



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0046025

(51)^{2020.01} C01B 33/193; A61Q 11/02; A61K 6/00; (13) B
A61K 8/25

(21) 1-2020-01618 (22) 28/08/2018
(86) PCT/EP2018/073097 28/08/2018 (87) WO2019/042975 07/03/2019
(30) 62/551,259 29/08/2017 US; 62/684,082 12/06/2018 US
(45) 26/05/2025 446 (43) 25/06/2020 387A
(73) EVONIK OPERATIONS GMBH (DE)
Rellinghauser Straße 1-11, 45128 Essen, Germany
(72) HAGAR, William J. (US); NASSIVERA, Terry W. (US); GALLIS, Karl W. (US).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) HẠT SILIC DIOXIT HÌNH CẦU ĐỂ KIỂM SOÁT ĐỘ MÀI MÒN NGÀ RĂNG
TƯƠNG ĐỐI, QUY TRÌNH TẠO RA HẠT SILIC DIOXIT, VÀ CHẾ PHẨM KEM
ĐÁNH RĂNG CHỨA HẠT SILIC DIOXIT NÀY

(21) 1-2020-01618

(57) Sáng chế đề cập đến hạt silic dioxit có cỡ hạt trung bình d_{50} ít nhất là $6\mu\text{m}$, tỷ lệ $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,4, RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 200, và hệ số cầu (S_{80}) ít nhất là 0,9, cũng như quy trình tạo ra các hạt silic dioxit này, và chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic dioxit này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hạt silic dioxit có cỡ hạt trung bình d_{50} ít nhất là $6\mu\text{m}$, tỷ lệ $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,4, RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 200, và hệ số cầu (S_{80}) ít nhất là 0,9, cũng như phương pháp tạo ra các hạt silic dioxit này, và chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic dioxit này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Mài mòn ngà răng tương đối (*Relative dentin abrasion: RDA*) là một thử nghiệm được sử dụng để đặt giới hạn an toàn cho kem đánh răng và chế phẩm kem đánh răng khác. Thử nghiệm RDA liên quan đến việc đo sự mất ngà răng sau khi đánh răng bằng chế phẩm kem đánh răng thử nghiệm liên quan đến canxi pyrophosphat kiểm soát (đặt đến 100).

Hạt silic dioxit hình cầu, so với hạt silic dioxit không phải hình cầu và có hình dạng không đều truyền thống, có một số tính chất nhất định (như độ mài mòn Einlehner thấp) có lợi cho việc sử dụng chúng trong kem đánh răng và các ứng dụng kem đánh răng khác. Tuy nhiên, sẽ rất thuận lợi cho các vật liệu silic dioxit hình cầu này nếu cũng có hiệu suất RDA được cải thiện. Theo đó, chính những điều này mà sáng chế chủ yếu được định hướng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến hạt silic dioxit có độ mài mòn ngà răng tương đối (*Relative Dentin Abrasion: RDA*) giảm. Theo một khía cạnh của sáng chế, hạt silic dioxit này có thể có (i) cỡ hạt trung bình d_{50} lớn hơn hoặc bằng khoảng $6\mu\text{m}$, (ii) tỷ lệ $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,4, (iii) RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 200, và (iv) hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,9. Các hạt silic dioxit này có hình dạng hoặc hình thái học hình cầu, và có thể được tạo ra bằng cách sử dụng quy trình phản ứng vòng liên tục.

Sáng chế còn mô tả chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic dioxit hình cầu, thường với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 50% trọng lượng, và thường gặp hơn là, nằm trong khoảng từ 5 đến 35% trọng lượng.

Quy trình tạo ra hạt silic dioxit cũng được đề xuất trong sáng chế này, và quy trình này có thể bao gồm (a) liên tục nạp axit vô cơ và silicat kim loại kiềm vào vùng phản ứng vòng chứa dòng hơi của môi trường lỏng, trong đó ít nhất một phần của axit vô cơ và silicat kim loại kiềm phản ứng để tạo ra hạt silic dioxit trong môi trường lỏng của vùng phản ứng vòng, (b) tiếp tục tuần hoàn môi trường lỏng xuyên qua vùng phản ứng vòng, và (c) tiếp tục tháo ra khỏi vùng phản ứng vòng một phần của môi trường lỏng chứa hạt silic dioxit. Có lợi là, các bước (a)-(c) có thể được thực hiện trong điều kiện biến dạng thấp hoặc không có biến dạng, bất ngờ dẫn đến hình thái hạt tròn hơn và hình cầu hơn. Ví dụ, vùng phản ứng vòng có thể được cấu hình mà không có sàng tĩnh hoặc vùng phản ứng vòng có thể bao gồm sàng tĩnh với các lỗ mở lớn hơn 3mm^2 trong khu vực cắt ngang. Ngoài ra hoặc theo cách khác, tần số biến dạng trong vùng phản ứng vòng có thể nhỏ hơn 1.000.000 tương tác/phút.

Cả phần tóm tắt Bản chất kỹ thuật của sáng chế ở trên và Mô tả chi tiết sáng chế sau đây đều cung cấp các ví dụ và chỉ mang tính giải thích. Theo đó, phần tóm tắt Bản chất kỹ thuật của sáng chế ở trên và Mô tả chi tiết sáng chế sau đây không nên được coi là hạn chế. Hơn nữa, các dấu hiệu hoặc biến thể có thể được cung cấp ngoài những dấu hiệu được nêu trong tài liệu này. Ví dụ, một số khía cạnh nhất định có thể được hướng đến các kết hợp dấu hiệu và kết hợp phụ khác nhau được mô tả trong phần mô tả chi tiết sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là ảnh chụp kính hiển vi quét điện tử của silic dioxit theo Ví dụ 1A.

Fig. 2 là ảnh chụp kính hiển vi quét điện tử của silic dioxit theo Ví dụ 2A.

Fig. 3 là sơ đồ của thiết bị phản ứng vòng liên tục được sử dụng để tạo ra sản phẩm silic dioxit theo các Ví dụ 3A-8A.

Fig. 4 là ảnh chụp kính hiển vi quét điện tử của silic dioxit theo Ví dụ 3A.

Fig. 5 là ảnh chụp kính hiển vi quét điện tử của silic dioxit theo Ví dụ 4A.

Fig. 6 là ảnh chụp kính hiển vi quét điện tử của silic dioxit theo Ví dụ 5A.

Fig. 7 là ảnh chụp kính hiển vi quét điện tử của silic dioxit theo Ví dụ 6A.

Fig. 8 là ảnh chụp kính hiển vi quét điện tử của silic dioxit theo Ví dụ 7A.

Fig. 9 là ảnh chụp kính hiển vi quét điện tử của silic dioxit theo Ví dụ 8A.

Fig. 10 là mẫu đối với hạt hình cầu $4\mu\text{m}$ tương tác với ống ngà răng $2,5\mu\text{m}$.

Fig. 11 là mẫu đối với hạt hình cầu có cỡ hạt được quan tâm ($4\mu\text{m}$, $5\mu\text{m}$, $6\mu\text{m}$, $10\mu\text{m}$) tương tác với ống ngà răng $2,5\mu\text{m}$.

Fig. 12 là đồ thị về chiều dày thấm, trong ống ngà răng rộng $2,5\mu\text{m}$, so với đường kính hạt đối với hình cầu.

Fig. 13 là đồ thị về lực cần thiết để lăn một quả cầu ra khỏi ống có chiều rộng $2,5\mu\text{m}$ như một chức năng tăng đường kính hạt cho quả cầu.

Mô tả chi tiết sáng chế

Định nghĩa

Để xác định rõ hơn các thuật ngữ được sử dụng ở đây, các định nghĩa sau được cung cấp. Trừ khi có quy định khác, các định nghĩa sau đây được áp dụng cho sáng chế này. Nếu một thuật ngữ được sử dụng trong sáng chế này nhưng không được xác định cụ thể ở đây, định nghĩa từ IUPAC Compendium of Chemical Terminology, 2nd Ed (1997), có thể được áp dụng, miễn là định nghĩa đó không mâu thuẫn với bất kỳ phần mô tả hoặc định nghĩa nào khác được áp dụng trong sáng chế này, hoặc đưa ra điểm bảo hộ không xác định hoặc không thể bất kỳ nào mà định nghĩa đó được áp dụng. Trong phạm vi mà bất kỳ định nghĩa hoặc cách sử dụng nào được cung cấp bởi bất kỳ tài liệu nào được viện dẫn ở đây do xung đột tham chiếu với định nghĩa hoặc cách sử dụng được cung cấp trong sáng chế này, định nghĩa hoặc cách sử dụng được cung cấp trong sáng chế này sẽ có hiệu lực.

Ở đây, các dấu hiệu của đối tượng được mô tả sao cho trong các khía cạnh cụ thể, sự kết hợp của các dấu hiệu khác nhau có thể được hình dung rõ. Đối với mỗi và

mọi khía cạnh và mọi dấu hiệu được bộc lộ ở đây, tất cả các kết hợp không gây ảnh hưởng xấu đến kiểu, chế phẩm, quy trình hoặc phương pháp được mô tả trong sáng chế này đều được dự tính và có thể được thay thế, có hoặc không có mô tả rõ ràng về sự kết hợp cụ thể. Theo đó, trừ khi được trích dẫn rõ ràng theo cách khác, bất kỳ khía cạnh hoặc dấu hiệu nào được tiết lộ trong sáng chế này đều có thể được kết hợp để mô tả các kiểu, chế phẩm, quy trình hoặc phương pháp theo sáng chế phù hợp với phần mô tả của sáng chế này.

Mặc dù chế phẩm và phương pháp được mô tả trong sáng chế này chứa thuật ngữ “bao gồm” các thành phần hoặc các bước khác nhau, các chế phẩm và phương pháp này cũng có thể “bao gồm chủ yếu” các thành phần hoặc các bước khác nhau, trừ khi có quy định khác.

Nói chung, các nhóm thành phần được biểu thị bằng cách sử dụng sơ đồ đánh số được chỉ định trong phiên bản của bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học được công bố trên *Chemical and Engineering News*, 63(5), 27, 1985. Trong một số trường hợp, một nhóm nguyên tố có thể được chỉ định bằng cách sử dụng tên chung được gán cho nhóm; ví dụ: kim loại kiềm cho nguyên tố Nhóm 1, kim loại kiềm thổ cho nguyên tố Nhóm 2, v.v.

Mặc dù mọi phương pháp và vật liệu tương tự hoặc tương đương bất kỳ với các phương pháp được mô tả trong sáng chế này đều có thể được sử dụng trong thực tế hoặc thử nghiệm sáng chế, các phương pháp và vật liệu điển hình sẽ được mô tả trong tài liệu này.

Tất cả các Công bố đơn sáng chế và patent được đề cập trong sáng chế này được viện dẫn ở đây bằng cách tham khảo cho mục đích mô tả và bộc lộ, ví dụ, cấu trúc và phương pháp được mô tả trong các Công bố đơn sáng chế, có thể được sử dụng liên quan đến sáng chế này.

Một số loại phạm vi được mô tả trong sáng chế này. Khi một phạm vi của bất kỳ loại nào được tiết lộ hoặc yêu cầu, mục đích là tiết lộ hoặc bảo hộ từng số có thể mà

khoảng đó có thể bao gồm một cách hợp lý, bao gồm các điểm cuối của khoảng này cũng như bất kỳ khoảng phụ và kết hợp của khoảng phụ được bao gồm trong đó. Lấy ví dụ đại diện, diện tích bề mặt BET của các hạt silic dioxit có thể nằm trong một số khoảng nhất định theo các khía cạnh khác nhau của sáng chế. Bằng cách tiết lộ rằng diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 25 đến 100m²/g, mục đích để nêu rằng diện tích bề mặt có thể là diện tích bề mặt bất kỳ trong khoảng này và, ví dụ, có thể bằng khoảng 25, khoảng 30, khoảng 40, khoảng 50, khoảng 60, khoảng 70, khoảng 80, khoảng 90, hoặc khoảng 100m²/g. Ngoài ra, diện tích bề mặt có thể nằm trong khoảng bất kỳ từ khoảng 25 đến 100m²/g (ví dụ, từ khoảng 45 đến khoảng 90m²/g), và điều này cũng bao gồm bất kỳ sự kết hợp nào giữa khoảng 25 đến khoảng 100m²/g (ví dụ, diện tích bề mặt có thể nằm trong khoảng từ 25 đến khoảng 50m²/g hoặc từ khoảng 70 đến khoảng 90m²/g). Tương tự như vậy, tất cả các khoảng khác được bộc lộ trong sáng chế này nên được diễn giải theo cách tương tự như ví dụ này.

Sáng chế đề cập chung đến hạt silic dioxit hình cầu mà có thể được khác biệt ở chỗ (i) cỡ hạt trung bình d₅₀ lớn hơn hoặc bằng khoảng 6μm, (ii) tỷ lệ (d₉₀-d₁₀)/d₅₀ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,4, (iii) RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 200, và (iv) hệ số cầu (S₈₀) lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,9. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp tạo ra các hạt silic dioxit này hình cầu, và chế phẩm kem đánh răng chứa các hạt hình cầu.

HẠT SILIC DIOXIT HÌNH CẦU

Theo các khía cạnh của sáng chế, hạt silic dioxit hình cầu có tính năng RDA được cải thiện có thể có các đặc tính sau đây: (i) cỡ hạt trung bình d₅₀ lớn hơn hoặc bằng khoảng 6μm, (ii) tỷ lệ (d₉₀-d₁₀)/d₅₀ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,4, (iii) RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 200, và (iv) hệ số cầu (S₈₀) lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,9. Theo khía cạnh khác, hạt silic dioxit theo sáng chế còn có thể có các đặc tính hoặc đặc điểm bất kỳ được đưa ra dưới đây, và ở dạng kết hợp bất kỳ.

Theo một khía cạnh, hạt silic dioxit hình cầu có thể có cỡ hạt trung bình tương đối lớn. Thông thường, cỡ hạt trung bình (d₅₀) và/hoặc cỡ hạt trung bình (trung bình) có thể nằm trong khoảng từ 6 đến 30, từ 6 đến 25 theo một khía cạnh cụ thể, từ 6 đến 20

theo một khía cạnh cụ thể, từ 7 đến 25 theo một khía cạnh cụ thể, từ 7 đến 20 theo một khía cạnh cụ thể, và từ 7 đến 18 μ m theo một khía cạnh cụ thể hơn. Theo khía cạnh khác, cỡ hạt trung bình (d50) và/hoặc cỡ hạt trung bình (trung bình) có thể nằm trong khoảng từ 8 đến 25, từ 8 đến 20 theo một khía cạnh cụ thể, từ 8 đến 18 theo một khía cạnh cụ thể, và từ 8 đến 15 μ m theo một khía cạnh cụ thể hơn. Các khoảng thích hợp khác cho cỡ hạt trung bình và cỡ hạt trung bình có thể dễ dàng nhận thấy từ bản mô tả của sáng chế này.

Các hạt hình cầu có thể có sự phân bố cỡ hạt rất hẹp, mà có thể được xác định bằng tỷ lệ (d90-d10)/d50. Giá trị thấp hơn đối với tỷ lệ biểu thị phân bố cỡ hạt hẹp hơn, trong khi giá trị lớn hơn cho tỷ lệ này cho thấy phân bố cỡ hạt rộng hơn. Nói chung, các hạt hình cầu được tiết lộ ở đây có thể được đặc trưng bởi tỷ lệ (d90-d10)/d50 nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,4. Theo một khía cạnh, tỷ lệ (d90-d10)/d50 có thể nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,2, trong khi theo khía cạnh khác, tỷ lệ (d90-d10)/d50 có thể nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2. Theo khía cạnh khác nữa, tỷ lệ (d90-d10)/d50 có thể nằm trong khoảng từ 1,2 đến 2,4, trong khi còn theo khía cạnh khác nữa, tỷ lệ (d90-d10)/d50 có thể nằm trong khoảng từ 1,2 đến 2,2, và từ 1,2 đến 2 theo một khía cạnh cụ thể hơn. Các khoảng thích hợp khác đối với tỷ lệ (d90-d10)/d50 là dễ dàng nhận thấy từ bản mô tả của sáng chế này.

Thử nghiệm về độ mài mòn ngà răng tương đối (*Relative Dentin Abrasion*: RDA) thường được thực hiện để xác nhận rằng chế phẩm kem đánh răng, ví dụ, kem đánh răng, an toàn cho người tiêu dùng, với giới hạn trên của bộ thử nghiệm là 250. Thật bất ngờ, kết quả được đưa ra ở đây chứng minh rằng, đối với các hạt silic dioxit hình cầu theo sáng chế, RDA thường giảm khi cỡ hạt trung bình (d50) và/hoặc cỡ hạt trung bình (trung bình) tăng. Hạt silic dioxit hình cầu có thể được đặc trưng bởi RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 200 theo một khía cạnh của sáng chế, và từ 50 đến 190 theo khía cạnh khác. Các khoảng nhằm minh họa và không làm giới hạn khác đối với RDA ở 20% trọng lượng có thể bao gồm từ 70 đến 200, từ 70 đến 170 theo một khía cạnh cụ thể, từ 85 đến 180 theo một khía cạnh cụ thể, và từ 100 đến 160 theo một khía cạnh cụ thể hơn. Các khoảng thích hợp khác đối với RDA là dễ dàng nhận thấy từ bản mô tả của sáng chế này.

Độ cầu của hạt silic dioxid hình cầu có thể được xác định bằng hệ số cầu (S_{80}), thường lớn hơn hoặc bằng 0,85, lớn hơn hoặc bằng 0,88, theo một khía cạnh cụ thể, và lớn hơn hoặc bằng 0,9 theo một khía cạnh cụ thể hơn. Hệ số cầu (S_{80}) được xác định như sau. Hình ảnh SEM của mẫu hạt silic dioxid được khuếch đại 20.000 lần, đại diện cho mẫu hạt Silic dioxid, và được nhập vào phần mềm chụp ảnh, và phác thảo của mỗi hạt (hai chiều) được phát hiện thấy. Các hạt gần nhau nhưng không gắn với nhau nên được coi là các hạt riêng biệt cho phân tích này. Các hạt được phác thảo sau đó được bọc bằng màu và hình ảnh được nhập vào phần mềm mô tả hạt (ví dụ, IMAGE-PRO PLUS có sẵn từ Media Cybernetics, Inc., Bethesda, Md.) có khả năng xác định chu vi và diện tích của các hạt. Độ cầu của các hạt sau đó có thể được tính theo phương trình, $\text{Độ cầu} = (\text{chu vi})^2 \text{ chia cho } (4\pi \times \text{diện tích})$, trong đó chu vi là phần mềm đo chu vi xuất phát từ vết được vẽ đồ thị của các hạt và trong đó diện tích là phần mềm được đo diện tích trong chu vi vết của các hạt.

Tính toán hình cầu được thực hiện cho từng hạt phù hợp hoàn toàn với hình ảnh SEM. Các giá trị này sau đó được sắp xếp theo giá trị và 20% thấp nhất trong số các giá trị này bị loại bỏ. 80% giá trị còn lại được tính trung bình để có được hệ số cầu (S_{80}). Thông tin bổ sung về hệ số cầu có thể được tìm thấy trong patent Mỹ số 8,945,517 và 8,609,068.

Theo một khía cạnh của sáng chế, hạt silic dioxid hình cầu có thể có hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,85, lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,88 theo khía cạnh khác, và lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,9 theo một khía cạnh cụ thể hơn. Theo khía cạnh khác nữa, hạt silic dioxid hình cầu có thể được đặc trưng bởi hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,92, và theo khía cạnh khác hơn nữa, hạt silic dioxid có thể được đặc trưng bởi hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,94. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ biết rõ rằng, một hình cầu 3 chiều (hoặc hình tròn 2 chiều) sẽ có hệ số cầu (S_{80}) bằng 1.

Hạt silic dioxid hình cầu có thể có có thể có diện tích bề mặt thích hợp bất kỳ, thường là diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 10 đến 200m²/g. Thông thường,

diện tích bề mặt BET có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 200, từ 20 đến 180 theo một khía cạnh cụ thể, và từ 20 đến 160 m²/g theo một khía cạnh cụ thể hơn. Theo khía cạnh khác, diện tích bề mặt BET có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 130, từ 20 đến 100 theo một khía cạnh cụ thể, từ 30 đến 180 theo một khía cạnh cụ thể, từ 30 đến 160 theo một khía cạnh cụ thể, từ 30 đến 100 theo một khía cạnh cụ thể, từ 40 đến 180 theo một khía cạnh cụ thể, và từ 40 đến 80m²/g theo một khía cạnh cụ thể hơn. Các khoảng thích hợp khác đối với diện tích bề mặt BET là dễ dàng nhận thấy từ bản mô tả của sáng chế này.

Ngoài ra, hạt silic dioxit hình cầu có thể ít bị mài mòn hơn, như được phản ánh bởi hệ số mài mòn Einlehner nằm trong khoảng từ 0,25 đến 8mg bị hao mòn/100.000 vòng quay. Ví dụ, hệ số mài mòn Einlehner có thể nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7; theo cách khác, từ 0,5 đến 5; hoặc theo cách khác, từ 0,75 đến 4mg bị hao mòn/100.000 vòng quay. Các khoảng thích hợp khác đối với hệ số mài mòn Einlehner là dễ dàng nhận thấy từ bản mô tả của sáng chế này.

Trong khi không bị giới hạn ở đây, hạt silic dioxit hình cầu có thể có mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 25 đến 65lb/ft³ (400,46-1041,2 [kg/m³]) theo một khía cạnh của sáng chế. Theo khía cạnh khác, mật độ đóng gói có thể nằm trong khoảng từ 35 đến 60lb/ft³ (560,65-961,11 [kg/m³]), từ 40 đến 65lb/ft³ (640,74-1041,2 [kg/m³]) theo khía cạnh cụ thể, và từ 40 đến 60lb/ft³ (640,74-961,11 [kg/m³]) theo khía cạnh cụ thể hơn nữa. Theo khía cạnh khác nữa, mật độ đóng gói có thể nằm trong khoảng từ 35 đến 65lb/ft³ (560,65-1041,2 [kg/m³]). Các khoảng thích hợp khác đối với mật độ đóng gói là dễ dàng thấy được trong bản mô tả sáng chế này.

Nói chung, hạt silic dioxit có thể có độ hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 30 đến 115cm³/100g, từ 30 đến 90cm³/100g theo một khía cạnh cụ thể, và từ 30 đến 80cm³/100g theo một khía cạnh cụ thể hơn. Ngoài ra hoặc theo cách khác, hạt silic dioxit hình cầu có thể có sự phân bố cỡ hạt tương đối hẹp, với phần trăm trọng lượng của dư lượng 325 mesh (lượng còn lại trong rây 325 mesh) nói chung nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 1,2% trọng lượng. Theo một số khía cạnh, dư lượng 325 mesh có thể là nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 1% trọng lượng, nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 0,75% trọng lượng theo một khía cạnh cụ thể, nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 0,5% trọng lượng theo một

khía cạnh cụ thể, và nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 0,3% trọng lượng theo một khía cạnh cụ thể hơn. Các khoảng thích hợp khác đối với độ hấp thụ dầu và dư lượng 325 mesh là dễ dàng nhận thấy từ bản mô tả của sáng chế này.

Theo khía cạnh này và các khía cạnh khác, bất kỳ hạt silic dioxit hình cầu nào có thể là vô định hình, có thể là được tổng hợp, hoặc có thể là cả dạng vô định hình và được tổng hợp. Hơn nữa, hạt silic dioxit hình cầu có thể chứa các hạt silic dioxit được kết tủa theo khía cạnh cụ thể của sáng chế, mà không bị giới hạn ở đây..

Các hạt silic dioxit hình cầu cũng có thể được mô tả bằng tỷ lệ làm sạch Pellicle (*Pellicle Cleaning Ratio*: PCR) của chúng, là thước đo các đặc tính làm sạch của chế phẩm kem đánh răng có chứa các hạt Silic dioxit. Hạt silic dioxit có thể được đặc trưng bởi PCR ở mức 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 110 theo một khía cạnh, từ 70 đến 110 theo khía cạnh khác, từ 80 đến 110 theo khía cạnh khác, từ 60 đến 100 theo một khía cạnh khác nữa, và từ 70 đến 105 theo khía cạnh khác hơn nữa. Tỷ lệ PCR/RDA (ở mức 20% trọng lượng) thường có thể là từ 0,5:1 đến 1,3:1 theo một khía cạnh, từ 0,5:1 đến 1,2:1 theo khía cạnh khác, từ 0,5:1 đến 1:1 theo một khía cạnh khác nữa, và từ 0,5:1 đến 0,7:1 theo khía cạnh khác hơn nữa.

QUY TRÌNH TẠO RA HẠT SILIC DIOXIT

Hạt silic dioxit hình cầu được bộc lộ ở đây không bị giới hạn ở bất kỳ quy trình tổng hợp cụ thể nào. Tuy nhiên, để đạt được độ cầu mong muốn, một quá trình phản ứng vòng liên tục có thể được sử dụng để tạo thành hạt silic dioxit hình cầu. Quá trình chung này và hệ thống phản ứng liên quan (có thể bao gồm một vòng liên tục của một hoặc nhiều đường ống phản ứng vòng) được mô tả trong patent Mỹ số US 8,945,517 và 8,609,068.

Nói chung, quá trình lặp liên tục bao gồm (a) liên tục cho axit vô cơ và silicat kim loại kiềm vào vùng phản ứng vòng gồm một dòng môi trường lỏng (trên cơ sở nước), trong đó ít nhất là một phần axit vô cơ và silicat kim loại kiềm phản ứng để tạo thành sản phẩm Silic dioxit (ví dụ, hạt Silic dioxit) trong môi trường lỏng của vùng phản ứng vòng; (b) liên tục tuần hoàn môi trường lỏng qua vùng phản ứng vòng; và (c)

xả liên tục từ vùng phản ứng vòng một phần của môi trường lỏng chứa sản phẩm Silic dioxit. Theo khía cạnh cụ thể của sáng chế, các bước (a)-(c) được thực hiện đồng thời.

Thông thường, mặc dù là không đòi hỏi, vị trí nạp của axit vô cơ và silicat kim loại kiềm vào vùng phản ứng vòng là khác nhau, và tổng tốc độ nạp của axit và silicat tỷ lệ thuận và thường bằng với tốc độ xả của môi trường lỏng chứa sản phẩm Silic dioxit. Tất cả hoặc hầu hết lượng chất (lớn hơn 95% trọng lượng) trong vùng phản ứng vòng được tuần hoàn. Ví dụ, môi trường lỏng có thể được tuần hoàn qua vùng phản ứng vòng ở tốc độ nằm trong khoảng từ 50% thể tích mỗi phút (tốc độ tuần hoàn, mỗi phút, bằng một nửa tổng thể tích của môi trường lỏng trong vùng phản ứng vòng) đến khoảng 1000% thể tích mỗi phút (tốc độ tuần hoàn, mỗi phút, gấp mười lần tổng thể tích của môi trường lỏng trong vùng phản ứng vòng), hoặc từ khoảng 75% thể tích mỗi phút đến khoảng 500% thể tích mỗi phút. Khoảng tiêu biểu và không giới hạn cho tốc độ tuần hoàn thể tích của môi trường lỏng qua vùng phản ứng vòng bao gồm từ khoảng từ 15 lít/phút đến 150 lít/phút theo một khía cạnh, và từ 60 lít/phút đến 100 lít/phút theo khía cạnh khác.

Vùng phản ứng vòng có thể bao gồm một vòng liên tục của một hoặc nhiều ống lò phản ứng vòng. Do đó, ví dụ, quá trình có thể được tiến hành - liên tục - trong một lò phản ứng vòng đơn. Bơm thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng để tuần hoàn môi trường lỏng xuyên qua vùng phản ứng vòng. Nhiệt độ của môi trường lỏng trong vùng phản ứng vòng có thể được kiểm soát bằng kỹ thuật hoặc hệ thống điều khiển phù hợp bất kỳ.

Theo một khía cạnh, silicat kim loại kiềm có thể bao gồm natri silicat, và axit vô cơ có thể bao gồm axit sulfuric, axit clohydric, axit nitric, axit phosphoric, hoặc hỗn hợp của chúng. Theo khía cạnh khác, silicat kim loại kiềm có thể bao gồm natri silicat, và axit vô cơ có thể bao gồm dung dịch axit của nhôm sulfat. Theo khía cạnh này và các khía cạnh khác, sản phẩm silic tạo thành có thể bao gồm Silic dioxit kết tủa hoặc natri nhôm-silicat kết tủa. Độ pH của môi trường lỏng được tuần hoàn qua vùng phản ứng vòng có thể nằm trong khoảng từ 2,5 đến 10, nhưng thường nằm trong khoảng từ 6 đến

g 10, từ 6,5 đến 8,5 theo một khía cạnh cụ thể, và từ 7 đến 8 theo một khía cạnh cụ thể hơn.

Để thúc đẩy tính cầu tăng lên, quy trình vòng liên tục để tạo ra sản phẩm Silic dioxit có thể được thực hiện trong điều kiện biến dạng thấp hoặc không có điều kiện biến dạng. Ví dụ, sàng tĩnh trên thiết bị trộn lò phản ứng vòng có thể được loại bỏ để tác động biến dạng thấp hoặc không có biến dạng. Ngoài ra, có thể sử dụng thiết kế stato có các lỗ mở lớn (ví dụ: khe, lỗ tròn, lỗ vuông, v.v.), sao cho màn hình của stato trong vùng phản ứng vòng có các khe hở lớn hơn 3mm^2 trong diện tích mặt cắt ngang (ví dụ: lớn hơn 10mm^2 theo một khía cạnh, lớn hơn 50mm^2 theo một khía cạnh khác, lớn hơn 100mm^2 theo một khía cạnh khác, lớn hơn 500mm^2 theo một khía cạnh khác nữa, v.v., trong diện tích mặt cắt ngang), cho tác động biến dạng thấp hoặc không biến dạng. Hơn nữa, tốc độ vòng/phút của bộ trộn có thể giảm xuống dưới 3000 vòng/phút, dưới 2500 vòng/phút theo một khía cạnh cụ thể và dưới 2000 vòng/phút theo một khía cạnh cụ thể hơn, để giảm lực biến dạng trong vùng phản ứng vòng. Ngoài ra, bước tuần hoàn của quy trình - bước (b) - có thể được tiến hành ở nhiệt độ tương đối cao, thường nằm trong khoảng từ 85 đến 100°C , từ 90 đến 100°C theo một khía cạnh khác và từ 88 đến 98°C theo một khía cạnh khác. Ngoài ra hoặc theo cách khác, đối với các điều kiện biến dạng thấp hoặc không biến dạng, tần số biến dạng trong vùng phản ứng vòng có thể nhỏ hơn 1.000.000 tương tác/phút theo một khía cạnh, dưới 750.000 tương tác/phút theo một khía cạnh khác, chưa đến 500.000 tương tác/phút một khía cạnh khác và ít hơn 250.000 tương tác/phút trong một khía cạnh khác. Tần số biến dạng được định nghĩa là số lần tương tác giữa dòng chảy từ rôto và stato: vòng/phút $\times N_R \times N_S$, trong đó vòng/phút là vòng quay của máy trộn/rôto mỗi phút, N_R là số lượng lưỡi/răng trên rôto và N_S là số lượng lỗ/khe (khe hở) trên stato. Do đó, ở tốc độ 2700 vòng/phút đối với rôto 4 cánh, 10 lỗ tròn lớn trên stato sẽ tương đương với 108.000 tương tác/phút (biến dạng thấp), trong khi đó, stato có 400 lỗ nhỏ sẽ tương đương với 4.320.000 tương tác/phút (độ biến dạng cao).

Trong khi không bị giới hạn ở đây, độ pH của hạt silic dioxit sau khi thoát ra khỏi vùng phản ứng vòng thường có thể được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 5 đến 8,5, và trong một số trường hợp, từ 5,5 đến 8 theo một khía cạnh cụ thể, và từ 5,5 đến

7,5 theo một khía cạnh cụ thể hơn, để phù hợp trong kem đánh răng sử dụng cuối và các ứng dụng khác.

Sau bước điều chỉnh độ pH và tùy ý, các quy trình được nêu trong sáng chế này có thể bao gồm thêm bước lọc để phân tách các hạt Silic dioxit, bước rửa để rửa các hạt Silic dioxit, bước sấy khô (ví dụ, sấy phun) để làm khô các hạt silic dioxit hoặc mọi sự kết hợp của các bước lọc, rửa và sấy khô và được thực hiện theo bất kỳ trình tự phù hợp nào.

CHẾ PHẨM KEM ĐÁNH RĂNG

Hạt silic dioxit hình cầu có thể được sử dụng với thành phần phù hợp bất kỳ và cho ứng dụng sử dụng cuối phù hợp bất kỳ. Thông thường, hạt silic dioxit có thể được sử dụng trong các ứng dụng chăm sóc răng miệng, chẳng hạn như trong chế phẩm của kem đánh răng. Thành phần kem đánh răng có thể chứa bất kỳ lượng hạt silic dioxit thích hợp nào, chẳng hạn như từ 0,5 đến 50% trọng lượng, từ 1 đến 50% trọng lượng theo một khía cạnh cụ thể, từ 5 đến 35% trọng lượng theo một khía cạnh cụ thể, từ 10 đến 40% trọng lượng theo một khía cạnh cụ thể, và từ 10 đến 30% trọng lượng theo một khía cạnh cụ thể hơn, của hạt silic dioxit hình cầu. Các tỷ lệ phần trăm trọng lượng này được dựa trên tổng trọng lượng của thành phần kem đánh răng.

Chế phẩm kem đánh răng có thể ở dạng bất kỳ, như dạng lỏng, dạng bột, hoặc dạng bột nhão. Ngoài hạt silic dioxit, chế phẩm kem đánh răng có thể chứa các thành phần hoặc chất phụ trợ khác, ví dụ không làm giới hạn về các chất này có thể bao gồm chất giữ ẩm, dung môi, chất kết dính, tác nhân điều trị, tác nhân cạo hóa, chất làm đặc không phải hạt silic dioxit, chất hoạt động bề mặt, chất bào mòn không phải hạt silic dioxit, chất làm ngọt, chất tạo màu, chất tạo mùi, chất bảo quản, và các chất tương tự khác, cũng như hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Chất giữ ẩm đóng vai trò bổ sung một thể hoặc “kết cấu vừa miệng” vào kem đánh răng cũng như ngăn ngừa kem đánh răng bị khô. Các chất giữ ẩm phù hợp bao gồm polyetylen glycol (ở nhiều loại trọng lượng phân tử khác nhau), propylen glycol, glyxerin (glyxerol), erythritol, xylitol, sorbitol, manitol, lactitol, và dịch thủy phân tinh bột hydro hóa, và hỗn hợp của chúng. Trong một số chế phẩm, chất giữ ẩm có mặt với

lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 50% trọng lượng, dựa trên trọng lượng của chế phẩm kem đánh răng.

Dung môi có thể có mặt trong chế phẩm kem đánh răng, với lượng thích hợp bất kỳ, và thường là dung môi bao gồm nước. Khi sử dụng, nước tốt nhất là khử ion và không có tạp chất, có thể có mặt trong kem đánh răng với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 70% trọng lượng, và từ 5 đến 35% trọng lượng theo khía cạnh khác, dựa trên trọng lượng của chế phẩm kem đánh răng.

Tác nhân điều trị cũng có thể được sử dụng trong các chế phẩm của sáng chế này để tạo ra việc ngăn ngừa và điều trị bệnh sâu răng, bệnh nha chu và nhạy cảm với nhiệt độ, chẳng hạn. Các tác nhân điều trị phù hợp có thể bao gồm, nhưng không giới hạn ở, nguồn florua, chẳng hạn như natri florua, natri monoflophosphat, kali monoflophosphat, florua, kali florua, natri flosilicat, amoni flosilicat và các chất tương tự khác; phosphat ngưng tụ như tetranatri pyrophosphat, tetrakali pyrophosphat, dinatri dihydro pyrophosphat, trinatri monohydro pyrophosphat; tripolyphosphat, hexametaphosphat, trimetaphosphat và pyrophosphat; tác nhân chống vi khuẩn như triclosan, bisguanit, như alexidin, clohexidin và clohexidin gluconat; enzym như papain, bromelain, glucoamylaza, amylaza, dextranaza, mutanaza, lipaza, pectinaza, tanaza, và proteaza; hợp chất amoni bậc bốn, như benzalkoni clorua (BZK), benzetoni clorua (BZT), xetylpyridini clorua (CPC), và domiphen bromua; các muối kim loại, như kẽm xitrat, kẽm clorua, và thiếc florua; dịch chiết sanguinaria và sanguinarin; dầu dễ bay hơi, như eucalyptol, mentol, thymol, và metyl salixylat; amin florua; peroxit và các chất tương tự khác. Các tác nhân điều trị có thể được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng đơn lẻ hoặc kết hợp, và ở mức độ hoặc liều lượng an toàn và hiệu quả về mặt trị liệu bất kỳ.

Chất làm đặc được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng để tạo ra cấu trúc gelatin giúp ổn định kem đánh răng chống lại sự phân tách pha. Các chất làm đặc thích hợp bao gồm chất làm đặc Silic dioxit; tinh bột; glyxerit của tinh bột; gồm như gồm karaya (gồm sterculia), gồm tragacan, gồm arabic, gồm ghatti, gồm acaxia, gồm

xanthan, gôm guar và xenluloza gôm; 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 được sulfat hóa; đất sét tự nhiên và đất sét tổng hợp như đất sét hectorit; và hỗn hợp của chúng.; đất sét tự nhiên và tổng hợp như đất sét hectorite; và hỗn hợp của chúng. Mức độ chất làm đặc hoặc chất kết dính thông thường lên tới khoảng 15% trọng lượng của chế phẩm kem đánh răng.

Các chất làm đặc Silic dioxit hữu ích để sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng, ví dụ, bao gồm, làm một ví dụ không giới hạn, một Silic dioxit kết tủa vô định hình như Silic dioxit ZEODENT 165. Các chất làm đặc Silic dioxit không giới hạn khác bao gồm ZEODENT 153, 163 và/hoặc 167 và ZEOFREE 177 và/hoặc sản phẩm Silic dioxit 265, tất cả đều có sẵn từ J. M. Huber Corporation.

Chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng trong các chế phẩm kem đánh răng của sáng chế để làm cho các chế phẩm được chấp nhận hơn về mặt thẩm mỹ. Chất hoạt động bề mặt tốt hơn là vật liệu có tính làm sạch, tạo ra các đặc tính làm sạch và tạo bọt của chế phẩm. Các chất hoạt động bề mặt thích hợp là một lượng an toàn và hiệu quả của các chất hoạt động bề mặt anion, cation, không ion, lưỡng tính, amphoteric và betain như natri lauryl sulfat, natri dodexyl benzen sulfonat, kim loại kiềm hoặc muối amoni của lauroyl sarcosinat, myristoyl sarcosinat, palmitoyl sarcosinat, stearyl sarcosinat và oleoyl sarcosinat, polyoxyetylen sorbitan monostearat, isostearat và laurat, natri lauryl sulfoaxetat, N-lauroyl sarcosin, muối natri, kali, và etanolamin của N-lauroyl, N-myristoyl, hoặc N-palmitoyl sarcosin, dịch ngưng tụ polyetylen oxit của alkyl phenol, cocoamidopropyl betain, lauramidopropyl betain, palmityl betain và các chất tương tự khác. Natri lauryl sulfat là chất hoạt động bề mặt được ưu tiên. Chất hoạt động bề mặt thường có mặt trong chế phẩm theo sáng chế với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15% trọng lượng, từ 0,3 đến 5% trọng lượng theo một khía cạnh cụ thể, và từ 0,3 đến 2,5% trọng lượng theo một khía cạnh cụ thể hơn.

Các hạt hạt silic dioxit được mô tả ở đây có thể được sử dụng một mình như là chất mài mòn trong chế phẩm kem đánh răng, hoặc như một chất phụ gia hoặc đồng mài mòn với các vật liệu mài mòn khác được bàn luận trong sáng chế này hoặc đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Do đó, lượng bất kỳ các loại phụ gia mài mòn thông thường khác có thể có mặt trong các chế phẩm kem đánh răng của sáng chế. Các hạt mài mòn khác bao gồm, ví dụ, canxi cacbonat kết tủa (PCC), canxi cacbonat đất (GCC), phấn, bentonit, dicanxi phosphat hoặc các dạng dihydrat của nó, silicagel (của chính nó, và của bất kỳ cấu trúc nào), silic dioxit kết tủa, silic dioxit kết tủa vô định hình (tự nó, và của bất kỳ cấu trúc nào), perlit, titan dioxit, dicanxi phosphat, canxi pyrophosphat, nhôm oxit, nhôm oxit hydrat hóa, nhôm oxit nung, nhôm silicat, natri metaphosphat không hòa tan, kali metaphosphat không hòa tan, magie cacbonat không hòa tan, thiếc silicat, hạt nhựa nhiệt rắn và vật liệu mài mòn phù hợp khác. Các vật liệu này có thể được đưa vào chế phẩm kem đánh răng để điều chỉnh các đặc tính đánh bóng của chế phẩm đích.

Chất tạo ngọt có thể được thêm vào chế phẩm kem đánh răng (ví dụ: thuốc đánh răng) để mang lại hương vị dễ chịu cho sản phẩm. Chất tạo ngọt phù hợp bao gồm saccharin (như natri, kali hoặc canxi saccharin), xyclamat (như muối natri, kali hoặc canxi), axesulfam-K, thaumatin, neohesperidin dihydrochalcon, glyxyrrhizin được amoniác hóa, dextroza, levuloza, sucroza, manoza, và glucoza.

Chất màu có thể được thêm vào để làm cải thiện vẻ ngoài thẩm mỹ của sản phẩm. Các chất màu phù hợp bao gồm, nhưng không giới hạn là các chất màu được phê duyệt bởi các cơ quan quản lý phù hợp như FDA và các chất được liệt kê trong European Food and Pharmaceutical Directives và bao gồm các sắc tố, như TiO_2 , và các màu như thuốc nhuộm FD&C và D&C.

Chất tạo mùi cũng có thể được thêm vào các chế phẩm kem đánh răng. Các chất tạo mùi thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dầu cây mùa đông, dầu bạc hà, dầu bạc hà lục, dầu cây de vàng, và dầu của cây đinh hương, quế, anetol, mentol, tymol, eugenol, eucalyptol, chanh, cam và các loại hợp chất hương vị khác được thêm

vị hoa quả, vị gia vị v.v.. Các chất tạo mùi này thường bao gồm các hỗn hợp của aldehyt, keton, este, phenol, axit, và rượu béo, rượu thơm và các loại rượu khác.

Chất bảo quản cũng có thể được thêm vào các chế phẩm theo sáng chế để ngăn chặn sự phát triển của vi khuẩn. Chất bảo quản phù hợp được phê duyệt để sử dụng trong các chế phẩm dùng qua đường miệng như metylparaben, propylparaben và natri benzoat có thể được thêm vào với số lượng an toàn và hiệu quả.

Các thành phần khác có thể được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng, như tác nhân khử độ nhạy, tác nhân điều trị, tác nhân ngăn ngừa sâu răng, tác nhân cạo răng/hóa/tác nhân khử ion, vitamin, axit amin, protein, chất chống mảng bám/chống cao răng khác, chất làm đục, kháng sinh, chống-enzym, enzym, chất kiểm soát độ pH, chất oxy hóa, chất chống oxy hóa, và các chất tương tự khác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được minh họa thêm bằng các ví dụ sau đây, không được hiểu theo bất kỳ cách nào là áp đặt các giới hạn đối với phạm vi của sáng chế. Nhiều khía cạnh, cải biến và tương đương khác, sau khi đọc mô tả ở đây, có thể tự gợi ý cho người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này mà không đi lệch khỏi tinh thần của sáng chế hoặc phạm vi của các yêu cầu bảo hộ.

Diện tích bề mặt BET đa điểm được mô tả ở đây được xác định trên Micromeritics TriStar II 3020 V1.03 bằng cách sử dụng phương pháp hấp phụ nitơ BET của Brunaur et al., J. Am. Chem. Soc., 60, 309 (1938), và các kỹ thuật này là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Diện tích bề mặt CTAB được mô tả ở đây được xác định bằng cách hấp thụ CTAB (xetyltrimetylamonium bromua) trên bề mặt Silic dioxit, phần dư được phân tách bằng ly tâm và số lượng được xác định bằng phương pháp chuẩn độ bằng natri lauryl sulfat bằng điện cực bề mặt. Cụ thể, khoảng 0,5gam hạt silic dioxit và/hoặc silicat được đặt vào cốc mỏ 250ml với 100 ml dung dịch CTAB (5,5g/l), trộn trên đĩa khuấy điện

trong 1 giờ, sau đó ly tâm trong 30 phút ở 10.000 vòng/phút. Một ml Triton X-100 10% được thêm vào 5ml chất nổi trên mặt rõ ràng trong cốc mỏ 100ml. Độ pH được điều chỉnh đến 3-3,5 bằng dung dịch HCl 0,1N và mẫu thử được chuẩn độ bằng natri lauryl sulfat 0,01M bằng cách sử dụng điện cực bề mặt (Brinkmann SUR1501-DL) để xác định điểm cuối.

Cỡ hạt trung bình (d50) là để chỉ cỡ hạt trong đó 50% mẫu có kích thước nhỏ hơn và 50% mẫu có kích thước lớn hơn. Cỡ hạt trung bình (d50), cỡ hạt trung bình (trung bình) và d95 được xác định thông qua phương pháp nhiễu xạ laze bằng cách sử dụng thiết bị Horiba LA 300. Các hạt khô đã được đưa vào công cụ để phân tích, và mẫu được khử kết tụ bằng cách sử dụng rung động siêu âm trong 2 phút.

Đối với mật độ rót và mật độ đóng gói, 20 gam mẫu được đưa vào xylanh có dung tích 250ml có đáy cao su phẳng. Khối lượng ban đầu được ghi lại và sử dụng để tính mật độ rót bằng cách chia nó cho trọng lượng của mẫu được sử dụng. Xylanh sau đó được đưa vào máy mật độ vôi, nơi nó được quay trên một cam với tốc độ 60 vòng/phút. Cam được thiết kế để nâng và thả hình trụ một khoảng cách 5,715cm mỗi giây, cho đến khi thể tích mẫu không đổi, thường là trong 15 phút. Khối lượng cuối cùng này được ghi lại và sử dụng để tính mật độ đóng gói bằng cách chia nó cho trọng lượng của mẫu được sử dụng.

Hệ số mài mòn Einlehner là thước đo độ cứng/độ mài mòn của hạt silic dioxit và/hoặc silicat, và được mô tả chi tiết trong patent Mỹ số 6,616,916, và liên quan đến Einlehner AT-1000 Abrader thường được sử dụng như sau: (1) màn che dây đồng thau Fourdrinier được cân và tiếp xúc với hoạt động của huyền phù Silic dioxit 10% trong nước trong một khoảng thời gian cố định; (2) lượng mài mòn sau đó được xác định là miligam đồng thau bị mất từ màn che dây Fourdrinier trên 100.000 vòng quay (mg mất/100.000 vòng quay).

Độ hấp thụ dầu được xác định theo phương pháp chà xát được mô tả trong ASTM D281 bằng cách sử dụng dầu hạt lanh (cc dầu được hấp thụ trên 100g hạt). Nói

chung, mức độ hấp thụ dầu cao hơn cho thấy một hạt có độ xốp lỗ rỗng lớn hơn, cũng được mô tả là cấu trúc cao hơn.

Độ hấp thụ nước được xác định bằng máy đo độ hấp thụ mô-men xoắn Absorptometer “C” của C.W. Brabender Instruments, Inc. Khoảng 1/3 cốc chứa mẫu Silic dioxit được chuyển đến buồng trộn của Absorptometer và trộn với tốc độ 150 vòng/phút. Sau đó, nước được thêm vào với tốc độ 6ml/phút và mô-men xoắn cần thiết để trộn bột đã được ghi lại. Khi nước được bột hấp thụ, mô-men xoắn sẽ đạt đến mức tối đa khi bột biến đổi từ chảy tự do thành bột nhão. Tổng khối lượng nước được thêm vào khi đạt được mô-men xoắn cực đại sau đó được chuẩn hóa thành lượng nước có thể được hấp thụ bởi 100 g bột. Do bột được sử dụng trên cơ sở nhận được (chưa được sấy khô trước đó), nên giá trị độ ẩm tự do của bột được sử dụng để tính toán “giá trị hấp thụ nước đã được điều chỉnh độ ẩm AbC” theo phương trình sau:

$$\text{Độ hấp thụ nước (AbC)} = \frac{\text{water absorbed (cc)} + \% \text{ moisture}}{\frac{(100 \text{ (g)} + \% \text{ ẩm})/100}{\text{nước được hấp thụ (cc)} + \% \text{ ẩm}}}$$

Máy đo độ hấp thụ thường được sử dụng để xác định số lượng dầu của muối than tuân thủ theo ASTM D 2414 phương pháp B và C và ASTM D 3493.

Giá trị độ pH được mô tả ở đây (5% pH) được xác định trong hệ thống nước chứa 5% trọng lượng chất rắn trong nước khử ion bằng cách sử dụng máy đo độ pH.

Dư lượng 325 mesh (% trọng lượng) của mẫu Silic dioxit được đo bằng cách sử dụng rây Mỹ tiêu chuẩn số 325, với các lỗ hở 44 micron hoặc 0,0017 in-sơ (vải dây thép không gỉ), bằng cách cân mẫu 10,0 gam đến sát nhất là 0,1 gam vào cốc của máy trộn Hamilton 1 lít (Model 30), thêm khoảng 170ml nước cất hoặc nước khử ion và khuấy huyền phù đặc này trong ít nhất 7 phút. Hỗn hợp được chuyển vào sàng rây 325 và nước được phun trực tiếp lên sàng ở áp suất 20psig trong hai phút, với đầu phun giữ cách sàng khoảng bốn đến sáu in-sơ. Phần cặn còn lại sau đó được chuyển vào mặt kính đồng hồ, sấy khô trong lò ở 150°C trong 15 phút, sau đó được làm lạnh và cân trên cân phân tích.

Hiệu suất làm sạch của các vật liệu silic dioxit trong chế phẩm kem đánh răng thường được định lượng bằng tỷ lệ làm sạch Pellicle (*Pellicle Cleaning Ratio*: PCR). Thử nghiệm PCR đo khả năng của chế phẩm kem đánh răng để loại bỏ màng tế bào từ răng trong điều kiện đánh răng cố định. Thử nghiệm PCR được mô tả trong phần tài liệu "*In Vitro Removal of Stain With Dentifrice*" G. K. Stookey, et al., J. Dental Res., 61, 1236-9, 1982, đối với phần về PCR trong đó. Giá trị PCR là không có đơn vị.

Mài mòn ngà răng tương đối (*Relative dentin abrasion*: RDA) của chế phẩm kem đánh răng của sáng chế được xác định theo phương pháp trong tài liệu Hefferen, Journal of Dental Res., July-August 1976, 55 (4), pp. 563-573, và described in Wason U.S. Pat. Nos. 4,340,583, 4,420,312 và 4,421,527 đối với phần về RDA trong đó. Giá trị RDA là không có đơn vị.

VÍ DỤ 1A-2A

Hạt silic dioxit không đồng đều

Bảng I tóm tắt một số đặc tính của vật liệu Silic dioxit so sánh 1A và 2A, trong đó có hình thái hạt không đều và không phải hình cầu. Fig. 1 (Ví dụ 1A) và Fig. 2 (Ví dụ 2A) là hình ảnh SEM chứng minh hình dạng không đồng đều và không phải hình cầu của hạt theo Ví dụ 1A và 2A. Ví dụ 1A là vật liệu Silic dioxit thông thường có sẵn ở quy mô công nghiệp từ Huber Engineered Materials.

Ví dụ 3A-8A

Hạt silic dioxit hình cầu

Đối với Ví dụ 3A-8A, quy trình phản ứng vòng liên tục (ví dụ, xem, patent Mỹ số 8,945,517 và 8,609,068) được sử dụng để tạo ra hạt silic dioxit có hình thái hình cầu và phân bố cỡ hạt chặt chẽ hơn (ví dụ, ít dư lượng 325 mesh trong sản phẩm Silic dioxit cuối cùng).

Fig. 3 minh họa minh họa thiết bị lò phản ứng vòng liên tục, được cấu hình trong một vòng lặp tuần hoàn sao cho huyền phù đặc phản ứng được lưu thông nhiều

lần trước khi nó được thải ra. Các vòng bao gồm các phần của ống cố định được nối với nhau bằng các phần của ống linh hoạt. Đường kính trong của đường ống/ống xấp xỉ 1 in-sơ (2,5cm). Ở một bên của vòng lặp, một bơm được đặt để luân chuyển huyền phù đặc phản ứng và ở phía đối diện, máy trộn nội tuyến Silverson được lắp đặt để tạo ra thêm biến dạng cho hệ thống và cũng để nạp thành phần axit. Ở giữa các máy bơm, một bộ trao đổi nhiệt máy trộn tĩnh được lắp đặt để tạo ra phương tiện kiểm soát nhiệt độ trong quá trình sản xuất vật liệu Silic dioxit. Đường ống xả, được đặt sau điểm bổ sung axit, cho phép sản phẩm được xả ra như là một chức năng của tốc độ mà ở đó silicat và axit được thêm vào. Ống xả cũng được lắp với van áp suất ngược để cho phép hệ thống hoạt động ở nhiệt độ lớn hơn 100°C. Đường ống xả sản phẩm được định hướng để thu thập sản phẩm vào thùng để biến đổi thêm (ví dụ, điều chỉnh độ pH) hoặc được xả trực tiếp vào bộ lọc loại quay hoặc ép. Tùy ý, axit có thể được thêm vào đường xả sản phẩm để tránh điều chỉnh pH khi sản phẩm Silic dioxit được tạo ra ở độ pH lớn hơn 7,0.

Đối với một số ví dụ nhất định, bộ trộn nội tuyến Silverson đã được cải biến để tạo ra mức độ trộn cao mà không cần biến dạng. Điều này được thực hiện bằng cách loại bỏ sàng tĩnh ra khỏi bộ trộn Silverson và vận hành thiết bị chỉ với tấm nền và đầu trộn thông thường. Do đó, cỡ hạt có thể được kiểm soát bằng cách thay đổi tốc độ đầu ra của Silverson và tốc độ tuần hoàn (ví dụ, giảm cả hai tốc độ có thể làm tăng cỡ hạt trung bình).

Trước khi đưa axit và silicat vào hệ thống đối với các ví dụ 3A-8, Silic dioxit kết tủa, natri sunfat, natri silicat và nước được thêm vào và tuần hoàn với tốc độ 80 lít/phút. Bước này được thực hiện để nạp đầy các chất vào vòng lặp tuần hoàn với lượng và nồng độ gần đúng của một mẻ thông thường để giảm thiểu thời gian thanh lọc trước khi có thể thu thập sản phẩm mong muốn.

Đối với Ví dụ 3A, 1,5kg chế phẩm theo Ví dụ 1A, 1,34kg natri sunfat, 11,1 lít natri silicat (3,32MR, 13,3%) và 20 lít nước được thêm vào vòng tuần hoàn, sau đó đun nóng đến 95°C với vòng tuần hoàn tại 80 lít/phút bằng Silverson hoạt động ở 60Hz (3485 RPM) với cấu hình roto/stato bình thường. Natri silicat (3,32MR, 20,0%) và axit sunfuric (17,1%) được thêm đồng thời vào vòng lặp với tốc độ silicat là 1,7 lít/phút và

tỷ lệ axit đủ để duy trì độ pH=7,5. Nếu cần thiết, tỷ lệ axit đã được điều chỉnh phù hợp để duy trì độ pH. Axit và silicat được thêm vào trong các điều kiện này trong 40 phút để loại bỏ Silic dioxit không mong muốn ra khỏi hệ này trước khi thu được vật liệu mong muốn. Sau 40 phút trôi qua, bình thu gom được dọn sạch và các chất bên trong của nó được loại bỏ. Sản phẩm Silic dioxit sau đó được thu thập trong một bình kết hợp khuấy ở 40 vòng/phút trong khi duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C. Sau khi thu được số lượng sản phẩm mong muốn, việc bổ sung axit và silicat được dừng lại và các chất của vòng lặp được phép tuần hoàn. Sản phẩm Silic dioxit trong bình thu gom được điều chỉnh đến pH=6,0 bằng cách thêm thủ công axit sulfuric và sau đó được lọc và rửa đến độ dẫn là ~ 1500 μ S. Độ pH của huyền phù đặc sau đó được điều chỉnh lại thành pH=6,0 bằng axit sulfuric và được sấy phun.

Đối với Ví dụ 4A, 1,5kg chế phẩm theo Ví dụ 1A, 1,34kg natri sunfat, 11,1 lít natri silicat (2,65MR, 20,0%) và 20 lít nước được thêm vào vòng tuần hoàn, sau đó đun nóng đến 95°C với vòng tuần hoàn tại 80 lít/phút bằng Silverson hoạt động ở 60Hz (3485 RPM) với sàng tĩnh được loại bỏ. Natri silicat (2,65MR, 20,0%) và axit sunfuric (17,1%) được thêm đồng thời vào vòng lặp với tốc độ silicat là 1,7 lít/phút và tỷ lệ axit đủ để duy trì độ pH=7,5. Nếu cần thiết, tỷ lệ axit đã được điều chỉnh phù hợp để duy trì độ pH. Axit và silicat được thêm vào trong các điều kiện này trong 40 phút để loại bỏ Silic dioxit không mong muốn ra khỏi hệ này trước khi thu được vật liệu mong muốn. Sau 40 phút trôi qua, bình thu gom được dọn sạch và các chất bên trong của nó được loại bỏ. Sản phẩm Silic dioxit sau đó được thu thập trong một bình kết hợp khuấy ở 40 vòng/phút trong khi duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C. Sau khi thu được số lượng sản phẩm mong muốn, việc bổ sung axit và silicat được dừng lại và các chất của vòng lặp được phép tuần hoàn. Sản phẩm Silic dioxit trong bình thu gom được điều chỉnh đến pH=6,0 bằng cách thêm thủ công axit sulfuric và sau đó được lọc và rửa đến độ dẫn là ~ 1500 μ S. Độ pH của huyền phù đặc sau đó được điều chỉnh lại thành pH=6,0 bằng axit sulfuric và được sấy phun.

Đối với Ví dụ 5A, 1,5kg chế phẩm theo Ví dụ 1A, 1,34kg natri sunfat, 11,1 lít natri silicat (2,65MR, 26,6%) và 20 lít nước được thêm vào vòng tuần hoàn, sau đó đun

nóng đến 95°C với vòng tuần hoàn tại 80 lít/phút bằng Silverson hoạt động ở 60Hz (3485 RPM) với sàng tĩnh được loại bỏ. Natri silicat (2,65MR, 26,6%) và axit sunfuric (22,8%) được thêm đồng thời vào vòng lặp với tốc độ silicat là 1,7 lít/phút và tỷ lệ axit đủ để duy trì độ pH=7,5. Nếu cần thiết, tỷ lệ axit đã được điều chỉnh phù hợp để duy trì độ pH. Axit và silicat được thêm vào trong các điều kiện này trong 40 phút để loại bỏ Silic dioxit không mong muốn ra khỏi hệ này trước khi thu được vật liệu mong muốn. Sau 40 phút trôi qua, bình thu gom được dọn sạch và các chất bên trong của nó được loại bỏ. Sản phẩm Silic dioxit sau đó được thu thập trong một bình kết hợp khuấy ở 40 vòng/phút trong khi duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C. Sau khi thu được số lượng sản phẩm mong muốn, việc bổ sung axit và silicat được dừng lại và các chất của vòng lặp được phép tuần hoàn. Sản phẩm Silic dioxit trong bình thu gom được điều chỉnh đến pH=6,0 bằng cách thêm thủ công axit sulfuric và sau đó được lọc và rửa đến độ dẫn là ~ 1500 μ S. Độ pH của huyền phù đặc sau đó được điều chỉnh lại thành pH=6,0 bằng axit sulfuric và được sấy phun.

Đối với Ví dụ 6A, 1,5kg chế phẩm theo Ví dụ 1A, 1,34kg natri sunfat, 11,1 lít natri silicat (2,65MR, 26,6%) và 20 lít nước được thêm vào vòng tuần hoàn, sau đó đun nóng đến 95°C với vòng tuần hoàn tại 80 lít/phút bằng Silverson hoạt động ở 15Hz (871 RPM) với sàng tĩnh được loại bỏ. Natri silicat (2,65MR, 26,6%) và axit sunfuric (22,8%) được thêm đồng thời vào vòng lặp với tốc độ silicat là 1,7 lít/phút và tỷ lệ axit đủ để duy trì độ pH=7,5. Nếu cần thiết, tỷ lệ axit đã được điều chỉnh phù hợp để duy trì độ pH. Axit và silicat được thêm vào trong các điều kiện này trong 40 phút để loại bỏ Silic dioxit không mong muốn ra khỏi hệ này trước khi thu được vật liệu mong muốn. Sau 40 phút trôi qua, bình thu gom được dọn sạch và các chất bên trong của nó được loại bỏ. Sản phẩm Silic dioxit sau đó được thu thập trong một bình kết hợp khuấy ở 40 vòng/phút trong khi duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C. Sau khi thu được số lượng sản phẩm mong muốn, việc bổ sung axit và silicat được dừng lại và các chất của vòng lặp được phép tuần hoàn. Sản phẩm Silic dioxit trong bình thu gom được điều chỉnh đến pH=6,0 bằng cách thêm thủ công axit sulfuric và sau đó được lọc và rửa đến độ dẫn là ~ 1500 μ S. Độ pH của huyền phù đặc sau đó được điều chỉnh lại thành pH=6,0 bằng axit sulfuric và được sấy phun.

Đối với Ví dụ 7A, 1,5kg chế phẩm theo Ví dụ 1A, 1,34kg natri sunfat, 11,1 lít natri silicat (2,65MR, 26,6%) và 20 lít nước được thêm vào vòng tuần hoàn, sau đó đun nóng đến 95°C với vòng tuần hoàn tại 80 lít/phút bằng Silverson hoạt động ở 30Hz (1743 RPM) với sàng tĩnh được loại bỏ. Natri silicat (2,65MR, 26,6%) và axit sunfuric (22,8%) được thêm đồng thời vào vòng lặp với tốc độ silicat là 1,7 lít/phút và tỷ lệ axit đủ để duy trì độ pH=7,5. Nếu cần thiết, tỷ lệ axit đã được điều chỉnh phù hợp để duy trì độ pH. Axit và silicat được thêm vào trong các điều kiện này trong 40 phút để loại bỏ Silic dioxit không mong muốn ra khỏi hệ này trước khi thu được vật liệu mong muốn. Sau 40 phút trôi qua, bình thu gom được dọn sạch và các chất bên trong của nó được loại bỏ. Sản phẩm Silic dioxit sau đó được thu thập trong một bình kết hợp khuấy ở 40 vòng/phút trong khi duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C. Sau khi thu được số lượng sản phẩm mong muốn, việc bổ sung axit và silicat được dừng lại và các chất của vòng lặp được phép tuần hoàn. Sản phẩm Silic dioxit trong bình thu gom được điều chỉnh đến pH=6,0 bằng cách thêm thủ công axit sulfuric và sau đó được lọc và rửa đến độ dẫn là ~ 1500 μ S. Độ pH của huyền phù đặc sau đó được điều chỉnh lại thành pH=6,0 bằng axit sulfuric và được sấy phun.

Đối với Ví dụ 8A, 1,5kg chế phẩm theo Ví dụ 1A, 1,34kg natri sunfat, 11,1 lít natri silicat (3,32MR, 32,3%) và 20 lít nước được thêm vào vòng tuần hoàn, sau đó đun nóng đến 95°C với vòng tuần hoàn tại 80 lít/phút bằng Silverson hoạt động ở 30Hz (1742 RPM) với sàng tĩnh được loại bỏ. Natri silicat (3,32MR, 32,3%) và axit sunfuric (22,8%) được thêm đồng thời vào vòng lặp với tốc độ silicat là 1,7 lít/phút và tỷ lệ axit đủ để duy trì độ pH=7,5. Nếu cần thiết, tỷ lệ axit đã được điều chỉnh phù hợp để duy trì độ pH. Axit và silicat được thêm vào trong các điều kiện này trong 40 phút để loại bỏ Silic dioxit không mong muốn ra khỏi hệ này trước khi thu được vật liệu mong muốn. Sau 40 phút trôi qua, bình thu gom được dọn sạch và các chất bên trong của nó được loại bỏ. Sản phẩm Silic dioxit sau đó được thu thập trong một bình kết hợp khuấy ở 40 vòng/phút trong khi duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C. Sau khi thu được số lượng sản phẩm mong muốn, việc bổ sung axit và silicat được dừng lại và các chất của vòng lặp được phép tuần hoàn. Sản phẩm Silic dioxit trong bình thu gom được điều chỉnh đến pH=6,0 bằng cách thêm thủ công axit sulfuric và sau đó được lọc và rửa đến độ dẫn là ~

1500 μ S. Độ pH của huyền phù đặc sau đó được điều chỉnh lại thành pH=6,0 bằng axit sulfuric và được sấy phun.

Bảng I tóm tắt một số đặc tính của các hạt silic dioxit được tạo ra trong Ví dụ 3A-8A, so với các tính chất tương ứng trong Ví dụ 1A-2A. Hạt của Ví dụ 3A-8A có cỡ hạt trung bình d₅₀ là khoảng 3 đến 21 μ m, nhưng có phân bố cỡ hạt hẹp. Thử nghiệm về hình ảnh SEM cũng thể hiện sự phân bố cỡ hạt hẹp và hình thái hạt hình cầu. Hình ảnh SEP đại diện đối với Ví dụ 3A-8A được đưa ra lần lượt trong các Fig. 4-9. Hệ số cầu (S_{80}) tương ứng đối với Ví dụ 3A-8A là lớn hơn 0,9.

Ví dụ 1B-8B

Ví dụ 3C & 7C

Chế phẩm kem đánh răng và thử nghiệm PCR và RDA

Mẫu Silic dioxit của các Ví dụ 1A-8A được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng 1B-8B ở mức 20% trọng lượng của Silic dioxit tương ứng, và trong chế phẩm kem đánh răng 3C và 7C ở mức 10% trọng lượng của Silic dioxit tương ứng, như được tóm tắt trong Bảng II.

Thử nghiệm PCR và RDA (tại Trường Đại học Nha khoa Indiana) đã được tiến hành trên các chế phẩm kem đánh răng để xác định tác động của các đặc tính của Silic dioxit đến hiệu suất PCR và RDA. Bảng III tóm tắt dữ liệu PCR và RDA đối với các chế phẩm kem đánh răng. Thật bất ngờ, khi cỡ hạt của các hạt có hình cầu cao tăng lên, RDA giảm đáng kể và ở mức độ thấp hơn, PCR cũng giảm. Những kết quả này thật bất ngờ và trái ngược với kết quả thường thấy với các vật liệu Silic dioxit kết tủa truyền thống (có hình dạng không đều, và không phải hình cầu). Mặc dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết, người ta tin rằng vì thử nghiệm RDA được thực hiện trên một bề mặt không đều bao gồm ngà răng và các ống ngà rỗng có kích thước khoảng 2-3 μ m, mà hạt silic dioxit hình cầu rơi một phần vào ống, và tiếp theo chọc thủng thành đối diện vì chúng bị đẩy ra khỏi ống bởi bàn chải đánh răng khi chúng di chuyển trên bề mặt ngà răng.

Ví dụ 9A-13A*Hạt silic dioxit không đều*

Bảng IV tóm tắt các tính chất nhất định của vật liệu Silic dioxit so sánh theo các Ví dụ 9A-13A, có hình thái hạt không đều và không phải hình cầu. Ví dụ 9A là vật liệu Silic dioxit thông thường có bán trên thị trường của Huber Engineered Materials và Ví dụ 10A-13A được sản xuất bằng cách nghiền không khí mẫu của Ví dụ 9A thành cỡ hạt d50 là 3,5 μ m (Ví dụ 10A), 6,2 μ m (Ví dụ 11A), 9,4 μ m (Ví dụ 12A, phân bố cỡ hạt rộng), và 9,3 μ m (Ví dụ 13A, phân bố cỡ hạt hẹp).

Ví dụ 9B-13B*Chế phẩm kem đánh răng và thử nghiệm PCR và RDA*

Mẫu Silic dioxit của Ví dụ 9A-13A được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng của Ví dụ 9B-13B ở mức 20% trọng lượng của Silic dioxit tương ứng, như được tóm tắt trong Bảng V.

Thử nghiệm PCR và RDA (tại Trường Đại học Nha khoa Indiana) đã được tiến hành trên các chế phẩm kem đánh răng để xác định tác động của các đặc tính của Silic dioxit đến hiệu suất PCR và RDA. Bảng VI tóm tắt dữ liệu PCR và RDA đối với các chế phẩm kem đánh răng. Như được thể hiện trong Bảng VI, khi cỡ hạt của Silic dioxit tăng từ 3,5 μ m lên 9,5 μ m, không có thay đổi nào trong các giá trị RDA hoặc PCR. Do đó, đối với các hạt silic dioxit không đều và không phải hình cầu, không có mối tương quan giữa cỡ hạt và RDA và không có mối tương quan giữa cỡ hạt và PCR

BÀN LUẬN CÁC VÍ DỤ

Bằng cách so sánh dữ liệu trong Bảng III với Bảng VI, hoạt động của vật liệu Silic dioxit hình cầu khác về cơ bản (và đáng ngạc nhiên) so với Silic dioxit nha khoa truyền thống, có hình dạng không hình cầu và không đều. Cỡ hạt và phân bố cỡ hạt có thể được sử dụng để kiểm soát RDA và PCR bằng các vật liệu hình cầu cao, trong khi đối với Silic dioxit hình dạng không đều truyền thống, cỡ hạt và phân bố cỡ hạt không có tác dụng đáng kể

Mặc dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết sau đây, người ta tin rằng các hạt hình cầu ban đầu tập trung vào chất nền, trước khi chúng bắt đầu lăn trên bề mặt

(ban đầu có rất nhiều hao mòn, nhưng khi các hạt bắt đầu lăn, sự mài mòn về cơ bản là bị loại bỏ), trong khi một sản phẩm truyền thống không có hình cầu và hình dạng không đều sẽ làm trầy xước toàn bộ bề mặt.

Như được thể hiện trong Bảng III, các giá trị RDA cho các sản phẩm hình cầu có cỡ hạt nhỏ (nhỏ hơn $4\mu\text{m}$) lớn hơn 200. Được quy định rằng, bề mặt ngà răng về cơ bản là không đồng nhất, bao gồm cả khoáng chất xốp và hàm lượng hữu cơ, các hạt hình cầu một phần đi vào ống và cào vào phía đối diện khi chúng thoát ra. Với các hạt hình cầu, khi cỡ hạt tăng lên, độ sâu mà chúng có thể đi vào ống sẽ giảm. Sự giảm thâm nhập này trong ống (và tăng cỡ hạt) được cho là yếu tố thúc đẩy giảm RDA. Mô hình cho hạt hình cầu (ở cỡ hạt nhỏ) tương tác với ống ngà răng được minh họa trong Fig. 10.

Một sự tương tự đơn giản là khi lái xe qua ổ gà với lớp xe hơi. Nếu ổ gà lớn so với lớp xe hơi, một sự xóc lớn được cảm nhận khi xe đi qua ổ gà. Khi ổ gà giảm kích thước, cường độ của sự xóc được cảm thấy là giảm, cho đến khi ổ gà đủ nhỏ để lớp xe không rơi sâu vào lỗ. Nếu ổ gà là một kích thước cố định, hiệu ứng tương tự sẽ được quan sát khi lớp xe trên xe được tăng kích thước. Theo cách tương tự, mô hình của các hạt hình cầu có cỡ hạt tăng dần ($4\mu\text{m}$, $5\mu\text{m}$, $6\mu\text{m}$, $10\mu\text{m}$) tương tác với ống ngà có kích thước khoảng $2,5\mu\text{m}$ được thể hiện trong Fig. 11. Độ sâu thâm nhập của các hạt vào ống được giảm khi cỡ hạt tăng.

Bằng cách sử dụng các tính toán hình học, độ sâu thâm nhập của hạt hình cầu có thể được tính dựa trên đường kính của nó, như được mô tả trong tài liệu J.M. Fildes et al., Wear 274-275 (2012) 414-422. Vì nó liên quan đến cỡ hạt silic dioxit và các ống ngà răng có chiều rộng $2,5\mu\text{m}$ liên quan đến RDA, có thể tạo ra đồ thị về độ sâu thâm nhập so với đường kính hạt cho hình cầu (xem Fig. 12). Có sự giảm độ sâu thâm nhập của các hạt hình cầu khoảng 80% khi cỡ hạt tăng từ $3,5\mu\text{m}$ đến $12\mu\text{m}$.

Lực cần thiết cho một bánh xe tròn (tương tự như hạt hình cầu) để vượt qua một bước có độ cao khác nhau (tương tự với độ sâu thâm nhập) cũng có thể được tính bằng cách sử dụng các công thức trong tài liệu “Physics for Scientists và Engineers” Eighth Edition (2010); Serway | Jewett. Sử dụng giả định rằng hạt hình cầu chỉ tiếp xúc với một phần của ống khi nó đi qua (ngoại trừ khi nó ở dưới đáy, thì điểm tiếp xúc là

một bước), ước tính sơ bộ về lực cần thiết cho hạt để thoát khỏi ống có thể được tính toán. Do các chế phẩm kem đánh răng được tải theo trọng lượng và số lượng, có nhiều hạt nhỏ hơn các hạt lớn, nên người ta tin rằng lực tính toán tính theo Newton phải dựa trên trọng lượng (tính theo gam). Fig. 13 biểu thị về mặt đồ họa sự giảm lực cần thiết cho 1 gam hạt hình cầu để thoát khỏi ống 2,5 μ m như một chức năng làm tăng cỡ hạt. Lực giảm hơn 50% khi cỡ hạt tăng từ 6 μ m to 12 μ m.

Tóm lại, các số liệu, bảng và thảo luận ở trên chứng minh rằng hoạt động của vật liệu silic dioxit hình cầu khác về cơ bản (và bất ngờ) so với silic dioxit nha khoa truyền thống, có hình dạng không hình cầu và không đều, đặc biệt là liên quan đến hiệu suất RDA. Cỡ hạt là yếu tố chính để kiểm soát RDA và PCR bằng vật liệu hình cầu cao, không giống như silic dioxit hình dạng không đều truyền thống, trong đó cỡ hạt không có tác dụng đáng kể.

Bảng I. Ví dụ 1A-8A

Ví dụ	1A	2A	3A	4A	5A	6A	7A	8A
Mô tả	Silic dioxit không đều	Silic dioxit không đều	Silic dioxit hình cầu	Silic dioxit hình cầu	Silic dioxit hình cầu	Silic dioxit hình cầu	Silic dioxit hình cầu	Silic dioxit hình cầu
Einlehnar (mg tồn hao/100k rev)	15,2	3,7	3,1	3,3	2,5	2,9	3,1	0,9
Diện tích bề mặt BET (m^2/g)	56	85	89	59	66	64	48	157
Diện tích bề mặt CTAB (m^2/g)	63	66	56	29	20	29	26	93
Hấp thụ dầu ($\text{cm}^3/100\text{g}$)	53	81	66	38	39	40	40	70
Hấp thụ nước ($\text{cm}^3/100\text{g}$)	70	108	75	67	69	68	63	99
5% pH	7,4	7,3	7,2	6,8	6,8	7,0	7,3	7,1
Hàm lượng ẩm (%)	6,5	6,8	3,2	2,8	2,2	2,6	1,8	3,6
Cỡ hạt trung bình (μm)	9,7	9,1	3,5	8,8	10,7	13,0	14,0	20,8
Cỡ hạt trung bình (μm)	12,5	11,2	3,8	8,7	10,6	12,9	13,9	20,9
Tỷ lệ (d90-d10)/d50	3,2	2,9	1,4	1,6	1,7	1,7	1,7	1,7
Dư lượng 325 mesh (% trọng lượng)	1,12	0,70	0,01	0,20	0,10	0,20	0,10	1,00
Natri Sulfat (%)	2,08	1,14	0,82	0,59	0,66	0,35	2,24	0,35

Mật độ rót (lb/ft ³) (x16,018kg/m ³)	26,0	18,0	30,2	34,7	37,5	39,0	42,6	33,4
Mật độ đóng gói (lb/ft ³) (x16,018kg/m ³)	45,0	28,0	46,8	52,0	55,1	52,0	55,1	42,6

Bảng II. Ví dụ 1B-8B và Ví dụ 3C và 7C – Chế phẩm kem đánh răng được sử dụng cho thử nghiệm PCR/RDA (tất cả các giá trị đều ở % trọng lượng)

Ví dụ	1B	2B	3B	3C	4B	5B	6B	7B	7C	8B
Glycerin (99,7%)	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000
Sorbitol (70,0%)	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007
Nước khử ion	QS	QS	QS	QS	QS	QS	QS	QS	QS	QS
PEG-12	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000
Cekol 2000A	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200
Tetranatri pyrophosphat	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500
Natri saccharin	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200
Natri florua	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243
Zeodent 165	1,500	1,500	1,500	5,000	1,500	1,500	1,500	1,500	5,000	1,500
Silic dioxit										
Ví dụ 1A	20									
Ví dụ 2A		20								

31

Bảng III. Ví dụ 1B-8B và Ví dụ 3C và 7C – PCR và dữ liệu RDA

Ví dụ	1B	2B	3B	3C	4B	5B	6B	7B	7C	8B
Cỡ hạt trung bình (μm)	9,7	9,1	3,5	3,5	8,8	10,7	13,0	14,0	14,0	20,8
Cỡ hạt trung bình (μm)	12,5	11,2	3,8	3,8	8,7	10,6	12,9	13,9	13,9	20,9
Silic đioxit theo ví dụ (% trọng lượng)	20	20	20	10	20	20	20	20	10	20
PCR	106	82	118	104	93	89	86	85	70	68
RDA	180	105	270	245	160	145	127	128	107	55

Bảng IV. Ví dụ 9A-13A

Ví dụ	9A	10A	11A	12A	13A
Einlehner (mg tổn hao /100k rev)	15,2	11,0	15,8	16,5	16,4
Diện tích bề mặt BET (m^2/g)	56	47	44	45	50
Diện tích bề mặt CTAB (m^2/g)	63	40	36	38	26
Hấp thụ dầu ($\text{cm}^3/100\text{g}$)	53	62	50	53	58
Hấp thụ nước AbC ($\text{cm}^3/100\text{g}$)	70	75	68	68	71
5% pH	7,4	7,8	7,8	7,7	7,8
Hàm lượng ẩm (%)	6,5	6,4	10,4	10,2	5,6
Cỡ hạt trung bình (μm)	9,7	3,5	6,2	9,4	9,3
Cỡ hạt trung bình (μm)	12,5	3,8	7,6	12,5	10,1
Ratio of (d90-d10)/d50	3,2	--	--	--	--
Dư lượng 325 mesh (% trọng lượng)	1,12	0,20	1,5	3,8	0,4
Natri Sulfat (%)	2,08	1,14	1,14	1,14	1,00

Mật độ rót (lb/ft ³) (x16,018kg/m ³)	26,0	17,0	22,0	26,0	26,0
Mật độ đóng gói (lb/ft ³) (x16,018kg/m ³)	45,0	25,0	39,0	39,0	45,0

Bảng V. Ví dụ 9B-13B – Chế phẩm kem đánh răng được sử dụng cho thử nghiệm PCR/RDA (tất cả các giá trị đều ở % trọng lượng)

Ví dụ	9B	10B	11B	12B	13B
Glycerin (99,7%)	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000
Sorbitol (70,0%)	40,007	40,007	40,007	40,007	40,007
Nước khử ion	QS	QS	QS	QS	QS
PEG-12	3,000	3,000	3,000	3,000	3,000
Cekol 2000A	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200
Tetranatri pyrophosphat	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500
Natri saccharin	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200
Natri florua	0,243	0,243	0,243	0,243	0,243
Zeodent 165	1,500	1,500	1,500	1,500	1,500
Silic dioxit					
Ví dụ 9A	20				
Ví dụ 10A		20			
Ví dụ 11A			20		

Ví dụ 12A					20	
Ví dụ 13A						20
Titan dioxide	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500
Sodium lauryl sulfate	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200	1,200
Chất tạo mùi	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650	0,650
Tổng cộng	100	100	100	100	100	100

Bảng VI. Ví dụ 9B-13B – PCR và dữ liệu RDA

Ví dụ	9B	10B	11B	12B	13B
Cỡ hạt trung bình (μm)	9,7	3,5	6,2	9,4	9,3
Cỡ hạt trung bình (μm)	12,5	3,8	7,6	12,5	10,1
Silic dioxit theo Ví dụ (% trọng lượng)	20	20	20	20	20
PCR (IU)	102	108	103	105	106
RDA (IU)	212	218	216	222	214

Sáng chế được mô tả ở trên với tham chiếu đến nhiều khía cạnh và ví dụ cụ thể. Nhiều cải biến sẽ gợi ý cho những người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này theo mô tả chi tiết ở trên. Tất cả các biến thể rõ ràng như vậy nằm trong phạm vi dự định đầy đủ của Yêu cầu bảo hộ sau đây. Các khía cạnh khác của sáng chế có thể bao gồm, nhưng không giới hạn ở, những điều sau đây (các khía cạnh được mô tả như là “chứa”, nhưng theo cách khác, có thể là “hầu như bao gồm” hay “bao gồm”):

Khía cạnh 1. Hạt silic dioxit được đặc trưng bởi:

- (i) cỡ hạt trung bình d_{50} lớn hơn hoặc bằng khoảng $6\mu\text{m}$;
- (ii) tỷ lệ $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,4;
- (iii) RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 200; và
- (iv) hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,9.

Khía cạnh 2. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh 1, trong đó cỡ hạt trung bình d_{50} nằm trong khoảng từ 7 đến $25\mu\text{m}$.

Khía cạnh 3. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh 1, trong đó cỡ hạt trung bình d_{50} nằm trong khoảng từ 8 đến $20\mu\text{m}$.

Khía cạnh 4. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 3, trong đó tỷ lệ $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,2.

Khía cạnh 5. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 3, trong đó tỷ lệ $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ nằm trong khoảng từ 1,2 đến 2.

Khía cạnh 6. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 5, trong đó RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 190.

Khía cạnh 7. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 5, trong đó RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 180.

Khía cạnh 8. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 7, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi độ hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 30 đến 115 cm³/100g.

Khía cạnh 9. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 7, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi độ hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 30 đến 90 cm³/100g.

Khía cạnh 10. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 9, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 25 đến 65 lb/ft³ (400,46-1041,2 [kg/m³]).

Khía cạnh 11. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 9, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 40 đến 60 lb/ft³ (640,74-1041,2 [kg/m³]).

Khía cạnh 12. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 11, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 10 đến 200 m²/g.

Khía cạnh 13. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 11, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 20 đến 100 m²/g.

Khía cạnh 14. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 13, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi dư lượng 325 mesh nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 1,2% trọng lượng.

Khía cạnh 15. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 13, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi dư lượng 325 mesh nhỏ hơn hoặc bằng khoảng 0,5% trọng lượng.

Khía cạnh 16. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 15, trong đó hệ số cầu (S_{80}) là lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,92.

Khía cạnh 17. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 15, trong đó hệ số cầu (S_{80}) là lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,94.

Khía cạnh 18. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 17, trong đó hạt silic dioxit còn được đặc trưng bởi hệ số mài mòn Einlehner nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7mg bị hao mòn/100,000 vòng quay.

Khía cạnh 19. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 18, trong đó hạt silic dioxit là hạt silic dioxit kết tủa.

Khía cạnh 20. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 19, trong đó hạt silic dioxit là vô định hình.

Khía cạnh 21. Chế phẩm chứa hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 20.

Khía cạnh 22. Chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic dioxit theo khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 20.

Khía cạnh 23. Chế phẩm kem đánh răng chứa từ 0,5 đến 50% trọng lượng hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 20.

Khía cạnh 24. Chế phẩm kem đánh răng chứa từ 5 đến 35% trọng lượng hạt silic dioxit theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 1 đến 20.

Khía cạnh 25. Chế phẩm kem đánh răng theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 22 đến 24, trong đó chế phẩm này còn chứa ít nhất một trong số chất giữ ẩm, dung môi, chất kết dính, tác nhân điều trị, tác nhân cạo hóa, chất làm đặc không phải hạt silic dioxit và/hoặc silicat, chất hoạt động bề mặt, chất bào mòn không phải hạt silic dioxit và/hoặc silicat, chất làm ngọt, chất tạo màu, chất tạo mùi, chất bảo quản, và các chất tương tự khác, cũng như hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Khía cạnh 26. Quy trình để tạo ra hạt silic dioxit, quy trình này bao gồm các bước:

(a) liên tục nạp axit vô cơ và silicat kim loại kiềm vào vùng phản ứng vòng chứa dòng hơi của môi trường lỏng, trong đó ít nhất một phần của axit vô cơ và silicat kim loại kiềm phản ứng để tạo ra hạt silic dioxit trong môi trường lỏng của vùng phản ứng vòng;

(b) tiếp tục tuần hoàn môi trường lỏng xuyên qua vùng phản ứng vòng, trong đó vùng phản ứng vòng không bao gồm sàng tĩnh hoặc vùng phản ứng vòng có thể bao gồm sàng tĩnh với các lỗ mở lớn hơn 3mm^2 trong khu vực cắt ngang, hoặc tần số biến dạng trong vùng phản ứng vòng có thể nhỏ hơn 1.000.000 tương tác/phút, hoặc cả hai; và

(c) tiếp tục tháo ra khỏi vùng phản ứng vòng một phần của môi trường lỏng chứa hạt Silic dioxit.

Khía cạnh 27. Quy trình theo Khía cạnh 26, trong đó các bước (a)-(c) được thực hiện đồng thời

Khía cạnh 28. Quy trình theo Khía cạnh 26 hoặc 27, trong đó vùng phản ứng vòng bao gồm một vòng liên tục của một hoặc nhiều ống lò phản ứng vòng

Khía cạnh 29. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26-28, trong đó:

axit vô cơ và silicat kim loại kiềm được nạp vào vùng phản ứng vòng ở các vị trí khác nhau dọc theo vùng phản ứng vòng;

axit vô cơ bao gồm axit sulfuric, axit clohydric, axit nitric, axit phosphoric, hoặc hỗn hợp của chúng; và

silicat kim loại kiềm bao gồm natri silicat.

Khía cạnh 30. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26-29, trong đó môi trường lỏng được tuần hoàn qua vùng phản ứng vòng ở độ pH nằm trong khoảng từ 6 đến 10.

Khía cạnh 31. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26-30, trong đó:

phần môi trường lỏng thải ra từ vùng phản ứng vòng được thải ra theo tỷ lệ thể tích tỷ lệ với lượng axit vô cơ và silicat kim loại kiềm được nạp vào vùng phản ứng vòng; và

các bước (a)-(c) được thực hiện trong phản ứng vòng đơn liên tục.

Khía cạnh 32. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26-31, trong đó môi trường lỏng được tuần hoàn qua vùng phản ứng vòng ở tỷ lệ nằm trong khoảng từ 15 lít/phút đến 150 lít/phút.

Khía cạnh 33. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26-32, trong đó môi trường lỏng được tuần hoàn qua vùng phản ứng vòng ở tỷ lệ nằm trong khoảng từ 50% thể tích mỗi phút đến 1000% thể tích mỗi phút.

Khía cạnh 34. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26-33, trong đó tất cả hoặc lớn hơn 95% trọng lượng môi trường lỏng được tuần hoàn trong bước (b).

Khía cạnh 35. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26 đến 34, trong đó bước (b) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 85 đến 100°C.

Khía cạnh 36. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26-35, quy trình này còn bao gồm bước điều chỉnh độ pH sau bước (c), bước lọc sau bước (c), bước rửa sau bước (c), bước làm khô sau bước (c), hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Khía cạnh 37. Quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26-36, trong đó hạt silic dioxit are được đặc trưng bởi:

(i) cỡ hạt trung bình d₅₀ lớn hơn hoặc bằng khoảng 6µm;

(ii) tỷ lệ (d₉₀-d₁₀)/d₅₀ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,4;

(iii) RDA ở 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 200; và

(iv) hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng khoảng 0,9.

Khía cạnh 38. Hạt silic dioxit được tạo ra theo quy trình theo Khía cạnh bất kỳ trong số các Khía cạnh từ 26 đến 37.

Khía cạnh 39. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh 38, trong đó hạt silic dioxit là hạt silic dioxit kết tủa.

Khía cạnh 40. Hạt silic dioxit theo Khía cạnh 38 hoặc 39, trong đó hạt silic dioxit là vô định hình.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hạt silic dioxit có:

cỡ hạt trung bình d50 nằm trong khoảng từ 8,8 đến 15 μ m;
độ hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 30 đến 62 cm³/100 g;
tỷ lệ của (d90–d10)/d50 nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2;
hệ số mài mòn ngà răng tương đối (*Relative Dentin Abrasion: RDA*) ở tải 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 200;
hệ số cầu (S80) lớn hơn hoặc bằng 0,9; và
mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 52,0 đến 65 lb/ft³ (832,96-1041,2 [kg/m³]); và
tỷ lệ làm sạch màng mỏng (*Pellicle Cleaning Ratio: PCR*) ở tải 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 110.

2. Hạt silic dioxit có:

cỡ hạt trung bình d50 nằm trong khoảng từ 8,8 đến 15 μ m;
độ hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 30 đến 62 cm³/100 g;
tỷ lệ của (d90–d10)/d50 nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2;
RDA ở tải 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 190;
hệ số cầu (S80) lớn hơn hoặc bằng 0,92;
mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 52,0 đến 60 lb/ft³ (832,96-1041,2 [kg/m³]); và
tỷ lệ làm sạch màng mỏng (*Pellicle Cleaning Ratio: PCR*) ở tải 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 110;
trong đó, hạt silic dioxit có ít nhất một trong số các đặc điểm sau:
diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 10 đến 200 m²/g; hoặc
đur lượng 325 mesh nhỏ hơn hoặc bằng 1,2% trọng lượng; hoặc
hệ số mài mòn Einlehner nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7 mg bị hao mòn/100,000 vòng quay; hoặc
hạt silic dioxit là hạt silic dioxit kết tủa; hoặc
hạt silic dioxit là vô định hình.

3. Chế phẩm chứa hạt silic dioxit theo điểm 1.

4. Chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic dioxit theo điểm 1.

5. Chế phẩm kem đánh răng chứa từ 0,5 đến 50% trọng lượng hạt silic dioxit theo điểm 1.

6. Chế phẩm kem đánh răng theo điểm 4, trong đó chế phẩm kem đánh răng này còn chứa ít nhất một trong số chất giữ ẩm, dung môi, chất kết dính, tác nhân điều trị, tác nhân cạo hóa, chất làm đặc không phải hạt silic dioxit và/hoặc silicat, chất hoạt động bề mặt, chất bào mòn không phải hạt silic dioxit, chất làm ngọt, chất tạo màu, chất tạo mùi, chất bảo quản, và các chất tương tự khác, cũng như hỗn hợp bất kỳ của chúng.

7. Quy trình tạo ra hạt silic dioxit, quy trình này bao gồm các bước:

(a) nạp liên tục axit vô cơ và silicat kim loại kiềm vào vùng phản ứng vòng chứa dòng hơi của môi trường lỏng, trong đó ít nhất một phần của axit vô cơ và silicat kim loại kiềm phản ứng để tạo ra hạt silic dioxit trong môi trường lỏng của vùng phản ứng vòng;

(b) tuần hoàn liên tục môi trường lỏng xuyên qua vùng phản ứng vòng, trong đó vùng phản ứng vòng không bao gồm sàng tĩnh hoặc vùng phản ứng vòng có thể bao gồm sàng tĩnh với các lỗ mở lớn hơn 3mm^2 theo diện tích mặt cắt ngang, hoặc tần số biến dạng trong vùng phản ứng vòng có thể nhỏ hơn 1.000.000 tương tác/phút, hoặc cả hai; và

(c) tháo liên tục ra khỏi vùng phản ứng vòng một phần của môi trường lỏng chứa hạt silic dioxit,

trong đó silicat kim loại kiềm được nạp vào vùng phản ứng vòng dưới dạng dung dịch 20,0% trọng lượng đến 26,6% trọng lượng, và

trong đó, hạt silic dioxit được tạo ra có;

cỡ hạt trung bình d_{50} nằm trong khoảng từ 8,8 đến $20\mu\text{m}$;

tỷ lệ làm sạch màng mỏng (PCR) ở tải 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 80 đến 110;

hệ số mài mòn ngà răng tương đối (RDA) ở tải 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 200;

hệ số cầu (S80) lớn hơn hoặc bằng 0,9; và

mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 52,0 đến 65 lb/ft^3 ($832,96\text{--}1041,2\text{ [kg/m}^3\text{]}$).

8. Quy trình theo điểm 7, trong đó các bước (a)-(c) được thực hiện đồng thời.

9. Quy trình theo điểm 7, trong đó vùng phản ứng vòng bao gồm vòng liên tục của một hoặc nhiều ống lò phản ứng vòng.

10. Quy trình theo điểm 7, trong đó:

axit vô cơ và silicat kim loại kiềm được nạp vào vùng phản ứng vòng ở các vị trí khác nhau dọc theo vùng phản ứng vòng;

axit vô cơ bao gồm axit sulfuric, axit clohydric, axit nitric, axit phosphoric, hoặc hỗn hợp của chúng; và được nạp vào vùng phản ứng vòng dưới dạng dung dịch 17,1% trọng lượng đến 22,8% trọng lượng axit vô cơ; và silicat kim loại kiềm bao gồm natri silicat.

11. Quy trình theo điểm 7, trong đó môi trường lỏng được tuần hoàn qua vùng phản ứng vòng ở độ pH nằm trong khoảng từ 6 đến 10.

12. Quy trình theo điểm 7, trong đó:

phần môi trường lỏng thải ra từ vùng phản ứng vòng được thải ra theo tỷ lệ thể tích tỷ lệ với lượng axit vô cơ và silicat kim loại kiềm được nạp vào vùng phản ứng vòng; và

các bước (a)-(c) được thực hiện trong thiết bị phản ứng vòng đơn liên tục.

13. Quy trình theo điểm 7, trong đó môi trường lỏng được tuần hoàn qua vùng phản ứng vòng ở tỷ lệ nằm trong khoảng từ 15 lít/phút đến 150 lít/phút.

14. Quy trình theo điểm 7, trong đó môi trường lỏng được tuần hoàn qua vùng phản ứng vòng ở tỷ lệ nằm trong khoảng từ 50% thể tích mỗi phút đến 1000% thể tích mỗi phút.

15. Quy trình theo điểm 7, trong đó lớn hơn 95% trọng lượng môi trường lỏng được tuần hoàn trong bước (b).

16. Quy trình theo điểm 7, trong đó bước (b) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 85 đến 100°C.

17. Quy trình theo điểm 7, trong đó quy trình này còn bao gồm bước điều chỉnh độ pH sau bước (c), bước lọc sau bước (c), bước rửa sau bước (c), bước làm khô sau bước (c), hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

18. Quy trình theo điểm 7, trong đó hạt silic dioxit có:

cỡ hạt trung bình d50 nằm trong khoảng từ 8,8 đến 15μm;

tỷ lệ của (d90-d10)/d50 nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2; và

hệ số mài mòn ngà răng tương đối (RDA) ở tải 20% trọng lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 200.

19. Hạt silic dioxit được tạo ra bằng quy trình theo điểm 7, trong đó hạt silic dioxit có:
cỡ hạt trung bình d_{50} nằm trong khoảng từ 8,8 đến $15\mu\text{m}$; và
tỷ lệ của $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2.
20. Hạt silic dioxit theo điểm 19, trong đó hạt silic dioxit là hạt silic dioxit kết tủa.
21. Hạt silic dioxit theo điểm 19, trong đó hạt silic dioxit là vô định hình.

FIG. 1

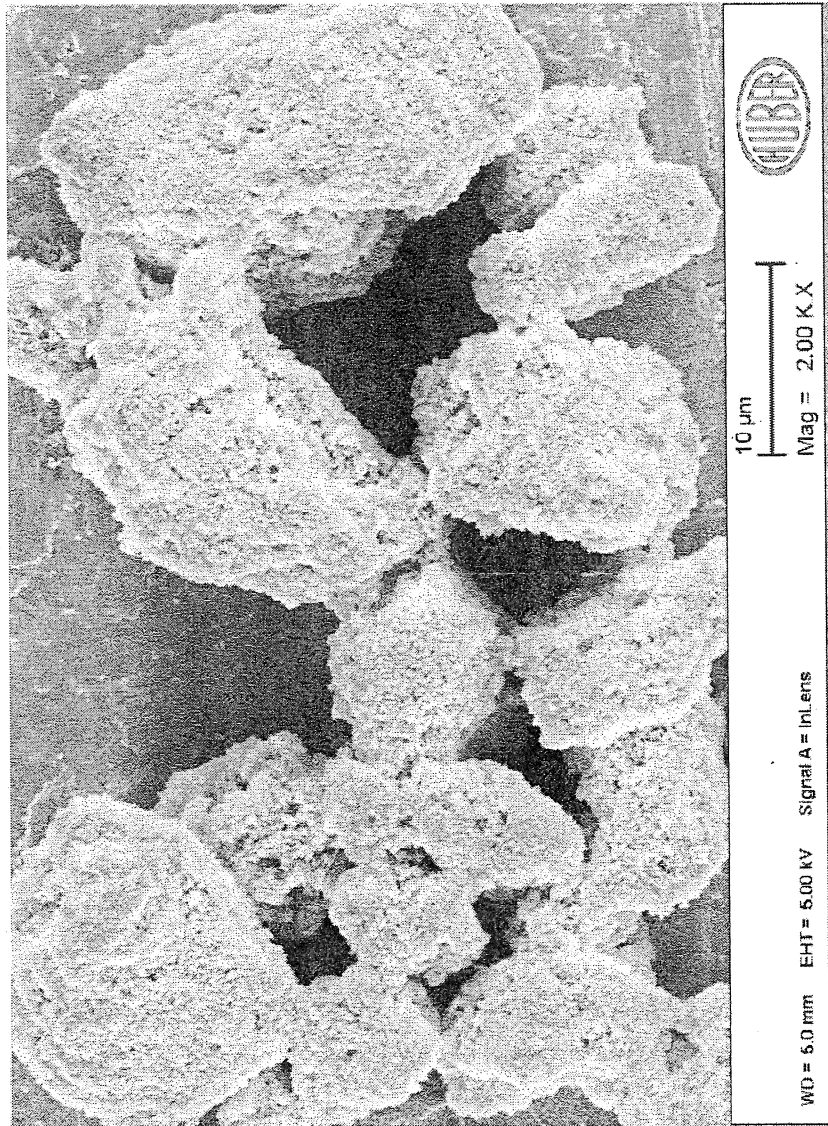


FIG. 2

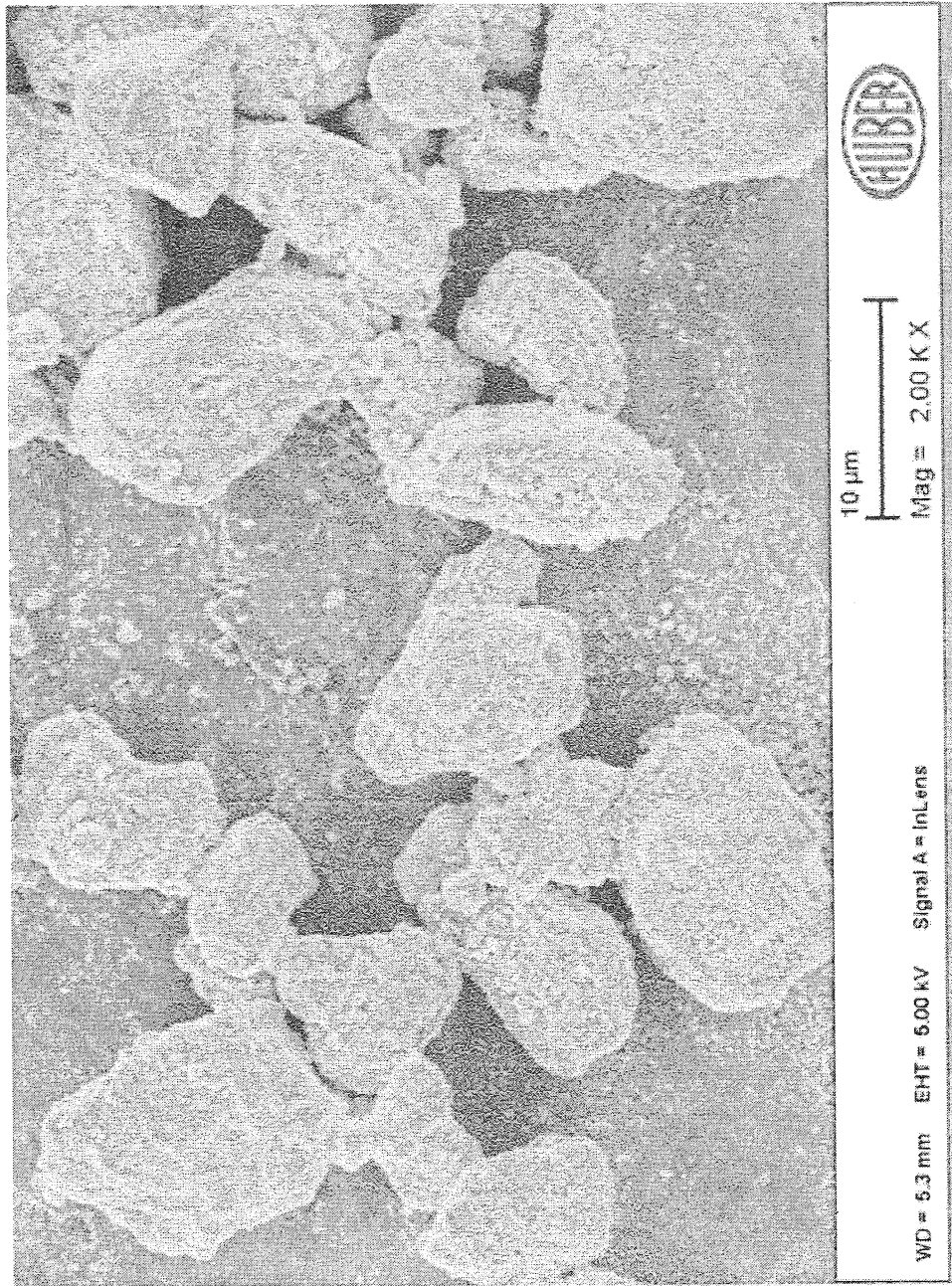


FIG. 3

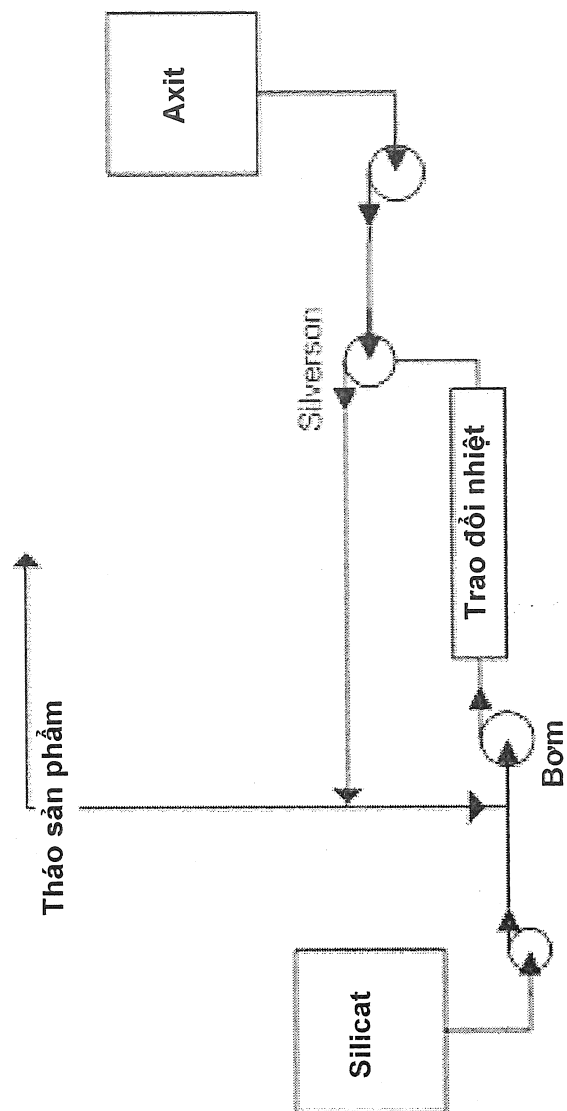


FIG. 4

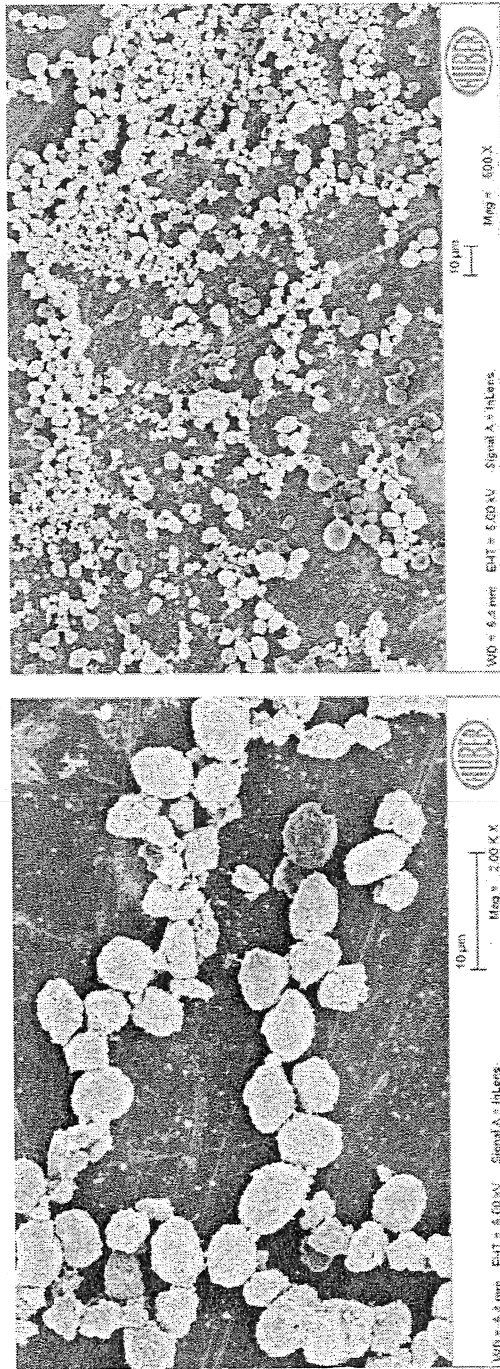


FIG. 5

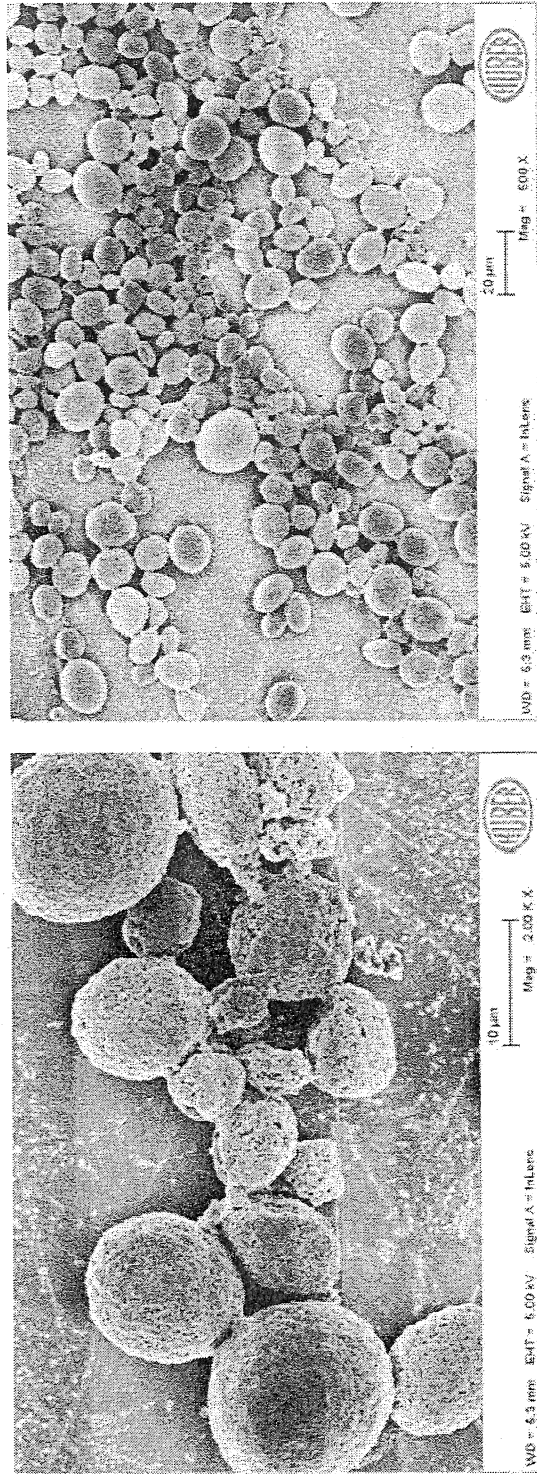
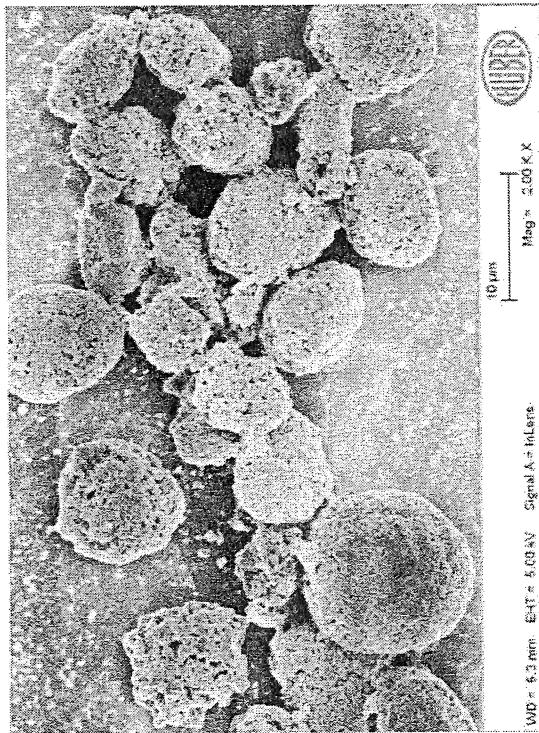
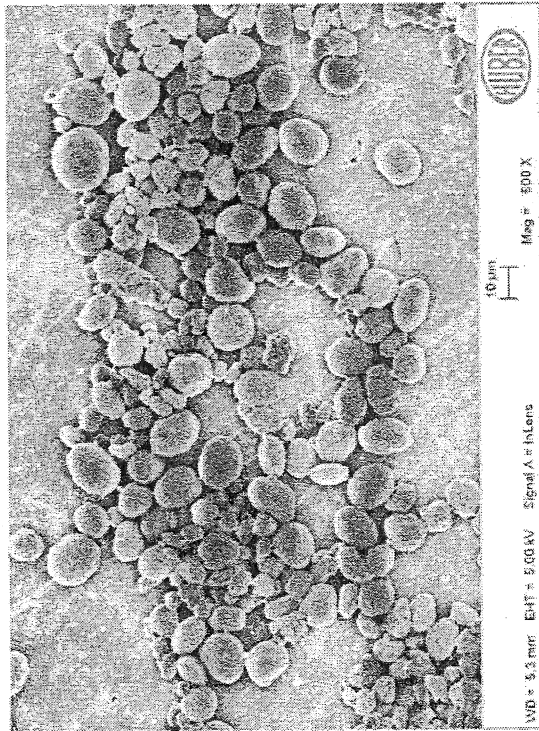


FIG. 6



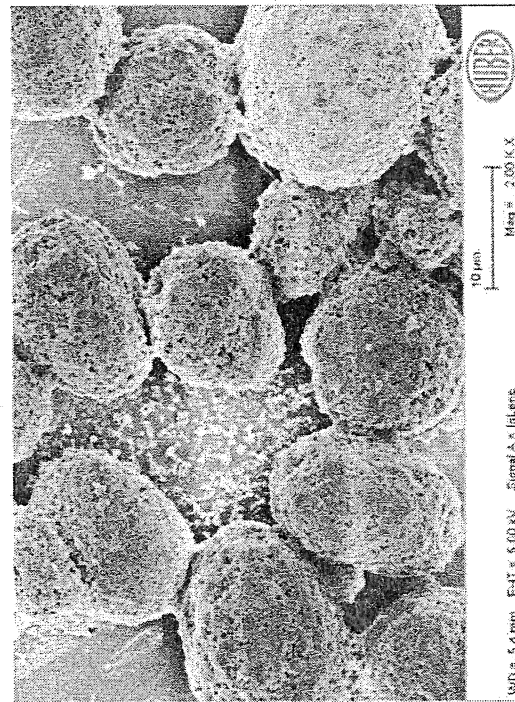
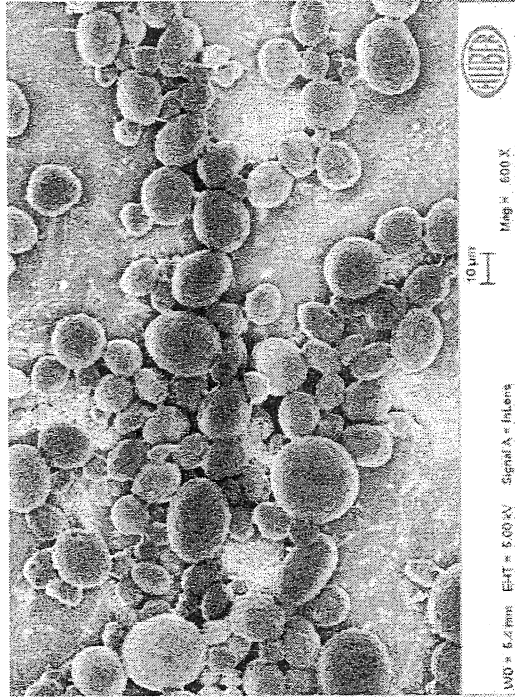


FIG. 7

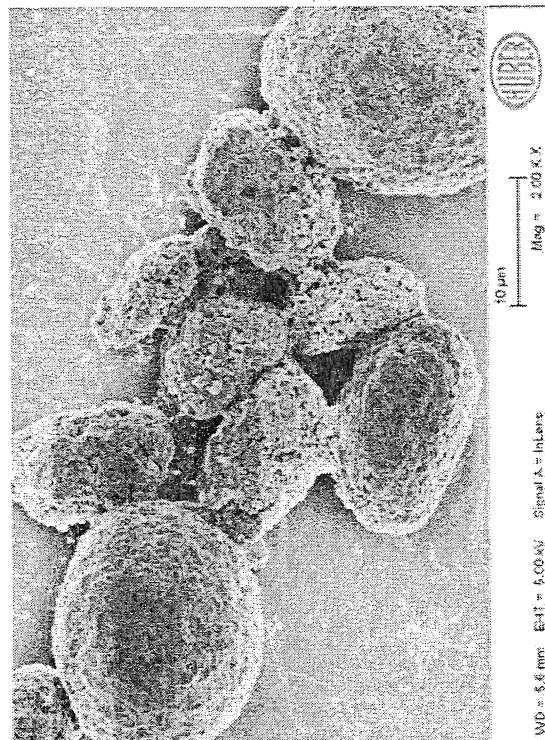
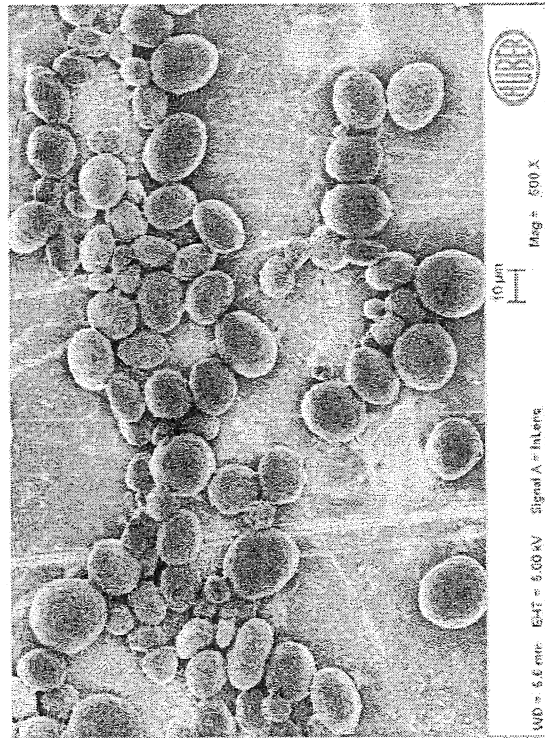


FIG. 8

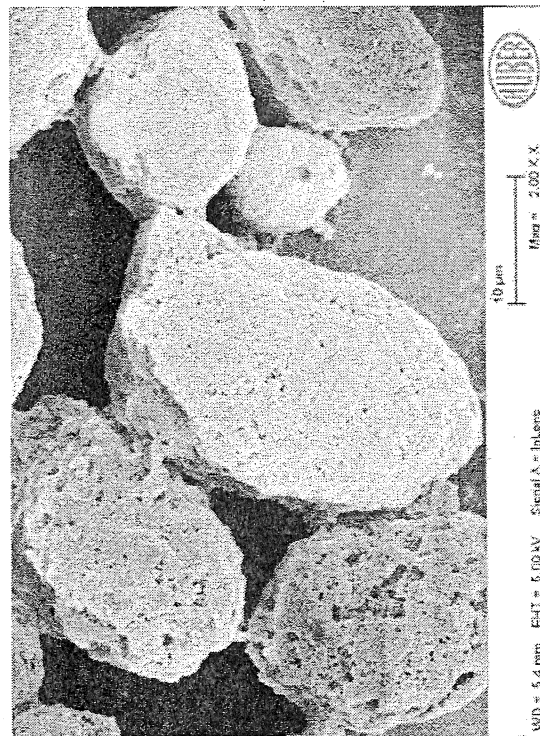
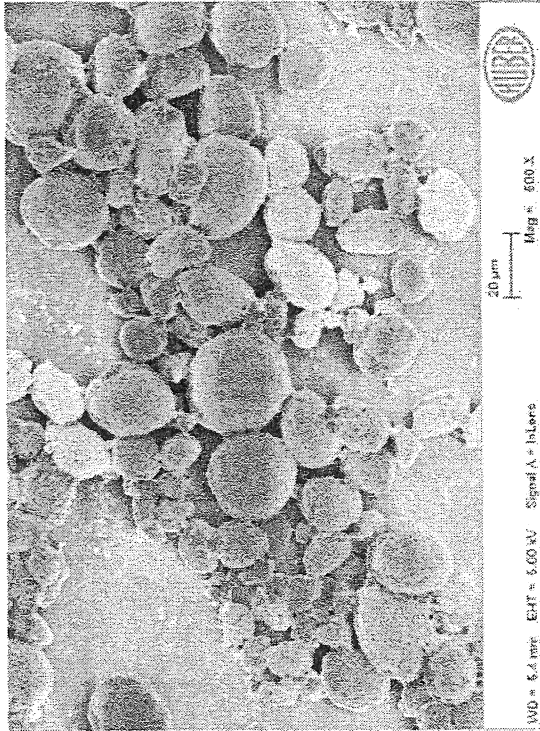


FIG. 9

FIG. 10

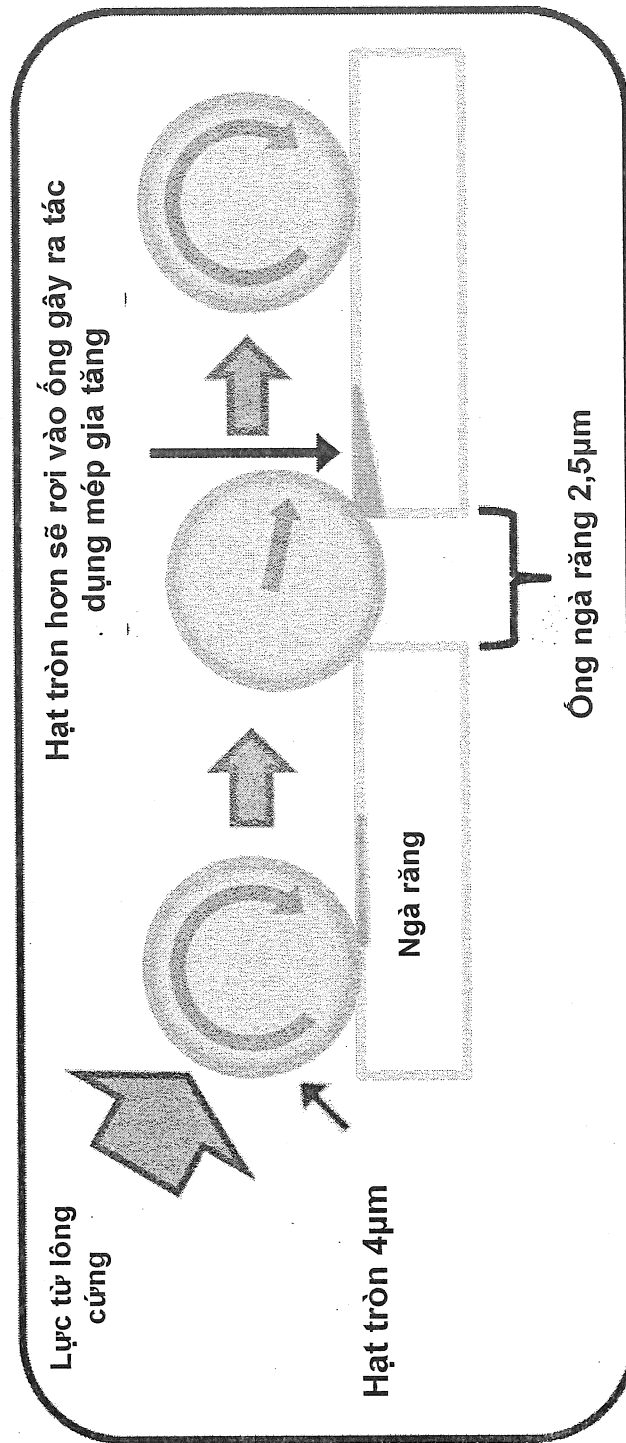


FIG. 11

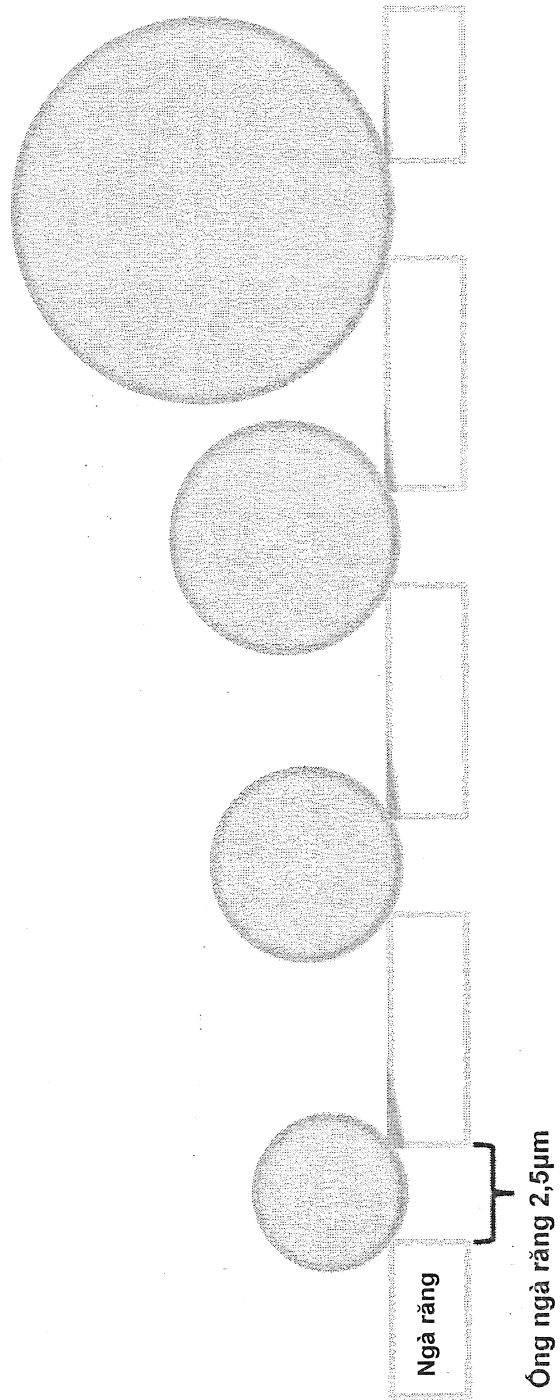


FIG. 12

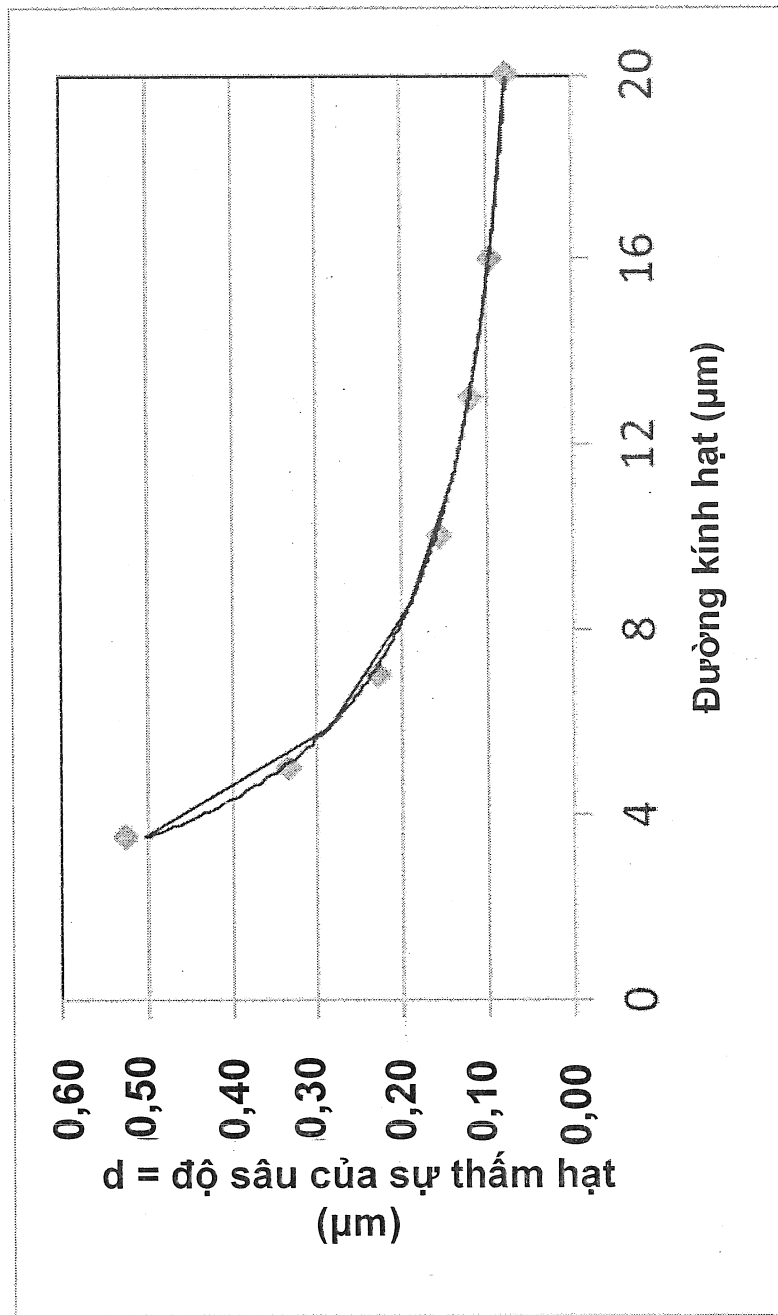


FIG. 13

