



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0026225

(51)⁷ A61Q 11/00

(13) B

(21) 1-2008-01916

(22) 08/12/2006

(86) PCT/US2006/047061 08/12/2006

(87) WO2007/078630 12/07/2007

(30) 11/323,881 30/12/2005 US

(45) 25/11/2020 392

(43) 27/10/2008 247A

(73) J.M. HUBER CORPORATION (US)

333 Thornall Street, Edison, NJ 08837, United States of America

(72) PHILLIPS Nolan Lee (US); DUEN-WU Hua (US); FULTZ William C. (US);
McGILL Patrick, Donald (US).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) THUỐC ĐÁNH RĂNG CHỨA NGUYÊN LIỆU SILIC OXIT CÓ NGUỒN GỐC SINH HỌC

(57) Sáng chế đề xuất thuốc đánh răng chứa chất mài mòn là các nguyên liệu silic oxit có nguồn gốc sinh học. Các hỗn hợp của chất này có các đặc tính mài mòn tốt kể cả khi sử dụng một mình, hoặc kết hợp với các loại chất mài mòn khác. Trong các hỗn hợp này (ví dụ, hỗn hợp chứa silic oxit ở dạng kết tủa), có thể đồng thời thu được tính năng làm sạch mảng bám cao và các mức mài mòn răng vừa phải sao cho người sử dụng thuốc đánh răng có thể làm sạch bề mặt răng một cách hiệu quả mà không làm mài mòn một cách bất lợi cho các bề mặt răng này, ngay cả với các mức thấp của chất phụ gia silic oxit có nguồn gốc sinh học nói trên. Các hạt silic oxit có nguồn gốc sinh học này tạo ra các tính chất có lợi cho hỗn hợp thuốc đánh răng một cách đáng ngạc nhiên. Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sử dụng các sản phẩm silic oxit có nguồn gốc sinh học này trong các thuốc đánh răng hoặc là làm hợp chất mài mòn chính, hoặc ở dạng kết hợp với bất kỳ loại chất liệu mài mòn thường được sử dụng khác.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập tới các thuốc đánh răng mới bao gồm chất mài mòn mới là các nguyên liệu silic oxit có nguồn gốc sinh học. Các hỗn hợp chất như vậy có các đặc tính mài mòn tuyệt vời, hoặc là một mình, hoặc kết hợp với các loại chất mài mòn khác. Trong các hỗn hợp như vậy (như cùng với silic oxit kết tủa chẳng hạn), có thể đồng thời thu được tính năng làm sạch mảng bám cao và các mức mài mòn răng vừa phải sao cho người sử dụng thuốc đánh răng có thể làm sạch hữu hiệu bề mặt răng đồng thời hạ thấp mức mài mòn của thuốc đánh răng, ngay cả với các mức thấp của các chất phụ gia silic oxit có nguồn gốc sinh học như vậy. Các hạt silic oxit có nguồn gốc sinh học như vậy tạo ra các tính chất có lợi cho các hỗn hợp thuốc đánh răng một cách bất ngờ. Phương pháp sử dụng các sản phẩm silic oxit có nguồn gốc sinh học như vậy trong các thuốc đánh răng, hoặc là làm thành phần chất mài mòn chính, hoặc kết hợp với loại nguyên liệu mài mòn thường được sử dụng khác bất kỳ cũng được mô tả.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất mài mòn được đưa vào hỗn các hợp thuốc đánh răng thông thường để loại bỏ các chất lắng đọng khác nhau, bao gồm mảng bám răng, từ bề mặt của răng. Mảng bám răng bám chặt vào răng và thường chứa các sắc tố nâu hoặc vàng mà chúng làm cho răng có vẻ bề ngoài xấu xí. Mặc dù tính năng làm sạch là quan trọng, song chất mài mòn không được có tính mài mòn quá lớn đến mức làm hại cho răng. được xem là lý tưởng, nếu như nguyên liệu mài mòn hữu hiệu trong thuốc đánh răng sẽ loại bỏ được tối đa mảng bám răng nhưng đồng thời chỉ mài mòn và gây tổn hại ở mức tối thiểu cho mô răng cứng. Do đó, không kể đến những yếu tố khác, tính năng của thuốc đánh răng phụ thuộc nhiều vào mức độ mài mòn do thành phần chất mài mòn gây ra. Thông thường, nguyên liệu mài mòn làm sạch được đưa vào các hỗn hợp thuốc đánh răng ở dạng bột khô có thể chảy được, hoặc hoặc bằng cách phân tán lại dạng bột khô có thể chảy được của chất làm bóng đã được điều chế trước hoặc tại thời điểm sản xuất thuốc đánh răng. Ngoài ra, và mới gần đây, dạng huyền phù đặc của các chất mài mòn như vậy được đề xuất để tạo điều kiện thuận lợi cho việc bảo quản, vận chuyển, và đưa vào các chế phẩm thuốc đánh răng thành phẩm.

Các sản phẩm silic oxit cấu trúc thấp loại được tổng hợp đã được dùng cho mục đích như vậy do các nguyên liệu này hữu hiệu trong việc làm các chất mài mòn, cũng như có tính độc thấp và khả năng tương hợp với các thành phần thuốc đánh răng khác, như natri florua chẳng hạn. Khi điều chế các sản phẩm silic oxit loại tổng hợp, thì các mục tiêu là nhằm thu được silic oxit có khả năng làm sạch tối đa cùng với sự tác động đến bề mặt răng cứng là tối thiểu. Các nhà nghiên cứu nha khoa đã không ngừng tìm kiếm những nguyên liệu mài mòn mới đạt được những tiêu chí này.

Các thành phần như vậy phải được xem là các thành phần nằm trong các hỗn hợp thuốc đánh răng xét về khả năng tương hợp với các thành phần có hoạt tính, có khả năng cải biến tính lưu biến học trong các chế phẩm cho dạng thuốc đánh răng thích hợp (về cả chức năng lẫn thẩm mỹ cho người dùng), và tất cả chúng đồng thời phải có mặt với lượng hợp lý về giá thành cũng như phải có tính năng làm sạch và mài mòn thoả đáng. Các thuốc đánh răng và các nguyên liệu dạng sệt tương tự khác phải có các tính chất lưu biến học thích hợp để cải thiện về độ nhớt, tính định hình, độ lún của bàn chải, và các đặc tính tương tự. Đối với các chế phẩm kem đánh răng, được đưa ra làm ví dụ, cần phải tạo ra dạng sệt ổn định có thể đáp ứng được một số yêu cầu của người tiêu dùng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, khả năng lấy ra khỏi đồ chứa (như ống tuýp) nhờ áp suất (tức là, khi bóp ống tuýp) do dạng sệt ổn định về kích cỡ và quay trở về trạng thái trước đó của nó ngay sau khi loại bỏ áp suất, khả năng chuyển vào đầu bàn chải một cách dễ dàng và không bị phun toé ra khỏi ống tuýp trong và sau khi vận chuyển, xu hướng duy trì sự ổn định về kích cỡ trên bàn chải trước khi sử dụng và khi được đưa lên răng cần chải trước khi chải răng, và có cảm giác thích hợp trong miệng nhằm mục đích thẩm mỹ, ít nhất là cho lợi ích của người dùng.

Nói chung, các thuốc đánh răng bao gồm chủ yếu là một hoặc nhiều chất làm ẩm (như sorbitol, glycerin, polyetylen glycol, và tương tự) để cho phép tạo huyền phù thích hợp và phân phối các sản phẩm chăm sóc răng miệng, chất mài mòn (như silic oxit kết tủa chẳng hạn) để làm sạch một cách thích đáng và đánh bóng răng cần chải, nước, và các thành phần có hoạt tính khác (như các hợp chất trên cơ sở florua để chống sâu răng) và các thành phần khác để tạo chức năng khác như tạo bọt và cảm giác dễ chịu. Khả năng tạo cho các thuốc đánh răng như vậy có được các đặc tính lưu biến học thích hợp là đạt được thông qua sự lựa chọn và sử dụng một cách thích hợp các chất làm đặc (như các silic oxit hydrat hoá, các hydrocoloit, các gôm, và các chất tương tự) để tạo ra một

nền mang thích hợp có thể chứa các thành phần quan trọng như các thành phần chất làm ẩm, chất mài mòn, và chống sâu răng.

Nhiều chất làm bóng mài mòn có thể hoà tan được trong nước đã được sử dụng hoặc được đề xuất cho các hỗn hợp thuốc đánh răng. Các chất làm bóng mài mòn này bao gồm các nguyên liệu dạng hạt có tính mài mòn tổng hợp và tự nhiên. Các chất làm bóng mài mòn tổng hợp đã biết thông thường bao gồm các sản phẩm silic oxit kết tủa vô định hình và các silic oxit dạng gel và canxi cacbonat kết tủa (PCC). Các chất làm bóng mài mòn khác cho các thuốc đánh răng bao gồm đá phấn, magie cacbonat, dicanxi phosphat và các dạng dihydrat của nó, canxi pyrophosphat, zircon silicat, kali metaphosphat, magie orthophosphat, tricanxi phosphat, perlit, và các chất tương tự.

Đặc biệt, silic oxit cấu trúc thấp dạng kết tủa được tạo ra theo cách tổng hợp được dùng làm thành phần mài mòn trong chế phẩm thuốc đánh răng do khả năng làm sạch, tính an toàn tương đối, và tính tương thích với các thành phần thuốc đánh răng điển hình, như chất làm ẩm, chất làm đặc, chất tạo hương, chất chống sâu răng, và các chất tương tự của chúng. Như đã biết, silic oxit kết tủa tổng hợp thường được sản xuất bằng cách làm mất ổn định và silic oxit kết tủa vô định hình từ silicat kiềm hòa tan bằng cách bổ sung axit vô cơ và/hoặc khí axit trong các điều kiện trong đó các hạt sơ cấp được tạo thành lúc đầu có xu hướng kết hợp với nhau để tạo thành một lượng lớn khối kết tập (nghĩa là, các cụm riêng biệt chứa những hạt sơ cấp), nhưng không kèm theo sự kết tụ thành cấu trúc gel ba chiều. Chất kết tủa thu được được tách riêng từ phân đoạn nước của hỗn hợp phản ứng bằng các quy trình lọc, rửa, và sấy, và sau đó sản phẩm khô được nghiền cơ học để tạo ra cỡ hạt và sự phân bố cỡ hạt thích hợp.

Các phương pháp sấy silic oxit thường được thực hiện sử dụng quy trình sấy phun, sấy vôi (như tháp hoặc vôi phun chẳng hạn), sấy thùng quay, sấy nhanh, sấy vành rôto, sấy lò/tàng sôi, và các quy trình sấy tương tự.

Cho đến nay, các nguyên liệu mài mòn thông thường nhất định bị hạn chế nhất định liên quan đến việc làm sạch tối đa và mài mòn răng tối thiểu, chưa kể tới tính phức tạp của các quy trình sản xuất đòi hỏi chi phí lớn, bao gồm các vấn đề liên quan tới việc vận chuyển nguyên liệu thô, mua bán, và phân phối sau cùng. Các nguyên liệu thô như vậy bao gồm cát silic oxit và các axit vô cơ (như sulfuric chẳng hạn), liên quan tới các khó khăn của bản thân chúng về vận chuyển, sử dụng, tinh chế, cất giữ, và vứt bỏ phế

thải sau cùng. Mặc dù các sản phẩm chất mài mòn thành phẩm như vậy có các kết quả làm sạch răng tuyệt vời, song thường xuyên là có nhu cầu phát triển các loại chất mài mòn răng mới (và các thuốc đánh răng chứa chúng) mà chúng dễ sản xuất và/hoặc đưa vào trong các chế phẩm thành phẩm.

Hơn thế nữa, khả năng tối ưu hoá các đặc tính làm sạch và mài mòn răng trước đây bị hạn chế thường là do cấu trúc của các thành phần silic oxit kết tủa riêng rẽ được dùng cho các mục đích như vậy. Các ví dụ về những cải biến về cấu trúc silic oxit kết tủa dùng cho các thuốc đánh răng đã được mô tả trong các patent Mỹ số 3,967,563, 3,988,162, 4,420,312, và 4,122,161 của Wason, các patent Mỹ số 4,992,251 và 5,035,879 của Aldcroft et al., Patent Mỹ số 5,098,695 của Newton et al., và các patent Mỹ số 5,891,421 và 5,419,888 của McGill et al. Các cải biến về silic oxit dạng gel cũng đã được mô tả trong patent Mỹ số 5,647,903 của McGill et al., Patent Mỹ số 4,303,641, của DeWolf, II et al., Patent Mỹ số 4,153,680, của Seybert, và Patent Mỹ số 3,538,230, của Pader et al. Những giải pháp kỹ thuật này đưa ra những cải tiến đối với các nguyên liệu silic oxit để làm tăng khả năng làm sạch mảng bám răng và giảm mức mài mòn răng theo hướng có lợi để dùng cho thuốc đánh răng. Tuy nhiên, những cải tiến tiêu biểu này không có khả năng đem lại các thuộc tính tốt hơn tới mức khiến cho các hãng sản xuất thuốc đánh răng có khả năng kết hợp các một nguyên liệu riêng biệt như vậy với những lượng khác nhau với các thành phần tương tự khác để mang lại các đặc tính làm sạch và mài mòn khác nhau. Để bù lại những hạn chế này, đã có những nỗ lực nhằm tạo ra những hỗn hợp khác nhau của silic oxit nhằm tới các kết quả khác nhau. Các hỗn hợp silic oxit gồm các thành phần khác nhau về cỡ hạt và diện tích bề mặt riêng đã được đề xuất trong Patent Mỹ số 3,577,521. của Karlheinz Scheller et al., Patent Mỹ số 4,618,488 của Macyarea et al., Patent Mỹ số 5,124,143 của Muhlemann, và Patent Mỹ số 4,632,826 của Ploger et al. Tuy nhiên, các thuốc đánh răng theo các giải pháp kỹ thuật như vậy không đồng thời có được các mức mài mòn mong muốn và mức làm sạch mảng bám răng cao.

Một nỗ lực khác đã được thực hiện nhằm đề xuất các hỗn hợp vật lý gồm các silic oxit kết tủa có các cấu trúc nhất định với các silic oxit dạng gel, nhất là trong patent Mỹ số 5,658,553 của Rice. Điều nói chung đã được thừa nhận là các silic oxit dạng gel có các rìa, và do vậy về mặt lý thuyết nó có khả năng mài mòn các bề mặt ở mức độ lớn hơn so với các silic oxit kết tủa, ngay cả ở các dạng cấu trúc thấp. Do vậy, sáng chế đề

cập tới hỗn hợp trộn gồm các nguyên liệu như vậy trộn với nhau, đồng thời sự cải tiến là hạn chế nhưng mức độ mài mòn cao hơn cùng với khả năng làm sạch mảng bám răng lớn hơn một mình silic oxit kết tủa. Theo giải pháp kỹ thuật này điều đã chỉ ra là các silic oxit dạng gel và các silic oxit kết tủa được sản xuất riêng biệt và được kết hợp với nhau có thể cho phép các mức PCR và RDA cao nhưng hiển nhiên là có đặc tính mài mòn thấp hơn so với các silic oxit đã đề xuất trước đây có kết quả PCR rất cao. Đáng tiếc là, mặc dù những kết quả này là một hướng đi đúng đắn nhất định, song vẫn có nhu cầu đối với nguyên liệu mài mòn răng trên cơ sở silic oxit có tính năng làm sạch mảng bám cao một cách thích đáng đồng thời có đặc tính mài mòn răng phóng xạ thấp hơn sao cho việc loại bỏ mảng này có thể được thực hiện mà không gây nên sự phá huỷ dentin theo cách có hại. Trong thực tế, nhu cầu đối với các sản phẩm thấp đó là có mức PCR cao hơn đáng kể so với mức RDA đã được đề xuất trong công nghiệp sản xuất silic oxit dùng cho thuốc đánh răng. Ngoài ra, sáng chế của Rice chỉ là sự khởi đầu đối với các đặc tính mài mòn mong muốn. Do vậy, một cách thức để tạo ra các lợi ích của các hỗn hợp gồm các dạng khác nhau của các silic oxit được trộn vật lý vừa có mức độ làm sạch mảng bám răng cao lại có mức độ mài mòn răng từ tương đối thấp đến vừa phải, là chưa thể có trong công nghiệp tính cho đến thời điểm này. Do vậy, các silic oxit làm chất mài mòn có thể có mới dùng cho các thuốc đánh răng mà chúng tương đối dễ sản xuất, có giá trị như một thành phần trộn lẫn trong các thuốc đánh răng cùng với sự cải biến và/hoặc tính năng lưu biến được mong đợi, và có khả năng tương hợp với các thành phần thuốc đánh răng tiêu chuẩn khác, tất cả cùng với các kết quả tuyệt vời về chất lượng mài mòn răng, có thể là sẽ làm giảm các chi phí trong công nghiệp cũng như tạo ra khả năng làm sạch mảng bám được cải thiện cùng với mức độ mài mòn thích hợp, sẽ có thể là một thuận lợi đặc biệt hữu ích trong công nghiệp sản xuất thuốc đánh răng. Tuy nhiên, cho tới nay, một sự cải tiến như vậy là chưa từng được biết đến.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đáp ứng các nhu cầu và giải quyết các hạn chế nêu trên trong lĩnh vực này. Điều dễ nhận thấy là các silic oxit nhất định, cụ thể là các loại có nguồn gốc từ các vỏ trấu gạo, có thể tạo ra kết quả mài mòn răng rất thoả đáng trong các thuốc đánh răng, hoặc là ở dạng thành phần chất mài mòn duy nhất, hoặc là ở dạng chất đồng phụ gia kết hợp với các nguyên liệu mài mòn khác. Đặc biệt có lợi là khả năng đáp ứng các tỷ lệ giữa khả năng làm sạch mảng bám (PCR) và mức độ mài mòn răng (RDA)

mong muốn thông qua việc kết hợp các hợp chất mài mòn đồng phụ gia được chọn cụ thể liên quan tới các chất lượng mài mòn chung của chúng và các tỷ lệ của chúng ứng với lượng silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo có mặt trong các thuốc đánh răng được mong muốn.

Cụ thể, sự kết hợp của silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo và các chất mài mòn răng khác (như silic oxit kết tủa, các canxi cacbonat, và các chất tương tự) có thể cho phép tạo ra các tính chất làm sạch mảng bám ở các mức độ cao hơn hẳn khi so với khoảng các kết quả mài mòn răng phóng xạ thấp một cách đáng kể nhờ vậy tạo ra việc làm sạch tối ưu đồng thời vẫn cho phép ngăn ngừa sự mài mòn răng ở mức lớn cho người sử dụng cuối cùng.

Điều được tin là việc sử dụng các sản phẩm silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo như vậy trong các thuốc đánh răng tạo ra các đặc tính mài mòn hữu hiệu một cách bất ngờ. Kết hợp với các chất mài mòn răng đã biết khác, các kết quả là rất bất ngờ ở chỗ sự kết hợp như vậy cho phép mức độ làm sạch mảng bám răng hữu hiệu đồng thời cùng với sự mài mòn ở các mức độ thấp (cho dù vẫn có hiệu quả). Kết quả tổng thể đã chứng tỏ là có khả năng bào sạch các mảng bám răng và các đặc tính mài mòn răng phóng xạ của các chất mài mòn như vậy. Khả năng như vậy là đáp ứng mức độ cần thiết nhất định trong công nghiệp sản xuất thuốc đánh răng do khả năng của chất mài mòn hoặc sự kết hợp của chất mài mòn có các tính chất làm sạch mảng bám răng (PCR) cao đồng thời với các kết quả về mức mài mòn răng phóng xạ (RDA) thấp đã thấy được sau một khoảng thời gian dài. Với các mức đưa vào làm thành phần chất mài mòn trong thuốc đánh răng không quá khoảng 20% khối lượng (của toàn bộ chất mài mòn), được xem là ở trạng thái bình ổn về mức gia tăng về các đặc tính này (một cách đáng điều ngạc nhiên là, đạt tới tỷ lệ rất gần với 1,0). Tuy nhiên, lớn hơn lượng mà có thể làm giảm đáng kể về tỷ lệ này để sao cho lớn hơn 20% khối lượng có trong thuốc đánh răng, tỷ lệ này dường như làm giảm xuống dưới 0,80 trong hầu hết các trường hợp. Hơn thế nữa, khi silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo là chất mài mòn duy nhất có mặt, thì tỷ lệ này giảm thấp hơn nữa, thậm chí là dưới 0,71. Tuy nhiên, các tỷ lệ PCR:RDA như vậy trong mỗi phân nhóm sẽ tùy thuộc vào khả năng làm sạch và mức mài mòn của các chất mài mòn khác bất kỳ có trong nó.

Mô tả chi tiết sáng chế

Tất cả các phần, các phần trăm và các tỷ lệ được sử dụng trong bản mô tả được biểu thị theo khối lượng trừ khi có chỉ dẫn khác được chỉ ra cụ thể. Tất cả các tài liệu được nêu trong bản mô tả được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn.

Do đó, một ưu điểm của sáng chế là tạo ra chất mài mòn răng bao gồm silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo làm chất mài mòn duy nhất nhằm làm đơn giản hoá cho chế phẩm và việc sản xuất. Một ưu điểm khác của sáng chế đó là các tính chất mong muốn về các mức của PCR và RDA có thể được đáp ứng để phù hợp với kết quả được mong muốn về khả năng sử dụng cuối cù tùy thuộc vào lượng silic oxit vỏ trấu gạo được đưa vào cùng với lượng được chọn của một chất mài mòn khác có mặt đồng thời. Một ưu điểm nữa của sáng chế đó là tạo ra thuốc đánh răng bao gồm các nguyên liệu mài mòn chứa silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo trong đó thuốc đánh răng này có khoảng tỷ lệ giữa PCR và RDA cũng tùy thuộc vào lượng của các chất mài mòn như vậy.

Do đó, sáng chế đề xuất thuốc đánh răng bao gồm chất mài mòn có nguồn gốc từ silic oxit vỏ trấu gạo và tùy ý bao gồm thành phần chất mài mòn răng khác bất kỳ, trong đó thuốc đánh răng này có tỷ lệ PCR:RDA tối đa là 0,70; hoặc, theo cách khác, tỷ lệ này là lớn hơn 0,70 đến không quá 0,80; và theo một phương án lựa chọn khác thì tỷ lệ này lớn hơn 0,80.

Nói chung, các silic oxit kết tủa được tổng hợp được điều chế bằng cách trộn lẫn các dung dịch silicat kiềm loãng với các axit vô cơ mạnh trong nước dưới các điều kiện mà ở đó không thể xảy ra sự kết tụ thành sol và gel, khuấy và sau đó lọc silic oxit đã kết tủa. Chất kết tủa thu được, tiếp đó được rửa, được làm khô và được nghiền xuống kích cỡ mong muốn. Một ví dụ về phương pháp như vậy có thể thấy được trong Patent Mỹ số 5,891,421 của McGill et al.

Nguyên liệu silic oxit có nguồn gốc sinh học được ưu tiên là có nguồn gốc từ các vỏ trấu gạo, như đã được lưu ý trong Patent Mỹ số 6,406,678. Quy trình sản xuất các sản phẩm silic oxit như vậy đã được mô tả một cách đầy đủ trong patent này. Theo đó một quy trình sản xuất được đề xuất trong đó là như dưới đây:

Mặc dù hàm lượng của silic oxit có trong các vỏ trấu gạo đôi khi có thể khác nhau phụ thuộc vào vùng địa lý mà ở đó nó phát triển, và giống lúa gạo, song thường là hàm lượng silic oxit của vỏ trấu gạo là nằm trong khoảng 13-15% khối lượng khô. Silic oxit

có trong phần lớn các nguyên liệu có nguồn gốc sinh học, như các vỏ trấu gạo, hầu như là ở dạng vô định hình hình rất có lợi, song nó cũng gắn kết với mạng có nguồn gốc sinh học gồm các tạp chất khác, đặc biệt là hydrocacbon mạch dài như lignin và xenluloza, nhưng ba gồm nhiều khoáng chất vô cơ như canxi, magie, v.v.. và các hợp chất của chúng. Các silic oxit vỏ trấu gạo đòi hỏi việc cần phải tách silic oxit ra khỏi các tạp chất khác đã gắn kết trong nguyên liệu có nguồn gốc sinh học, chủ yếu là các hydrocacbon của nó. Sau khi loại bỏ các hydrocacbon, việc loại bỏ các lượng nhỏ của các khoáng chất vô cơ còn lại có thể được loại bỏ gần như hoàn toàn một cách dễ dàng. Sản phẩm cuối là bột màu trắng đã nghiền mịn của silic oxit vô định hình có độ tinh khiết cao.

Đầu tiên, nhưng là một bước tùy ý, của việc tạo silic oxit vỏ trấu gạo là làm sạch các vỏ trấu gạo. Thông thường là bước này sẽ bao gồm việc sàng các vỏ trấu để loại bỏ các thân, các vụn bản, các lá và các thân lớn khác ra khỏi chúng và sau đó rửa các vỏ trấu này, bằng nước, trong dung dịch trên cơ sở nước chứa chất hoạt động bề mặt để tăng cường khả năng thấm ướt cho các vỏ trấu. Điều được tin là việc rửa các vỏ trấu bằng dung dịch chất hoạt động bề mặt trên cơ sở nước làm tăng cường khả năng hấp thu của dung dịch oxy hoá ở bước tiếp sau, do việc chia nhỏ các vỏ trấu, bởi sự băm nhỏ, nghiền hoặc các phương thức khác cũng được tin là có tác dụng như vậy. Do đó, trong sơ đồ sản xuất này, các vỏ trấu được sàng lọc, được rửa bằng dung dịch chất hoạt động bề mặt và được chia nhỏ để thúc đẩy quy trình này. Tuy nhiên, cần phải lưu ý rằng các bước này không phải là các bước chủ yếu, silic oxit vô định hình có độ tinh khiết cao có thể được chiết từ các vỏ trấu gạo mà không cần áp dụng các bước này, cho dù trong các bước tiếp sau có thể được tăng lên.

Tiếp sau việc làm sạch và chia nhỏ tùy ý cho các vỏ trấu gạo là một bước tùy ý để ngâm chúng trong nước, nước này có thể là ở nhiệt độ cao. Bước ngâm vỏ trấu trong nước như vậy, có thể là, và tốt hơn là, nhiệt độ cao, để loại bỏ các tạp chất khác nhau ra khỏi chúng và làm tăng độ xốp của các vỏ trấu (làm cho chúng dễ bị thấm thấu hơn bởi dung dịch oxy hoá trong bước tiếp sau), và cũng có thể có tác dụng làm biến đổi phần nào theo chiều hướng có lợi lignin và xenluloza có trong các vỏ trấu. Đã nhận thấy là việc ngâm các vỏ trấu ở gần điểm sôi của nước trong 12 giờ hoặc lâu hơn làm tăng tốc bước sau đó để khử các chất hữu cơ của các vỏ trấu bằng cách ngâm chúng trong dung dịch oxy hoá trên cơ sở nước.

Bước chủ yếu thứ nhất của sơ đồ sản xuất silic oxit vỏ trấu gạo là việc khử các chất hữu cơ của các vỏ trấu bằng cách ngâm chúng trong dung dịch trên cơ sở nước chứa chất tan oxy hoá. Việc này có thể đạt được với bất kỳ trong số nhiều nguyên liệu, bao gồm các clorat, các perclorat, các nitrat, các permanganat và các hợp chất peroxit nhất định (như chất phản ứng Fenton) chúng đều nằm trong phạm vi của sáng chế, cho dù chúng không được ưu tiên. Axit peraxetic là chất tan oxy hoá được ưu tiên do phần dư của nó có thể dễ dàng được loại bỏ trong bước tùy ý, cuối cùng của quy trình. Tuy nhiên, hydro peroxit là chất oxy hoá được ưu tiên nhất do sau khi tiêu thụ hết nước chỉ còn lại duy nhất là nó. Nếu peroxit không được tiêu thụ hết hoàn toàn trong khi xử lý các vỏ trấu, là một trường hợp phổ biến thường thấy, nhờ vậy đảm bảo khử hoàn toàn các chất hữu cơ của các vỏ trấu, thì oxy còn lại sẽ tự thoát ra trong một khoảng thời gian ngắn, việc thoát ra này có thể được tăng tốc bằng cách gia nhiệt, khuấy cơ học, phương pháp điện phân hoặc các phương pháp đã biết khác. Do đó, quy trình được đề cập ở đây là một quy trình rất thân thiện môi trường.

Liều lượng ban đầu của hydro peroxit (có trong dung dịch nước) theo phương án được ưu tiên của sáng chế chứa khoảng 0,1mol hydro peroxit (khoảng 3,4gam peroxit) cho mỗi kg vỏ trấu. Lưu ý rằng việc tăng nhiệt độ của dung dịch như vậy làm tăng tác động của nó lên các vỏ trấu. Việc duy trì nhiệt của dung dịch này nằm trong khoảng 90-100°C trong khoảng thời gian 6-8 giờ, đã cho thấy là hoàn toàn hiệu quả. Việc áp dụng nhiệt độ lớn hơn 100°C sẽ đòi hỏi việc phải sử dụng thiết bị áp lực. Mặc dù quá trình khử có thể thực hiện được ở nhiệt độ trong phòng hoặc thấp hơn, song cần lưu ý rằng nhiệt độ giảm sẽ làm cho thời gian cần thiết để khử tăng lên theo hàm số mũ, cho dù là nằm trong phạm vi của sáng chế, song không được ưu tiên. Liều lượng ban đầu của hydro peroxit có thể nhỏ hơn đáng kể, miễn là trong khi giám sát quá trình khử cần phải đảm bảo rằng ít nhất một phần peroxit chưa phản ứng còn lại trong dung dịch trong khoảng thời gian đủ để thực hiện sự khử được mong muốn các chất hữu cơ của các vỏ trấu.

Sau bước khử nêu trên, các vỏ trấu có thể được rửa kỹ bằng nước và tốt hơn là tiếp đó được sấy tới hàm lượng nước là 10% hoặc ít hơn tính theo khối lượng. Việc rửa các vỏ trấu, nếu thực hiện, cần được thực hiện bằng nước ở dạng tinh khiết thường có trong thực tế, như nước đã loại ion hoặc thậm chí là nước đã được chưng cất, có hàm lượng

kim loại nặng hoặc ion sắt rất thấp, để tránh trường hợp bản thân nước rửa này góp phần tạo các tạp chất không mong muốn cho silic oxit.

Việc sấy có thể được thực hiện bằng các phương pháp thông thường, nhưng việc sấy bằng không khí nóng là được ưu tiên do quy trình được đề cập ở đây tạo ra nguồn nhiệt sẵn có dễ kiểm. Sau bước khử các chất hữu cơ của các vỏ trấu, và tốt hơn là rửa và sấy như đã mô tả ở trên, các vỏ trấu tiếp đó “được nung” (đốt cháy, hoặc được oxy hóa, bằng nhiệt với sự có mặt của khí đã oxy hoá). Khoảng nhiệt độ được ưu tiên mà ở đó các vỏ trấu được nung là nằm trong khoảng từ 500 tới 950°C. ở các nhiệt độ mà hầu như là thấp hơn khoảng nhiệt độ mà ở đó các tạp chất cacbon của các vỏ trấu tạo ra khoảng thời gian dài quá mức để oxy hoá hoàn toàn các vỏ trấu, và ở thời điểm nào đó mà có thể không oxy hoá hoàn toàn. ở các nhiệt độ mà hầu như là lớn hơn khoảng nhiệt độ dẫn đến nguy cơ tạo ra các đốm nóng sẽ xuất hiện do sự oxy hoá cục bộ các tạp chất, đặc biệt là các tạp chất cacbon, sẽ bắt đầu biến đổi một phần silic oxit từ dạng vô định hình sang dạng tinh thể, là điều không được mong muốn.

Các vỏ trấu được oxy hóa bởi nhiệt độ cao, như được mô tả ở trên, với sự có mặt của khí chứa oxy. Để đảm bảo sự oxy hoá hoàn toàn các vỏ trấu chúng thường được đặt thành tầng mỏng và không khí được thổi qua nó từ dưới lên. Sự oxy hoá các vỏ trấu xảy ra nhanh chóng trong không khí ở khoảng 600°C trong khoảng thời gian các vỏ trấu đã đạt nhiệt độ thiết lập, sự oxy hoá thành silic oxit vô định hình, màu trắng, mịn, mà không phát hiện được phần dư cacbon bằng mắt, được hoàn thành.

Do thực tế là silic oxit là bền và tương đối xốp và không tan trong nước và các axit (trừ hydro florua), nên nó có thể được rửa tiếp, được rửa bằng nước, xối rửa bằng nhiều axit khác nhau và các dung dịch khác được thiết kế để loại bỏ các tạp chất cụ thể, như các hợp chất canxi, vẫn còn lại sau khi oxy hoá.

Các hỗn hợp chất mài mòn silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo theo sáng chế là các loại chất phụ gia có thể dùng luôn được trong việc điều chế các hỗn hợp chất làm sạch răng miệng, như các thuốc đánh răng, các kem đánh răng, và các loại tương tự, đặc biệt thích hợp làm nguyên liệu trong quy trình sản xuất kem đánh răng. Nếu kết hợp với các chất mài mòn khác (như sản phẩm bất kỳ trong số các sản phẩm được bán bởi J.M. Huber Corporation dưới nhãn hiệu hàng hoá ZEODENT®), thì một chất mài mòn như vậy có thể được đưa vào với lượng bất kỳ, nhưng thường là để cho các tỷ lệ PCR:RDA

cao hơn (trên 0,80), thì lượng này tối đa là 20% tổng khối lượng của các chất mài mòn có mặt, trái lại các tỷ lệ thấp hơn của các đặc tính như vậy (lớn hơn 0,70 đến không quá 0,80), thì lượng này lớn hơn 20% và không quá 50% khối lượng, và đối với tỷ lệ nhỏ hơn 0,70, thì lượng này lớn hơn 50% khối lượng của silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo.

Các hỗn hợp chất mài mòn silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo theo sáng chế có thể được dùng một mình làm thành phần chất làm sạch được đề xuất trong các hỗn hợp thuốc đánh răng theo sáng chế, mặc dù, ít nhất là đối với các nguyên liệu có tính năng làm sạch cao, các mức RDA cao vừa phải có thể là không được chấp nhận đối với một bộ phận người tiêu dùng. Do vậy, hỗn hợp của các nguyên liệu hỗn hợp theo sáng chế với các chất mài mòn khác được trộn hợp vật lý trong một chế phẩm thuốc đánh răng thích hợp là rất được ưu tiên xét theo khía cạnh để đạt được các kết quả mài mòn và làm sạch răng đã định ở mức độ bảo vệ được mong muốn. Do vậy, bất kỳ trong số các loại thông thường khác của các chất phụ gia mài mòn đều có thể có mặt trong các thuốc đánh răng theo sáng chế. Các hạt chất mài mòn như vậy bao gồm, được đưa ra làm ví dụ, và không nhằm giới hạn, canxi cacbonat kết tủa (PCC), canxi cacbonat nghiền (GCC), dicanxi phosphat hoặc các dạng dihydrat của nó, silicagel (và có cấu trúc bất kỳ), silic oxit kết tủa vô định hình (bản thân nó có thể có cấu trúc bất kỳ), perlit, titan đioxit, canxi pyrophosphat, hydrat hoá nhôm oxit, nhôm oxit được nung, natri metaphosphat không tan, kali metaphosphat không tan, magie cacbonat không tan, ziricon silicat, nhôm silicat, và v.v., có thể được đưa vào trong các hỗn hợp chất mài mòn được mong muốn để tạo ra cả các đặc tính chỉ bóng cho chế phẩm được mong muốn (các thuốc đánh răng, được đưa ra làm ví dụ, v.v.), nếu muốn.

Các chất mài mòn (duy nhất một mình silic oxit vỏ trấu gạo hoặc hỗn hợp của silic oxit vỏ trấu gạo với nguyên liệu mài mòn bất kỳ khác, như được mô tả ở trên), khi được đưa vào trong các hỗn hợp thuốc đánh răng, có mặt với hàm lượng nằm trong không từ 5% tới 50% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10% tới 35% khối lượng, đặc biệt là khi thuốc đánh răng này là kem đánh răng. Toàn bộ các chế phẩm thuốc đánh răng hoặc chế phẩm làm sạch răng miệng kết hợp các hỗn hợp chất mài mòn theo sáng chế sẽ có lợi nếu có thể bao gồm các thành phần có thể có dưới đây và các lượng tương đối của chúng (tất cả các lượng được đưa ra theo % khối lượng):

Chế phẩm thuốc đánh răng

Thành phần	Hàm lượng
Chất mang lỏng:	
(các) chất làm ẩm (tổng cộng)	5-70
nước đã khử ion	5-70
(các) chất kết dính	0,5-2,0
chất chống sâu răng	0,1-2,0
(các) tác nhân càn hoá	0,4-10
chất làm đặc silic oxit*	3-15
(các) chất hoạt động bề mặt	0,5-2,5
chất mài mòn	10-50
chất tạo ngọt	<1,0
các chất tạo màu	<1,0
hương liệu	<5,0
chất bảo quản	<0,5

Ngoài ra, như đã nêu trên, chất mài mòn theo sáng chế có thể được sử dụng kết hợp với các nguyên liệu mài mòn khác, như silic oxit kết tủa, silicagel, dicanxi phosphat, dicanxi phosphat dihydrat, canxi metasilicat, canxi pyrophosphat, nhôm oxit, nhôm oxit được nung, nhôm silicat, canxi cacbonat được kết tủa và được nghiền, đá phấn, bentonit, nhựa rắn nhiệt ở dạng hạt và các nguyên liệu mài mòn thích hợp khác đã biết đối với chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Ngoài thành phần chất mài mòn, thuốc đánh răng còn có thể chứa một hoặc nhiều chất tăng cường cảm quan. Các chất tăng cường cảm quan bao gồm các chất làm ẩm, chất tạo ngọt, các chất hoạt động bề mặt, các hương vị, các chất tạo màu và các chất làm đặc, (đôi khi còn được biết đến như là chất kết dính, các gôm, hoặc các chất làm ổn định),

Các chất làm ẩm đóng vai trò tạo ra hình dạng hoặc “kết cấu miệng” cho thuốc đánh răng cũng như ngăn không cho thuốc đánh răng bị khô. Các chất làm ẩm thích hợp bao gồm polyetylen glycol (với các trọng lượng phân tử khác nhau), propylen glycol, glyxerin (glyxerol), erythritol, xylitol, sorbitol, manitol, lactitol, và các sản phẩm thủy phân tinh bột đã hydrat hoá, cũng như các hỗn hợp của các hợp chất này. Lượng chất

làm ẩm thường là nằm trong khoảng từ 20% khối lượng tới khoảng 30% khối lượng hỗn hợp kem đánh răng.

Chất tạo ngọt có thể được bổ sung vào hỗn hợp kem đánh răng để tạo cho sản phẩm có vị dễ chịu. Các chất tạo ngọt thích hợp bao gồm sacarin (như natri, kali hoặc canxi sacarin), xyclamat (ở dạng muối natri, kali hoặc canxi), axesulfan-K, thaumatin, neohisperidin dihydrochalcon, glycyrrhizin đã amoni hoá, dextroza, levuloza, sucroza, mannoza, và glucoza.

Các chất hoạt động bề mặt được sử dụng trong các hỗn hợp chất theo sáng chế để tạo cho các hỗn hợp này có vẻ bề ngoài dễ chấp nhận hơn. Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt là nguyên liệu làm sạch tạo cho các hỗn hợp này các đặc tính làm sạch và tạo bọt. Các chất hoạt động bề mặt thích hợp là các chất hoạt động bề mặt anion, cation, không ion, ion lưỡng tính, amphoteric và betain như natri lauryl sulfat, natri dodecyl benzen sulfonat, các muối kim loại kiềm hoặc amoni của lauroyl sarcosinat, myristoyl sarcosinat, palmitoyl sarcosinat, stearyl sarcosinat và oleoyl sarcosinat, polyoxyetylen sorbitan monostearat, isostearat và laurat, natri lauryl sulfoacetat, N-lauroyl sarcosin, các muối natri, kali, và etanolamin của N-lauroyl, N-myristoyl, hoặc N-palmitoyl sarcosin, các phần ngưng polyetylen oxit của các alkyl phenol, cocoamidopropyl betain, lauramidopropyl betain, palmityl betain và các chất tương tự với lượng hữu hiệu và an toàn. Natri lauryl sulfat là chất hoạt động bề mặt được ưu tiên. Chất hoạt động bề mặt thường có mặt trong các hỗn hợp chăm sóc răng miệng theo sáng chế với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 tới 15% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,3% tới 5% khối lượng, như nằm trong khoảng từ 0,3% tới 2% khối lượng.

Các hương liệu tùy ý có thể được bổ sung vào các hỗn hợp thuốc đánh răng. Các hương liệu thích hợp bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, dầu cây lộc đề, dầu bạc hà cay, dầu bạc hà lục, dầu cây de vàng, và dầu cây đinh hương, xianon, anethol, menthol, thymol, eugenol, eucalyptol, chanh, cam và các hợp chất tạo hương vị khác để bổ sung các mùi hoa quả, mùi gia vị, v.v.. Các hương vị này về mặt hoá học là chứa hỗn hợp của các aldehyt, các keton, các este, các phenol, các axit, và các rượu béo, thơm và các rượu khác.

Các chất tạo màu có thể được bổ sung để cải thiện vẻ bên ngoài mang tính thẩm mỹ của sản phẩm. Các chất tạo màu thích hợp được chọn từ các chất tạo màu đã được

phê chuẩn bởi các cơ quan hữu quan thích hợp như FDA và các chất được nêu trong danh sách khuyến cáo dùng cho dược phẩm và thực phẩm của Châu Âu (European Food and Pharmaceutical Directives) và bao gồm chất tạo màu, như TiO_2 , và các chất màu như thuốc nhuộm FD&C và D&C.

Các chất làm đặc có thể dùng được trong các hỗn hợp thuốc đánh răng theo sáng chế để tạo ra cấu trúc gelatin mà nó làm cho kem đánh răng ổn định không bị tách pha. Các chất làm đặc thích hợp bao gồm chất làm đặc silic oxit; tinh bột; glyxerit của tinh bột; các gôm như gôm karaya (gôm sterculia), gôm tragacan, gôm arabic, gôm ghatti, gôm acaxia, gôm xanthan, gôm guar và gôm xenluloza; magie nhôm silicat (Veegum); carrageenan; natri alginat; aga-aga; pectin; gelatin; các hợp chất xenluloza như xenluloza, carboxymetyl xenluloza, hydroxyetyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, hydroxymetyl xenluloza, hydroxymetyl carboxypropyl xenluloza, metyl xenluloza, etyl xenluloza, và xenluloza đã sulfat hoá; các đất sét tự nhiên và tổng hợp như đất sét hectorit; cũng như các hỗn hợp của các hợp chất này. Các lượng tiêu biểu của các chất làm đặc hoặc chất kết dính là nằm trong khoảng từ 0% khối lượng tới 15% khối lượng hỗn hợp kem đánh răng hỗn hợp kem đánh răng.

Các chất trị liệu tùy ý được sử dụng trong các hỗn hợp chất theo sáng chế để cho phép ngăn ngừa và điều trị các bệnh sâu răng, bệnh nha chu và sự nhạy cảm với nhiệt độ. Các ví dụ về các chất trị liệu, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các nguồn cấp florua, như natri florua, natri monoflophosphat, kali monoflophosphat, thiếc florua, kali florua, natri flosilicat, amoni flosilicat và các chất tương tự; các phosphat được ngưng tụ như tetranatri pyrophosphat, tetrakali pyrophosphat, đinatri dihydrogen pyrophosphat, trinatri monohydro pyrophosphat; các tripolyphosphat, các hexametaphosphat, các trimetaphosphat và các pyrophosphat chẳng hạn; các chất diệt khuẩn như triclosan, các bisguanit, như alexidín, clorhexidín và clorhexidín gluconat; các enzym như papain, bromelain, glucoamylaza, amylaza, đextranaza, mutanaza, các lipaza, pectinaza, tannaza, và proteaza; các hợp chất amoni bậc bốn, như benzalkoni clorua (BZK), benzethoni clorua (BZT), xetylpyridini clorua (CPC), và đomiphen bromua; muối kim loại, như kẽm xitrat, kẽm clorua, và thiếc florua; dịch chiết sanguinaria và sanguinarin; các dầu dễ bay hơi, như eucalyptol, menthol, thymol, và metyl salixilat; các amin florua; các peroxit và các chất tương tự. Các chất trị liệu có thể

được sử dụng trong các chế phẩm thuốc đánh răng ở dạng một mình hoặc kết hợp với lượng hữu hiệu và an toàn trị liệu.

Các chất bảo quản cũng có thể tùy ý được bổ sung vào các hỗn hợp chất theo sáng chế để ngăn ngừa sự phát triển vi khuẩn. Các chất bảo quản thích hợp được phê chuẩn để dùng trong miệng như metylparaben, propylparaben và natri benzoat, hoặc sự kết hợp của chúng, có thể được bổ sung với lượng an toàn và hữu hiệu.

Các thuốc đánh răng được đề xuất theo sáng chế cũng có thể chứa nhiều thành phần bổ sung khác nhau như các chất gây tê, các chất làm lành vết thương, các chất chống sâu răng khác, chất càn hóa/tạo chelat, các vitamin, các axit amin, các protein, các chất chống mảng bám/cao răng, các chất làm sáng, các chất kháng sinh, các chất kháng enzym, các enzym, các chất điều chỉnh độ pH, các tác nhân oxy hoá, các chất chống oxy hoá, và các chất tương tự.

Ngoài các phụ gia đã nêu trên, nước có mặt để tạo sự cân bằng cho hỗn hợp chất. Tốt hơn là, nước đã loại ion và không chứa tạp chất. Thuốc đánh răng sẽ thường bao gồm từ khoảng 0 tới khoảng 60% khối lượng nước, đôi khi là với các khoảng hẹp hơn (từ tất cả các nguồn cấp) là từ khoảng 5 tới khoảng 35%, và thậm chí là với các khoảng hẹp hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 tới 35% khối lượng.

Chất làm đặc silic oxit hữu hiệu để dùng trong chế phẩm kem đánh răng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, silic oxit kết tủa vô định hình như silic oxit ZEODENT® 165. Các chất làm đặc silic oxit khác được ưu tiên là (nhưng không chỉ giới hạn ở) ZEODENT® 163 và/hoặc 167 và ZEOFREE® 153, 177, và/hoặc silic oxit 265, do J. M. Huber Corporation, Havre de Grace Md., U.S.A cung cấp.

Được dùng trong sáng chế này, "thuốc đánh răng" có nghĩa được xác định trong tài liệu Oral Hygiene Products and Practice, Morton Pader, Consumer Science and Technology Series, Vol. 6, Marcel Dekker, NY 1988, p. 200, được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn. Cụ thể, "thuốc đánh răng" là " . . . chất được sử dụng với bàn chải đánh răng để làm sạch bề mặt có thể tới được của răng. Thuốc đánh răng chủ yếu bao gồm nước, chất tẩy rửa, chất gây ẩm, chất kết dính, chất tạo hương, và chất mài mòn ở dạng bột mịn làm thành phần chính. . . thuốc đánh răng được xem là dạng liều lượng chứa chất mài mòn để phân phối các chất chống sâu răng đến răng". Chế phẩm thuốc đánh răng chứa các thành phần cần phải được hòa tan trước khi kết hợp vào chế phẩm thuốc

đánh răng (ví dụ như các chất chống sâu răng như natri florua, natri phosphat, chất tạo hương như sacarin).

Các đặc tính của silic oxit và kem đánh răng (thuốc đánh răng) được nêu trong bản mô tả được xác định như sau trừ khi được chỉ ra cụ thể.

Cỡ hạt trung bình được xác định nhờ sử dụng thiết bị tán xạ ánh sáng laze Model LA-300 có bán của hãng Horiba Instruments, Boothwyn, Pennsylvania.

Để xác định độ sáng chói, các nguyên liệu dạng bột mịn được dập thành viên tròn được tạo bề mặt trơn nhẵn được đánh giá nhờ sử dụng thiết bị Technidyne Brightmeter S-5/BC. Thiết bị này có hệ quang học chùm tia kép ở đó mẫu được chiếu sáng với góc 45° , và ánh sáng phản xạ được nhìn ở góc 0° . Nó phù hợp với các phương pháp thí nghiệm TAPPI T452 và T646, và Tiêu chuẩn ASTM Standard D985. Các nguyên liệu dạng bột được dập thành viên tròn dày khoảng 1cm với áp lực đủ để tạo ra viên tròn có bề mặt trơn nhẵn và phẳng và mà không làm cho các hạt xốp hoặc có ánh bóng.

Thử nghiệm mài mòn Brass Einlehner (BE) được dùng để đo độ cứng của silic oxit kết tủa/silic oxit dạng gel nêu trong đơn sáng chế này được mô tả cụ thể trong bằng sáng chế Mỹ số 6,616,916, được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn, sử dụng thiết bị mài mòn Einlehner AT-1000 Abrader thường được sử dụng như sau: (1) lưới dây kim loại đồng thau Fourdrinier được cân và được đặt dưới tác dụng của hỗn dịch silic oxit 10% trong nước trong một khoảng thời gian cho trước; (2) tiếp theo, lượng mài mòn được xác định bằng số miligam đồng thau hao tổn từ lưới dây kim loại Fourdrinier tính trên 100.000 vòng xoay. Kết quả, được đo bằng số mg hao tổn, có thể được mô tả là giá trị mài mòn 10% brass Einlehner (BE).

Giá trị mài mòn răng phóng xạ (RDA) của thuốc đánh răng chứa hỗn hợp silic oxit được dùng trong sáng chế được xác định theo phương pháp do Hefferen nêu trong tài liệu Journal of Dental Res., July-August 1976, 55 (4), pp. 563-573, và được Wason mô tả trong bằng sáng chế Mỹ số 4,340,583, 4,420,312 và 4,421,527, các công bố và patent này được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn.

Đặc tính làm sạch của hỗn hợp thuốc đánh răng thường được biểu thị dưới dạng giá trị tỷ lệ làm sạch mảng bám răng (Pellicle Cleaning Ratio - PCR). Thử nghiệm PCR xác định khả năng hỗn hợp thuốc đánh răng loại bỏ mảng bám răng khỏi răng trong các điều kiện chải răng nhất định. Thử nghiệm PCR được mô tả trong tài liệu "In Vitro

Removal of Stain With Dentifrice" G. K. Stookey, et al., J. Dental Res., 61, 1236-9, 1982. Cả hai kết quả PCR và RDA đều thay đổi tùy theo bản chất và nồng độ của thành phần của hỗn hợp thuốc đánh răng. Các giá trị PCR và RDA không có đơn vị.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sử dụng silic oxit có nguồn gốc sinh học làm chất mài mòn trong thuốc đánh răng

Các ví dụ từ 1 đến 4

Trong các ví dụ này, vài mẫu silic oxit STRATOSIL™ S-100, nó có nguồn gốc từ các vỏ trấu gạo, được thể nghiệm về các tính chất khác nhau theo các phương pháp được mô tả ở trên và các kết quả được tóm tắt trong bảng 1.

Bảng 1

Ví dụ	1	2	3	4
MPS, μm	48	18,52	5,65	4,0
độ sáng chói	-	78,4	89,1	90,7
Sự mài mòn Einlehner, mg hao tổn	20,41	40,5	25,14	20,29
% còn lại trên sàng cỡ 325	-	-	-	0
Diện tích bề mặt BET, m^2/g	-	-	-	297
Diện tích bề mặt CTAB, m^2/g	-	-	-	123
Mức hấp thụ dầu	-	-	-	77
5% pH	-	-	-	4,3
Tổng thể tích lỗ rỗng, mL/g	-	-	-	1,28

Silic oxit STRATOSIL™ S-100 có nguồn gốc từ các vỏ trấu gạo và là thương phẩm có bán của hãng International Silica Technologies, LLC, The Woodlands, Texas. Ví dụ 1 được tạo ra ở dạng mẫu đã sấy phun, chưa nghiền của STRATOSIL S-100 như được chứng tỏ bởi cỡ hạt lớn của nó. Các Ví dụ 2-4 được tạo ra ở dạng các mẫu đã nghiền STRATOSIL S-100. Các mẫu cỡ hạt rất nhỏ vẫn có giá trị sự mài mòn Einlehner rất cao nằm trong khoảng 20-25mg hao tổn, khi được so sánh với các chất mài mòn silic oxit kết tủa mà chúng thường có which thông thường có sự mài mòn Einlehner nằm trong khoảng 3-8mg hao tổn.

Các chế phẩm kem đánh răng được điều chế bằng cách sử dụng một vài ví dụ về silic oxit đã nêu trên để chứng minh các khả năng bảo vệ răng tối ưu.

Để điều chế các thuốc đánh răng, glyxerin, natri carboxymetyl xenluloza, polyetylen glycol và sorbitol được trộn cùng với nhau và được khuấy cho đến khi các thành phần được hòa tan để tạo ra hỗn hợp trộn thứ nhất. Nước đã loại ion, natri florua, tetranatri pyrophosphat và natri sacarin cũng được trộn cùng với nhau và được khuấy cho đến khi các thành phần này được hòa tan để tạo ra hỗn hợp trộn thứ hai. Sau đó, hai hỗn hợp trộn này được trộn hợp cùng với khuấy. Sau đó, chất màu tùy chọn được bổ sung cùng với khuấy để thu được “hỗn hợp trộn trước”. Hỗn hợp trộn trước này được đưa vào thiết bị trộn Ross (Model 130 LDM) và chất làm đặc silic oxit, silic oxit làm chất mài mòn theo sáng chế và titan đioxit được trộn mà không hút chân không. Rút chân không ở mức 30inso (76,2cm) và hỗn hợp thu được được khuấy trong khoảng 15 phút. Sau cùng, natri lauryl sulfat và hương vị được bổ sung và hỗn hợp này được khuấy trong khoảng 5 phút ở tốc độ khuấy thấp. Thuốc đánh răng thu được được cho vào các ống tuýp kem đánh răng làm bằng chất dẻo dạng cán mỏng và được bảo quản để dùng cho thử nghiệm tiếp theo. Các chế phẩm thuốc đánh răng được đưa ra trong Bảng 2 ở dưới. Chế phẩm thuốc đánh răng được sử dụng được xem là chế phẩm thuốc đánh răng thử nghiệm thích hợp cho các mục đích để xác định các số đo PCR và RDA Việc cho các chất mài mòn làm sạch theo sáng chế.

Bảng 2

Các chế phẩm thuốc đánh răng

	1	2	3	4	5
Glyxerin, 99,5%, g	0	0	0	0	11,000
Sorbitol, 70%, g	58,467	58,467	58,467	58,467	40,007
Nước đã khử ion, g	12,715	12,715	12,715	12,715	20,000
CARBOWAX® 600, g	5,000	5,000	5,000	5,000	3,000
CEKOL® 2000 CMC, g	0,500	0,500	0,500	0,500	1,200
Natri benzoat, g	0,500	0,500	0,500	0,500	0
Tetranatri Pyrophosphat, g	0	0	0	0	0,500
Natri Sacarin, g	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200
Natri Florua, g	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243
ZEODENT® 165	8,500	13,500	8,500	8,500	1,500
Chất làm đặc silic oxit, g					

Silic oxit theo ví dụ 1, g	10	0	0	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 2, g	0	5,0	0	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 3, g	0	0	10	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 4, g	0	0	0	10	20
TiO ₂ , g	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500
Natri Lauryl Sulfat, g	1,875	1,875	1,875	1,875	1,200
Hương vị, g	1,500	1,500	1,500	1,500	0,650

ZEODENT® 165 là chất làm đặc silic oxit cấu trúc cao dạng kết tủa, vô định hình là thương phẩm có bán của hãng J.M. Huber Corporation, Havre de Grace, Maryland; CARBOWAX® 600 là polyetylen glycol là thương phẩm có bán của hãng Dow Chemical Company, Midland, Michigan; và CEKOL® 2000 là CMC là thương phẩm có bán của hãng Noviant Group, Arnhem, the Netherlands.

Các chế phẩm thuốc đánh răng được điều chế ở trên được đánh giá về các tính chất PCR và RDA, theo các phương pháp được mô tả ở trên; Các phép đo cho mỗi chế phẩm thuốc đánh răng được đưa ra trong Bảng 3 ở dưới.

Bảng 3

Chế phẩm	RDA	PCR	PCR/RDA
1	133	66	0,50
2	125	75	0,60
3	125	89	0,71
4	138	91	0,66
5	136	107	0,79

Điều ngạc nhiên là, các giá trị RDA phụ thuộc vào cỡ hạt silic oxit, chủ yếu là các khoảng RDA tương đương cho các hạt nằm trong khoảng 48µm và 4µm. Ngoài ra, độ cứng hạt của silic oxit STRATOSIL, được chứng tỏ bởi giá trị sự mài mòn Einlehner, không tương quan với RDA của kem đánh răng và RDA phụ thuộc vào hàm lượng silic oxit có trong kem đánh răng. Tuy nhiên, các giá trị PCR và tỷ lệ PCR/RDA có xu hướng

tăng khi cỡ hạt silic oxit giảm cũng như khi hàm lượng của nguyên liệu có nguồn gốc từ silic oxit vỏ trấu gạo có trong nó tăng lên .

Sự kết hợp của silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo và các chất mài mòn răng khác

Các ví dụ từ 5 đến 12

Một vài ví dụ về hỗn hợp của silic oxit kết tủa vô định hình và silic oxit vỏ trấu gạo theo Ví dụ 4 được định lượng theo các khối lượng của các thành phần được đưa ra trong Bảng 4 vào túi mẫu bằng chất dẻo và trộn các silic oxit này với nhau bằng cách đảo túi đóng kín này vài lần cho tới khi đồng nhất. Hai mẫu sản phẩm silic oxit thương phẩm được sử dụng để kết hợp với silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo nêu ở trên. Các sản phẩm này có các đặc tính dưới đây:

Bảng 5

Ví dụ về silic oxit kết tủa thương phẩm	A	B
MPS, μm	12	11
Độ sáng chói	97	97
Sự mài mòn Einlehner, mg hao tổn	2,5	5,5
% còn lại trên sàng cỡ 325	0,75	0,75
%H ₂ O	8	6
%Na ₂ SO ₄ (theo độ dẫn)	1	1
Mức hấp thụ dầu	100	88
5% pH	7,3	7,7

Bảng 4

Ví dụ	Ví dụ 4 g	Thương phẩm B g	Thương phẩm A G
5	225	75	0
6	150	150	0
7	75	225	0
8	225	0	75
9	150	0	150
10	75	0	225
11	75	0	225
12	30	0	270

Các ví dụ về hỗn hợp silic oxit được mô tả ở trên được đưa vào trong các chế phẩm thuốc đánh răng theo phương pháp được mô tả trong Ví dụ 1. Các chế phẩm thuốc đánh răng được đưa ra trong Bảng 5 ở dưới.

Bảng 5

Các chế phẩm thuốc đánh răng

	6	7	8	9	10	11	12	13
Glyxerin, 99,5%, g	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000
Sorbitol, 70%, g	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007
Nước đã khử ion, g	20,000	20,000	20,000	20,000	20,000	20,000	20,000	20,000
CARBOWAX® 600, g	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000
CEKOL® 2000 CMC, g	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200
Tetranatri Pyrophosphat, g	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500
Natri Sacarin, g	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200
Natri Florua, g	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243
ZEODENT® 165 Chất làm đặc silic oxit, g	1,500	1,500	1,500	1,500	1,500	1,500	1,500	1,500
Silic oxit theo Ví dụ 5, g	20	0	0	0	0	0	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 6, g	0	20	0	0	0	0	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 7, g	0	0	20	0	0	0	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 8, g	0	0	0	20	0	0	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 9, g	0	0	0	0	20	0	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 10, g	0	0	0	0	0	20	0	0
Silic oxit theo Ví dụ 11, g	0	0	0	0	0	0	20	0
Silic oxit theo Ví dụ 12, g	0	0	0	0	0	0	0	20
TiO ₂ , g	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500
Natri Lauryl Sulfat, g	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200
Hương vị, g	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650

Các chế phẩm thuốc đánh răng được điều chế ở trên được đánh giá về các tính chất PCR và RDA, theo các phương pháp được mô tả ở trên; Các phép đo cho mỗi thuốc đánh răng được đưa ra trong Bảng 6 ở dưới.

Bảng 6

Chế phẩm No.	RDA	PCR	PCR/RDA
6	136	100	0,74
7	132	100	0,76
8	126	97	0,77
9	132	101	0,77
10	128	99	0,77
11	112	96	0,86
12	114	96	0,84
13	96	91	0,95

Việc silic oxit ZEODENT 114 ít mài mòn hơn so với silic oxit ZEODENT 119, được chứng tỏ bởi các giá trị Einlehner của chúng. Các chế phẩm kem đánh răng 6-8 có chứa các hỗn hợp của silic oxit vỏ trấu gạo STRATOSIL và Silic oxit ZEODENT 119 với các tỷ lệ giống như Các chế phẩm kem đánh răng 9-11 chứa silic oxit vỏ trấu gạo và silic oxit ZEODENT 114. đối với các tỷ lệ trộn giữa silic oxit kết tủa và silic oxit vỏ trấu gạo càng cao (Chế phẩm 11 so với Chế phẩm 8), thì tỷ lệ PCR/RDA được tạo ra càng cao khi ZEODENT 114 ít mài mòn được sử dụng. Có thể tạo ra được kem đánh răng có tỷ lệ PCR/RDA đạt gần tới 1 bằng cách thay đổi tỷ lệ giữa silic oxit STRATOSIL và silic oxit thông thường như đã thấy ở Chế phẩm 13. Độ mài mòn thích hợp của silic oxit thông thường mà nó đã được trộn với silic oxit vỏ trấu gạo cho phép kem đánh răng có các tỷ lệ PCR/RDA cao hơn.

Mặc dù sáng chế sẽ được mô tả và được bộc lộ liên quan tới các phương án được ưu tiên và các phương pháp thực hiện nhất định, song không dự định giới hạn sáng chế ở những phương án cụ thể này, đúng hơn là sáng chế được dự định để bao hàm các phương án tương đương và tất cả các phương án thay thế và các dạng cải biến có thể được xác định bởi phạm vi của yêu cầu bảo hộ kèm theo và các dạng tương đương.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thuốc đánh răng bao gồm chất mài mòn silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo và tùy ý thành phần chất mài mòn răng khác, trong đó thuốc đánh răng này có tỷ lệ giữa khả năng làm sạch mảng bám (PCR) và mức độ mài mòn răng (RDA) lớn hơn 0,80, chất mài mòn silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo là bột màu trắng đã nghiền mịn của silic oxit vô định hình có độ tinh khiết cao, với cỡ hạt từ 4 đến 48 μm , và chất mài mòn silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo ở dạng riêng rẽ hoặc tổ hợp chất mài mòn silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo với thành phần chất mài mòn răng khác chiếm từ 5% đến 50% khối lượng của thuốc đánh răng;

trong đó chất mài mòn silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo được sản xuất bằng phương pháp bao gồm các bước sau:

- (a) khử các nguyên liệu hữu cơ của vỏ trấu bằng cách ngâm vỏ trấu trong dung dịch nước chứa chất tan oxy hoá; và
- (b) nung vỏ trấu ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 500 đến 950°C;

thành phần chất mài mòn răng khác được chọn từ nhóm gồm các sản phẩm silic oxit kết tủa, các silic oxit dạng gel, canxi cacbonat kết tủa, canxi cacbonat nghiền, đá phấn, magie cacbonat, dicanxi phosphat và các dạng dihydrat của nó, canxi pyrophosphat, zircon silicat, kali metaphosphat, magie orthophosphat, tricanxi phosphat, perlit, và các hỗn hợp bất kỳ của chúng.

2. Thuốc đánh răng theo điểm 1, trong đó còn có mặt một thành phần chất mài mòn răng khác.

3. Thuốc đánh răng theo điểm 2, trong đó thành phần chất mài mòn răng khác được chọn từ nhóm gồm các sản phẩm silic oxit kết tủa, các silic oxit dạng gel, canxi cacbonat kết tủa, canxi cacbonat nghiền, đá phấn, magie cacbonat, dicanxi phosphat và các dạng dihydrat của nó, canxi pyrophosphat, zircon silicat, kali metaphosphat, magie orthophosphat, tricanxi phosphat, perlit, và các hỗn hợp bất kỳ của chúng.

4. Thuốc đánh răng theo điểm 3, trong đó thành phần chất mài mòn răng khác là sản phẩm silic oxit kết tủa.

5. Thuốc đánh răng theo điểm 2, trong đó tổng lượng các chất mài mòn có mặt trong thuốc đánh răng này là không quá 30% khối lượng của thuốc đánh răng, và trong đó

silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo có mặt với lượng không quá 25% khối lượng của thuốc đánh răng.

6. Thuốc đánh răng theo điểm 3, trong đó tổng lượng các chất mài mòn có mặt trong thuốc đánh răng là không quá 30% khối lượng của thuốc đánh răng, và trong đó silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo có mặt với lượng không quá 25% khối lượng của thuốc đánh răng.

7. Thuốc đánh răng theo điểm 4, trong đó tổng lượng các chất mài mòn có mặt trong thuốc đánh răng là không quá 30% khối lượng của thuốc đánh răng, và trong đó silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu gạo có mặt với lượng không quá 25% khối lượng của thuốc đánh răng.