preferiblemente dentro del intervalo de alrededor de 150°C hasta alrededor de 157°C. Los tiempos de permanencia, durante los cuales el precursor se expone a la temperatura de fusión, pueden variar dentro de un amplio intervalo, pero están típicamente dentro del intervalo de alrededor de 5 segundos a alrededor de 1500 segundos. Aunque mayores temperaturas tienden a potenciar el proceso de fusión, se debería de tener cuidado en no aplicar una temperatura demasiado elevada o un tiempo demasiado prolongado, ya que esto puede provocar la pérdida de resistencia del producto, que resulta, por ejemplo, de la fusión parcial u otros efectos de relajación molecular dentro del núcleo de los filamentos. Los medios adecuados para llevar a cabo este procedimiento incluye hornos con un control exacto de la temperatura, y medios de estiramiento; los cuales son conocidos por la persona experta, así como medios alternativos para llevar a cabo el procedimiento según la invención.

50 Durante el proceso de fusión, el aspecto del precursor puede cambiar típicamente desde un aspecto opaco inicial, por ejemplo de color blanco, hasta un aspecto translúcido, lechoso, o incluso sustancialmente transparente del rollo, dependiendo del grado de fusión, tipo de material precursor, y aditivos opcionales. La transmisión de luz del producto generalmente aumenta con el aumento del grado de fusión entre los filamentos.

55 Para obtener un producto de hilo dental que muestra poca o ninguna tendencia a formar fibras durante el uso, se prefiere un grado elevado de fusión, que da como resultado un rollo translúcido en el que virtualmente todos los filamentos están fundidos juntos para formar un producto con una superficie lisa. El grado de fusión se puede ajustar variando la temperatura de exposición y el tiempo en el procedimiento según la invención. El grado de fusión se puede promover adicionalmente aplicando una fuerza a una o ambas superficies del rollo durante el proceso, por ejemplo comprimiendo el precursor guiándolo entre un par de rodillos, o colocándolo sobre un elemento, tal como un rodillo que gira o que se mueve libremente, o sobre una barra. Este elemento también tiene preferiblemente controlada la temperatura, más preferiblemente a un ajuste de temperatura de 1 ó 2 grados mayores que el aire del horno, especialmente en el caso de obtener un rollo que no forma fibras. Esto da como resultado un aspecto más liso de la superficie, y mejora la resistencia a la abrasión del producto similar a monofilamentos. La presión ejercida sobre el precursor (o rollo) se puede ajustar cambiando la tensión en la línea y/o cambiando la longitud de la superficie de contacto entre

ES 2 318 585 T3

la línea del precursor y el elemento (por ejemplo ajustando el diámetro de un rodillo cilíndrico o barra). La persona experta puede encontrar combinaciones deseables haciendo algunas experimentaciones.

Para obtener un rollo liso, la superficie del elemento anterior también es plana y lisa. Si se desea una textura específica de la superficie para el rollo, el elemento se proporciona preferiblemente como una textura de la superficie.

El grado de fusión se puede determinar sobre el producto obtenido, por ejemplo mediante evaluación visual, por ejemplo a simple vista o usando un microscopio óptico o electrónico, de la superficie y/o una sección transversal. Otra posibilidad es determinar la cantidad y tasa de absorción de un líquido coloreado, por ejemplo un marcador, como se describe en el documento EP 0740002 B1. El grado de fusión también se puede obtener a partir de un ensayo simple, en el que el producto se erosiona repetidamente sobre una superficie, por ejemplo un rodillo metálico, y se determina el número de movimientos después de los cuales el producto de rollo unitario se desintegra en sus filamentos constituyentes.

El procedimiento según la invención incluye estirar simultáneamente el precursor. Estirar significa que se aplica al precursor una relación de estiramiento, también denominada relación de estirado, mayor que 1,0, manteniendo de esta manera a los filamentos bajo tensión, y evitando que la resistencia de los filamentos disminuya como resultado de los procesos de relajación molecular térmicos. Preferiblemente, se aplica una relación de estiramiento de al menos 1,5, 2,0 o incluso al menos 2,5, para mejorar adicionalmente las propiedades, especialmente la resistencia a la tracción del rollo resultante. Por encima de cierta relación de estiramiento, este efecto se estabiliza, o las propiedades pueden incluso disminuir como resultado del daño o ruptura parcial de los filamentos. Además, cuanto mayor es la relación de estiramiento, menor es el título del producto resultante. La relación máxima de estiramiento depende así del tipo de precursor y sus filamentos, y generalmente es como máximo alrededor de 10, o como máximo 8 ó 6.

Las dimensiones del rollo a obtener se pueden controlar por factores tales como el título de la hebra del precursor, el número y grosor de sus filamentos (título de los filamentos, expresado típicamente en denier por filamento o dpf), el nivel de retorcimiento o enmarañamiento de la hebra, el grado de separación de los filamentos antes de la fusión, y el grado de estiramiento durante la fusión.

En una realización preferida, el procedimiento según la invención comprende además extender los filamentos del precursor antes de la fusión. El grado de extensión de los filamentos es una manera para controlar el grosor y anchura del rollo. El esparcimiento, por ejemplo de un hilo de múltiples filamentos, se puede realizar mediante métodos conocidos, por ejemplo guiando el hilo sobre las denominadas barras extensoras. Un grosor mínimo del rollo corresponde en gran medida a al menos dos capas de filamentos que están en contacto entre sí; de otro modo, la fusión no será eficaz. Preferiblemente, el precursor contiene al menos 3 capas de filamentos tras su extensión para mejor fusión y control del grado de fusión. Por la misma razón, el precursor contiene preferiblemente al menos un hilo de múltiples filamentos que tiene un ligero retorcimiento, más específicamente un hilo con un nivel de retorcimiento definido por un factor de retorcimiento (también denominado multiplicador de retorcimiento) de 0 a 0,5, más preferiblemente 0,01-0,4. Tal nivel de retorcimiento ayuda a controlar el número de capas de filamentos tras la extensión, y promueve la fusión debido a que los filamentos entran mejor en contacto, permitiendo de este modo obtener rollos unitarios delgados. Tal nivel de retorcimiento también da como resultado que al menos parte de los filamentos se orienten con un ángulo con respecto a la dirección longitudinal del rollo. Un nivel de retorcimiento más elevado conduce generalmente a un rollo más grueso, y a un ángulo más grande de orientación.

El grado de extensión, y de este modo la anchura del rollo, puede estar limitado y controlado adicionalmente proporcionando ranuras o protuberancias sobre la barra extensora, y/o rodillos y barras guía subsiguientes en el procedimiento, definiendo la distancia entre las protuberancias o la anchura de una ranura el grosor máximo obtenible del rollo. Las superficies entre las protuberancias o en el interior de una ranura y todos los otros elementos guía afectan a la forma del rollo, y son preferiblemente planos.

El precursor que se usa en el procedimiento según la invención puede contener filamentos de UHPE con un diámetro de filamento o título que varía ampliamente. En general, se aplican filamentos más gruesos en un procedimiento que incluye una relación de estiramiento relativamente elevada, por ejemplo mayor que 2 ó 2,5. El grosor adecuado de los filamentos está en el intervalo de 0,2 a 15 dpf; preferiblemente, el precursor contiene filamentos con un grosor de alrededor de 0,3-12, ó 0,5-10 dpf, para dar como resultado un rollo de resistencia elevada.

Durante el procedimiento según la invención, los filamentos se estiran y se funden juntos, y se obtiene un rollo de cierta resistencia. Preferiblemente, la resistencia del rollo es al menos 1,8 GPa. Preferiblemente, el precursor tiene una resistencia inicial de al menos 1,0 GPa, más preferiblemente al menos 1,5, 1,8, o incluso 2,0 GPa. Cuanto mayor es la resistencia del precursor, menos estiramiento durante el proceso de fusión es necesario para obtener un rollo de resistencia elevada.

El procedimiento según la invención comprende además enfriar el rollo tras la fusión y el estiramiento de los filamentos. Preferiblemente, el rollo obtenido con el procedimiento según la invención se enfría mientras se le mantiene en tensión. Esto tiene la ventaja de que la orientación en el producto obtenido al fundir y estirar, tanto a nivel de los filamentos como a nivel molecular, se retiene mejor. Tal tensión puede resultar de, por ejemplo, un bobinado del producto del rollo en paquetes tras las etapas precedentes del procedimiento, y enfriando el paquete.

El procedimiento según la invención puede comprender además una etapa precedente de pretratamiento del precursor, o uno o más de los hilos allí, a fin de potenciar la unión entre filamentos durante la etapa de fusión. Tal etapa de pretratamiento puede incluir el revestimiento del precursor con un componente o una composición; el decapado del precursor, esto es, el lavado de los componentes superficiales como acabados de encimaje, etc.; o la aplicación de un tratamiento con plasma o corona de voltaje elevado, o cualquier combinación de los mismos. Preferiblemente, el precursor contiene filamentos que están sustancialmente libres de acabado de encimaje, queriendo decir que no se aplicó ningún acabado de encimaje en su producción, o que el acabado de encimaje presente se eliminó en una etapa de pretratamiento. Esto tiene la ventaja de que se mejora la eficacia de la fusión, y que se aumenta adicionalmente la resistencia a la abrasión del producto de rollo.

En otra realización preferida, el precursor se pretrata aplicando una cantidad eficaz de un aceite o cera, por ejemplo sumergiendo o humectando, por ejemplo un aceite mineral, un aceite vegetal, o un disolvente, preferiblemente no volátil, para poliolefina, como aceite o cera de parafina. Esta etapa de pretratamiento se puede realizar en condiciones ambientales, o a temperatura elevada hasta por debajo del intervalo de temperatura de fusión de la fibra poliolefínica, e incluso puede coincidir con el estiramiento y fusión. La ventaja de esta realización es que la eficacia del proceso de fusión se potencia adicionalmente, esto es, se puede lograr un grado mayor de fusión a las mismas condiciones, o un grado similar a temperatura ligeramente inferior, tiempo más corto o menor presión.

En una realización especial, el aceite o disolvente puede comprender además otros aditivos, como colorantes, fragancias o aromas. Tales aditivos por supuesto deberían ser suficientemente estables para soportar el proceso subsiguiente de fusión y estiramiento. La ventaja de esta realización es que se puede obtener un rollo coloreado o con sabor en un proceso de una etapa. Estos aditivos pueden ser solubles en aceite o solubles en saliva, dependiendo de si se desea la lixiviación del aditivo en la cavidad oral durante el uso del hilo dental.

El procedimiento según la invención puede comprender además una etapa en la que se aplica una composición de revestimiento al rollo tras la fusión y estiramiento, para formar una capa de revestimiento. Tal composición de revestimiento puede comprender otra cera u otros aditivos habituales para el hilo dental, preferiblemente aditivos solubles en saliva.

Un producto de hilo dental puede ser cualquier producto conocido que comprenda el hilo dental y que sea adecuado para la limpieza de los dientes con el hilo dental. Los ejemplos típicos incluyen un recipiente o dispensador manual que comprende una longitud de rollo, a partir del cual se puede dispensar una longitud deseada; o un dispositivo manual con dos partes sobresalientes, entre las que se proporciona un trozo de rollo.

La invención se refiere además a un método para tratar las áreas interproximales y subgingivales en la cavidad oral, que comprende limpiar dichas áreas con un producto de hilo dental según la invención.

La invención se ilustrará ahora adicionalmente con los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

Como material precursor (alimentación), se aplicó un hilo de UHPE no retorcido, hilado en gel, hilo el cual comprende 100 filamentos, que tuvo un título de hilo de 243 dtex, una resistencia a la tracción de 35,1 cN/dtex, un módulo de tracción de 1242 cN/dtex, y un alargamiento en la ruptura de 3,3%.

El precursor se hizo pasar a través de un baño de parafina líquida como etapa de pretratamiento, y se limpió el exceso de aceite haciendo pasar entre dos tejidos no tejidos. El contenido de parafina se calculó que era alrededor de 11% másico, determinando el incremento de la masa en esta etapa. El precursor se guió sobre un primer conjunto de rodillos distribuidores, y después sobre una barra de extensión en un horno, mantenido a una temperatura constante de 153,6°C, con una velocidad constante de 4,0 m/min. Dentro del horno, el precursor se guió sobre algunas barras cilíndricas con una superficie lisa, para alcanzar una longitud de 8,4 m en el horno. A la salida del horno, la línea se hizo guiar a lo largo de un segundo conjunto de rodillos accionadores. La velocidad de los segundos rodillos fue 7,2 m/min., dando como resultado una relación de estiramiento de 1,8, y la tasa de estiramiento en el horno fue de alrededor de 0,4 min⁻¹.

El rollo obtenido fue algo translúcido, y mostró integridad durante el frotamiento entre los dedos.

La resistencia a la tracción (o resistencia), el módulo de tracción (también módulo) y el alargamiento en la ruptura (eab) se definen y determinan sobre hilos de múltiples filamentos, y sobre rollos como se especifica en ASTM D885M, con un aparato de ensayo Zwick 1435, usando una longitud de calibre nominal de la fibra de 500 mm, una velocidad de cruceta de 50%/min., y abrazaderas Instron 2714. Para el cálculo de la resistencia, las fuerzas de tracción medidas se dividen entre el título, según se determina pesando 10 metros (u otra longitud) de la fibra. El alargamiento es el alargamiento medido en la ruptura, expresado en % de la longitud original tras el agarre de la probeta.

El rollo obtenido tiene un título de 146 dtex; una resistencia a la tracción de 36,7 cN/dtex, un módulo de 1447 cN/dtex, y un alargamiento en la ruptura de 3,2%.

ES 2 318 585 T3

El rollo tiene una anchura de alrededor de 0,5 mm, y un grosor de alrededor de 30 micrómetros. Bajo el microscopio óptico, se veían pequeñas ranuras, principalmente en la dirección longitudinal, y especialmente en una de las superficies.

5 El rollo se examinó adicionalmente mediante microscopía electrónica. En primer lugar, se extrajo el aceite de parafina del rollo con n-hexano durante unos pocos minutos. Después de secar, el rollo se sumergió en una resina epoxídica. Se prepararon secciones transversales del rollo con un criomicrotomo, usando un cuchillo de diamante. Tras seccionar la cara del bloque, se fijaron muestras en un soporte de muestras, y se revistieron con una capa de carbón conductor. Para la formación de imágenes, se usó un aparato Philips CP SEM XL30, con un voltaje de aceleración
10 de 15 kV, en combinación con un detector de dispersión de fondo Robinson. En la Figura 1, se muestra parte de una sección transversal, en la que las áreas más oscuras son los filamentos, y las partes más brillantes son la resina que los embebe. Se puede observar que, en un lado, todos los filamentos parecen haberse fundido juntos, y la superficie parece más bien lisa. En el otro lado, hay ciertas aberturas claras entre los filamentos, que son visibles como ranuras predominantemente longitudinales sobre la superficie. Las áreas rellenas con la resina indican que los filamentos se
15 fundieron parcialmente.

La tendencia del rollo a formar fibras se determinó moviendo alrededor de una longitud de 25 cm de rollo hacia y sobre una barra metálica de 3 mm de diámetro, con una frecuencia de alrededor de 1 Hz y una tensión igual a alrededor de 4% de la resistencia a la tracción del rollo, a temperatura ambiente y en estado seco. Después de 15
20 ciclos, varios filamentos se habían separado del rollo; sólo unos pocos se rompieron. Tras 35 ciclos, el número de filamentos había aumentado, pero todavía existía un rollo. El experimento se detuvo tras 100 ciclos, cuando el rollo formó completamente fibras.

25 Ejemplo 2

De la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo un rollo a partir del hilo precursor indicado, pero ahora el hilo se había retorcido con un factor de retorcimiento de 0,2. Las propiedades de tracción fueron virtualmente las mismas, pero el rollo mostró un grado mayor de fusión, como es manifiesto también a partir de una menor tendencia a formar
30 fibras: los primeros filamentos aparecieron sólo después de 30 ciclos, y después de 100 ciclos el rollo todavía no había formado completamente fibras.

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Producto de hilo dental que comprende un rollo unitario de polietileno de masa molar ultraelevada que tiene una viscosidad intrínseca de más de 5 dl/g, según se mide en decalina a 135°C, teniendo el rollo un grosor de alrededor de 0,02-0,1 mm y una anchura de alrededor de 0,25-6 mm, **caracterizado** porque el rollo tiene una resistencia a la tracción de al menos 1,8 GPa.

2. Producto de hilo dental según la reivindicación 1, en el que el polietileno es lineal y tiene una viscosidad intrínseca entre 7 y 35 dl/g.

3. Producto de hilo dental según una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el que el rollo tiene una resistencia a la tracción de al menos 2,0 GPa.

4. Producto de hilo dental según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el rollo no forma fibras durante el uso.

5. Producto de hilo dental según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el rollo muestra formación de fibras durante el uso.

6. Producto de hilo dental según la reivindicación 5, en el que el rollo retiene al menos 75% de su resistencia inicial tras la formación de fibras.

7. Producto de hilo dental según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que el rollo muestra ranuras sobre su superficie.

8. Procedimiento para obtener el rollo unitario según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, que tiene un grosor de alrededor de 0,02-0,1 mm y una anchura de alrededor de 0,25-6 mm, a partir de un precursor de polietileno de masa molar ultraelevada, **caracterizado** porque el precursor es una hebra de múltiples filamentos, y porque el procedimiento comprende exponer el precursor a una temperatura dentro del intervalo de punto de fusión del polietileno durante un tiempo suficiente para al menos parcialmente fundir filamentos adyacentes, mientras que simultáneamente estira el precursor.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que la temperatura está en el intervalo de alrededor de 150°C hasta alrededor de 157°C.

10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 8-9, en el que el precursor contiene al menos un hilo de múltiples filamentos retorcido, con un factor de retorcimiento de 0,01-0,4.

11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 8-9, en el que el precursor contiene filamentos que están sustancialmente libres de acabado de encimaje.

12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 8-9, que comprende además pretratar el precursor aplicando un aceite o cera.

13. Procedimiento según la reivindicación 12, en el que el aceite o cera comprende un aditivo.

ES 2 318 585 T3

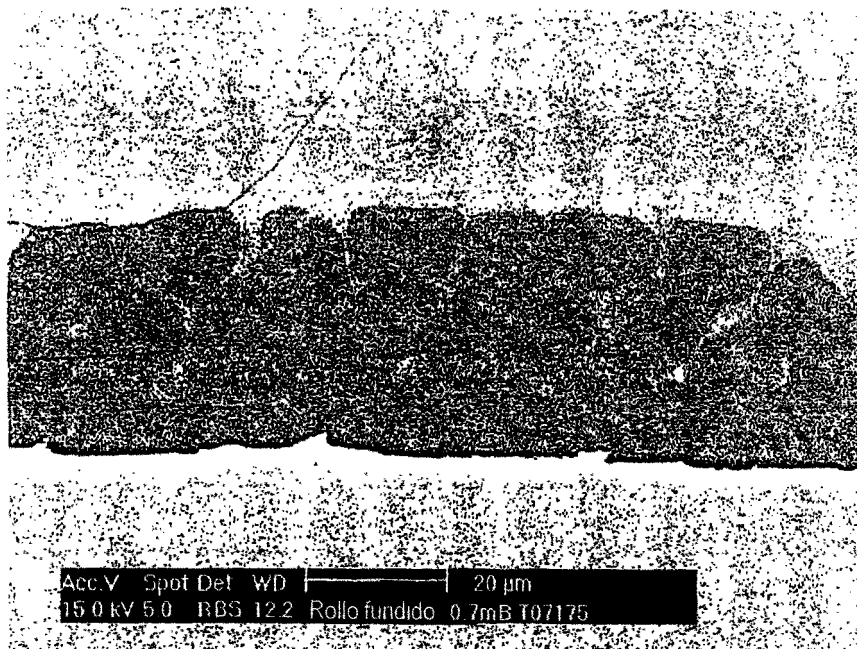


Fig. 1