



(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



1-0048003

(51)^{2020.01} A61Q 11/02; C01B 33/193; C01B 33/18; (13) B
A61K 8/00

(21) 1-2020-01619

(22) 24/08/2018

(86) PCT/EP2018/072875 24/08/2018

(87) WO2019/042887 07/03/2019

(30) 62/550,725 28/08/2017 US

(45) 25/06/2025 447

(43) 27/07/2020 388A

(73) EVONIK OPERATIONS GMBH (DE)

Rellinghauser Straße 1-11, 45128 Essen, Germany

(72) CORNELIUS, John M. (US); HAGAR, William J. (US); GALLIS, Karl W. (US);
NASSIVERA, Terry W. (US).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) HẠT SILIC OXIT HÌNH CẦU ĐỂ BÍT ỐNG NHỎ

(21) 1-2020-01619

(57) Sáng chế đề cập đến hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có cỡ hạt trung vị d_{50} nằm trong khoảng từ 1 đến $5\mu\text{m}$, cỡ hạt d_{95} nhỏ hơn $8\mu\text{m}$, mức hấp thụ dầu trong khoảng từ 40 đến $100\text{cc}/100\text{g}$, mật độ đóng gói trong khoảng từ 20 đến $60\text{lb}/\text{ft}^3$, và hệ số cầu (S_{80}) ít nhất là 0,9, cũng như phương pháp để tạo ra các hạt hình cầu này, và chế phẩm kem đánh răng chứa các hạt hình cầu.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có cỡ hạt trung vị d_{50} nằm trong khoảng từ 1 đến $5\mu\text{m}$, cỡ hạt d_{95} nhỏ hơn $8\mu\text{m}$, độ hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 40 đến 100cc/100g, mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 20 đến 60lb/ft³, và hệ số cầu (S_{80}) ít nhất là 0,9, cũng như phương pháp để tạo ra các hạt hình cầu này, và chế phẩm kem đánh răng chứa các hạt hình cầu này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhạy cảm răng là một vấn đề phổ biến với nhiều người và ngày càng phổ biến trong dân số già. Tình trạng này xảy ra khi lớp men bảo vệ trên răng và/hoặc nướu bị thoái hóa và lộ ra lớp ngà răng. Ngà răng là một vật liệu khoáng hóa ít hơn nhiều bao gồm cả khoáng chất (hydroxyl apatit) và hàm lượng hữu cơ (colagen). Lớp ngà răng cũng xốp, với các ống tròn kéo dài từ chân răng ra ngoài và cho phép chuyển các chất dinh dưỡng đến các bộ phận khác nhau của răng. Khi các ống này tiếp xúc với các kích thích bên ngoài, chẳng hạn như nóng, lạnh hoặc polysacarit, người ta cho rằng chất lỏng trong ống thay đổi áp lực (do giãn nở/co lại) và gây đau liên quan đến răng nhạy cảm. Kali nitrat thường được thêm vào các chế phẩm kem đánh răng nhạy cảm để hoạt động như một chất ngăn chặn thần kinh, trong đó các ion kali can thiệp vào khả năng của răng để gửi tín hiệu đau đến não. Các điều kiện chịu trách nhiệm cho tình trạng đau vẫn còn; tuy nhiên, không còn cảm thấy cơn đau sau khi nồng độ các ion kali đủ được tích tụ trong vùng này. Vì người ta khuyên dùng kem đánh răng kali nitrat không được sử dụng trong thời gian hơn hai tuần liên tục, các chất giảm độ nhạy khác thường được sử dụng một mình hoặc kết hợp với kali nitrat. Các tác nhân tái khoáng hóa, thúc đẩy sự hình thành hydroxyl apatit mới thông qua sự kết tủa của các ion canxi và photphat hòa tan sữa chữa bề mặt men, có thể được sử dụng (ví dụ, vật liệu loại Novamin-bioglass). Những vật liệu này đưa ra một thách thức duy nhất về công thức

vì các thành phần thường cần được tách riêng trước khi sử dụng (công thức ống kép hoặc ky nước) và chúng thường không tương thích với natri florua (ion Ca).

Kỹ thuật bít ống, trong đó một sự ngăn chặn vật lý của ống bằng một hạt diến ra, cũng có thể được sử dụng. Một số hạt silic oxit có thể bít ống, và ái lực của chúng đối với hydroxyapatit có thể được cải biến bằng việc bổ sung vật liệu phụ gia. Thông thường, các hạt silic oxit phải được nghiền không khí để đạt được sự phân bố kích thước hạt thích hợp cần thiết để phù hợp với ống (ví dụ: 2-3 μ m). Việc bổ sung các vật liệu silic oxit này có thể được sử dụng để bít ống, nhưng các vật liệu này tạo ra sự hình thành nhót đáng kể - hoạt động như một silic oxit đặc - và không tạo ra khả năng làm sạch đáng kể. Silic oxit cấu trúc thấp hơn có thể được sử dụng, nhưng các vấn đề với quá trình nghiền, chẳng hạn như mức độ sáng thấp hơn và ô nhiễm kim loại dạng vết (từ nghiền) có thể dẫn đến các thuộc tính không được chấp nhận. Bản chất mài mòn của các vật liệu này đối với men răng (được đo bằng REA) có thể có xu hướng loại bỏ hydroxyapatit vô định hình khi men mới đang hình thành.

Do đó, sẽ có lợi khi tạo ra vật liệu silic oxit với hiệu suất làm bít ống được cải thiện, nhưng vẫn duy trì hiệu suất làm sạch trong chế phẩm kem đánh răng. 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 oxit và/hoặc silicat mà có thể được sử dụng để làm bít ống. Theo một khía cạnh của sáng chế, hạt silic oxit và/hoặc silicat này có thể có (i) cỡ hạt trung vị d₅₀ nằm trong khoảng từ 1 đến 5 μ m, (ii) cỡ hạt d₉₅ nhỏ hơn hoặc bằng 8 μ m, (iii) mức hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 40 đến 100cc/100g, (iv) mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 0,320 đến 0,961g/cm³, và (v) hệ số cầu (S_{80}) là lớn hơn hoặc bằng 0,9. Các hạt silic oxit và/hoặc silicat này có hình dạng hay hình thái học hình cầu, và có thể được tạo ra bằng cách sử dụng quá trình phản ứng vòng liên tục.

Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu, thường với lượng nằm trong khoảng từ 0,5-50% trọng lượng, và phương pháp sử dụng hạt silic oxit và/hoặc silicat này và chế phẩm chứa nó.

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 hình ảnh kính hiển vi quét điện tử của silic oxit theo Ví dụ 2A.

Fig. 2A-2E là ảnh minh họa quá trình chuẩn bị và cắt răng .

Fig. 3 là hình ảnh kính hiển vi quang học của một phần răng được tạo khuôn.

Fig. 4 là hình ảnh kính hiển vi quang học của một phần răng được tạo khuôn sau khi đánh răng bằng chế phẩm thuốc đánh răng theo Ví dụ 2B.

Fig. 5 là hình ảnh kính hiển vi quét điện tử của một phần răng được tạo khuôn sau khi đánh răng bằng chế phẩm thuốc đánh răng theo Ví dụ 2B.

Fig. 6A-6C là hình ảnh ánh xạ EDS của bề mặt ngà răng sau khi đánh răng bằng chế phẩm thuốc đánh răng theo Ví dụ 2B.

Fig. 7 là hình ảnh kính hiển vi quét điện tử của một phần răng được gắn sau khi đánh răng bằng chế phẩm thuốc đánh răng theo Ví dụ 1B.

Fig. 8 là hình ảnh ánh xạ EDS của bề mặt ngà răng sau khi đánh răng bằng chế phẩm thuốc đánh răng theo Ví dụ 1B.

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 khoảng được mô tả trong sáng chế này. Khi một khoảng 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 oxit và/hoặc silicat 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.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập chung đến hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu mà có thể được đặc trưng bởi (i) cỡ hạt trung vị d_{50} nằm trong khoảng từ 1 đến $5\mu\text{m}$, (ii) cỡ hạt d_{95} nhỏ hơn hoặc bằng $8\mu\text{m}$, (iii) mức hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 40 đến 100cc/100g, (iv) mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 0,320 đến $0,961\text{g/cm}^3$, và (v) hệ số cầu (S_{80}) là lớn hơn hoặc bằng 0,9.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp tạo ra các hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu này, chế phẩm kem đánh răng chứa các hạt hình cầu, và phương pháp điều trị bằng cách sử dụng các hạt hình cầu và chế phẩm kem đánh.

HẠT SILIC OXIT VÀ/HOẶC SILICAT HÌNH CẦU

Theo các khía cạnh của sáng chế, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có khả năng làm bít ống được cải thiện có thể có các đặc tính sau đây: (i) cỡ hạt trung vị d_{50} nằm trong khoảng từ 1 đến $5\mu\text{m}$, (ii) cỡ hạt d_{95} nhỏ hơn hoặc bằng $8\mu\text{m}$, (iii) mức hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 40 đến 100cc/100g, (iv) mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 0,320 đến $0,961\text{g/cm}^3$, và (v) hệ số cầu (S_{80}) là lớn hơn hoặc bằng 0,9. Theo khía cạnh khác, hạt silic oxit và/hoặc silicat 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 oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể có cỡ hạt trung bình tương đối nhỏ. Thông thường, cỡ hạt trung vị (d_{50}) và/hoặc cỡ hạt trung bình có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 5, từ 1 đến 4,5, từ 1 đến 4, từ 1,5 đến 5, từ 1,5 đến 4,5, hoặc từ 1,5 đến $4\mu\text{m}$, và các khoảng tương tự khác. Theo một số khía cạnh, cỡ hạt trung vị (d_{50}) và/hoặc cỡ hạt trung bình có thể nằm trong khoảng từ 2 đến 5, từ 2 đến 4,5, từ 2 đến 4, hoặc từ 2,5 đến $3,8\mu\text{m}$. Các khoảng thích hợp khác cho cỡ hạt trung bình và cỡ hạt trung vị có thể dễ dàng nhận thấy từ bản mô tả của sáng chế này.

Theo một khía cạnh, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể có sự phân bố cỡ hạt hẹp hơn, như được phản ánh bằng cỡ hạt d_{95} . Thông thường, cỡ hạt d_{95} có thể

là nhỏ hơn hoặc bằng $8\mu\text{m}$, nhỏ hơn hoặc bằng $7,5\mu\text{m}$, nhỏ hơn hoặc bằng $7\mu\text{m}$, nhỏ hơn hoặc bằng $6,5\mu\text{m}$, nhỏ hơn hoặc bằng $6\mu\text{m}$, hoặc nhỏ hơn hoặc bằng $5,5\mu\text{m}$. Sự phân bố cỡ hạt hẹp còn có thể được phản ánh ở phần trăm trọng lượng của dư lượng 325 mesh (lượng còn lại trong rây 325 mesh), mà thường có thể là nhỏ hơn hoặc bằng 0,9% trọng lượng. Theo một số khía cạnh, dư lượng 325 mesh có thể là nhỏ hơn hoặc bằng 0,7% trọng lượng, nhỏ hơn hoặc bằng 0,5% trọng lượng, nhỏ hơn hoặc bằng 0,3% trọng lượng, nhỏ hơn hoặc bằng 0,2% trọng lượng, hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 0,1% trọng lượng. Phạm vi thích hợp khác cho cỡ hạt d₉₅ và dư lượng 325 mesh có thể dễ dàng thấy được trong bản mô tả sáng chế này.

Nói chung, hạt silic oxit và/hoặc silicat có thể có mức hấp thụ dầu tương đối thấp, thường nằm trong khoảng từ 40 đến 100cc/100g, hoặc từ 45 đến 90cc/100g, theo một số khía cạnh của sáng chế. Theo khía cạnh khác, mức hấp thụ dầu có thể nằm trong khoảng từ 50 đến 85cc/100g, hoặc từ 60 đến 80cc/100g. Các khoảng thích hợp khác đối với mức hấp thụ dầu là dễ dàng thấy được trong bản mô tả sáng chế này.

Trong khi không bị giới hạn ở đây, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể có mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ $0,320$ đến $0,961\text{g/cm}^3$, theo một khía cạnh của sáng chế. Theo khía cạnh khác, mật độ đóng gói có thể nằm trong khoảng từ $0,401$ đến $0,881\text{g/cm}^3$, từ $0,401$ đến $0,801\text{g/cm}^3$, hoặc từ $0,481$ đến $0,801\text{g/cm}^3$. Theo khía cạnh khác nữa, mật độ đóng gói có thể nằm trong khoảng từ $0,561$ đến $0,721\text{g/cm}^3$. Các khoảng thích hợp khác đối với mật độ đóng gói là dễ dàng thấy được trong bản mô tả sáng chế này.

Độ cầu của hạt silic oxit và/hoặc silicat 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, hoặc lớn hơn hoặc bằng 0,9. Hệ số cầu (S_{80}) được xác định như sau. Hình ảnh SEM của mẫu hạt silic oxit và/hoặc silicat được khuếch đại 20.000 lần, đại diện cho mẫu hạt silic oxit và/hoặc silicat, 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, $\text{Độ cầu} = (\text{chu vi})^2 / (4\pi \times \text{diện tích})$, 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 oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể có hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng 0,85, hoặc lớn hơn hoặc bằng 0,88, trong khi theo khía cạnh khác, hệ số cầu (S_{80}) có thể là lớn hơn hoặc bằng 0,9. Theo khía cạnh khác nữa, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể được đặc trưng bởi hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng 0,92, và theo khía cạnh khác nữa, hạt silic oxit và/hoặc silicat có thể được đặc trưng bởi hệ số cầu (S_{80}) lớn hơn hoặc bằng 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 oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể có diện tích bề mặt thích hợp bất kỳ, thường là diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 25 đến 100m²/g. Thông thường, diện tích bề mặt BET có thể nằm trong khoảng từ 35 đến 95, từ 40 đến 90, hoặc từ 45 đến 95m²/g. Theo khía cạnh khác, diện tích bề mặt BET có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 100, từ 20 đến 80, từ 50 đến 100, từ 60 đến 100, từ 40 đến 85, từ 50 đến 80, hoặc từ 55 đến 80m²/g, và khoảng tương tự khác. Khoảng thích hợp khác đối với diện tích bề mặt BET là dễ dàng thấy được trong bản mô tả sáng chế này.

Ngoài ra, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể ít bị mài mòn hơn, như được phản ánh bởi hệ số mài mòn Einlehner nằm trong khoảng từ 1 đến khoảng 15mg

bị hao mòn/100.000 vòng quay. Chẳng hạn, hệ số mài mòn Einlehner có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 10; theo cách khác, từ khoảng 2 đến 12; hoặc cách khác, từ khoảng 2 đến 7mg bị hao mòn/100.000 vòng quay. Khoảng thích hợp khác đối với hệ số mài mòn Einlehner là dễ dàng thấy được trong bản mô tả sáng chế này.

Theo khía cạnh khác, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể có mức hấp thụ nước tương đối thấp. Ví dụ, mức hấp thụ nước có thể nằm trong khoảng từ 55 đến 115cc/100g, từ 70 đến 100cc/100g, hoặc từ 65 đến 90cc/100g. Khoảng thích hợp khác đối với mức hấp thụ nước là dễ dàng thấy được trong bản mô tả sáng chế này.

Theo khía cạnh này và các khía cạnh khác, bất kỳ hạt silic oxit và/hoặc silicat 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 oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể chứa các hạt silic oxit và/hoặc silicat được kết tủa theo khía cạnh cụ thể của sáng chế, mà không bị giới hạn ở đây.

Theo một khía cạnh của sáng chế, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể chứa các hạt silicat, trong khi theo khía cạnh khác, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể chứa cả các hạt silicat, và theo khía cạnh khác nữa, hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu có thể chứa cả hai hạt silic oxit và hạt silicat (ví dụ, hỗn hợp các hạt silic oxit và silicat). Khi các hạt hình cầu chứa các hạt silicat, có thể sử dụng bất kỳ vật liệu silicat thích hợp nào, các ví dụ không giới hạn có thể bao gồm hạt canxi silicat, hạt magie silicat, natri hạt nhôm-silicat (hoặc nhôm-silicat kim loại kiềm khác), hạt natri magie hạt nhôm-silicat (hoặc các loại khác nhôm-silicat kim loại kiềm được biến đổi bằng kim loại kiềm thổ khác), và các loại khác tương tự, cũng như hỗn hợp của chúng

QUY TRÌNH TẠO RA CÁC HẠT HÌNH CẦU

Hạt silic oxit và/hoặc silicat 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 lặp liên tục có thể được sử dụng để tạo thành hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu. Quá trình 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 khoáng và silicat kim loại kiềm vào vùng phản ứng vòng gồm một dòng môi trường lỏng, trong đó ít nhất là một phần axit khoáng và silicat kim loại kiềm phản ứng để tạo thành sản phẩm silic oxit (ví dụ, hạt silic oxit và/hoặc silicat) 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 oxit. Thông thường, vị trí nạp của axit khoáng 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 oxit. Tất cả hoặc hầu hết lượng chất trong vùng phản ứng vòng lặp được tuần hoàn, ví dụ, với tốc độ nằm trong khoảng từ khoảng 50% thể tích mỗi phút (tốc độ tuần hoàn, mỗi phút, bằng một nửa tổng thể tích của các chất bên trong) đến khoảng 1000% thể tích mỗi phút (tốc độ tuần hoàn, mỗi phút, gấp mười lần tổng thể tích của các chất bên trong), hoặc từ khoảng 75% thể tích mỗi phút đến khoảng 500% thể tích mỗi phút.

CHẾ PHẨM KEM ĐÁNH RĂNG

Hạt silic oxit và/hoặc silicat 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 oxit và/hoặc silicat 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 oxit và/hoặc silicat thích hợp nào, chẳng hạn như từ 0,5 đến 50% trọng lượng, từ 1 đến 50% trọng lượng, từ 5 đến 35% trọng lượng, từ 10 đến 40% trọng lượng, hoặc từ 10 đến 30% trọng lượng, của hạt silic oxit và/hoặc silicat 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 oxit và/hoặc silicat, 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 cànghóa, chất làm đặc không phải hạt silic oxit và/hoặc silicat, chất hoạt động bề mặt, chất bào mòn không phải hạt silic oxit 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.

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 khoảng 70% trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 5 đến 35% trọng lượng, 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 oxit; tinh bột; glyxerit của tinh bột; gôm như gôm karaya (gôm sterculia), gôm tragacan, gôm arabic, gôm ghatti, gôm acaxia, gôm 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 oxit hữu ích để sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng, ví dụ, bao gồm, làm một ví dụ không giới hạn, một silic oxit kết tủa vô định hình như silic oxit ZEODENT 165. Các chất làm đặc silic oxit không giới hạn khác bao gồm ZEODENT 153, 163 và/hoặc 167 và ZEOFREE 177 và/hoặc sản phẩm silic oxit 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, stearoyl 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, hoặc từ 0,3 đến 2,5% trọng lượng.

Các hạt hạt silic oxit và/hoặc silicat 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 oxit kết tủa, silic oxit 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 càn 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.

PHƯƠNG PHÁP SỬ DỤNG

Hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu bất kỳ và chế phẩm bất kỳ được mô tả ở đây có thể được sử dụng trong phương pháp điều trị. Ví dụ, phương pháp làm giảm độ nhạy răng phù hợp với sáng chế này có thể bao gồm việc tiếp xúc với hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu bất kỳ (hoặc bất kỳ chế phẩm nào) được bộc lộ ở đây với bề mặt của răng động vật có vú. Do đó, hạt silic oxit và/hoặc silicat (hoặc chế phẩm) có thể được áp dụng hoặc chuyển đến bề mặt của răng động vật có vú thông qua đánh

răng hoặc bất kỳ kỹ thuật phù hợp nào khác. Lượng thích hợp bất kỳ của hạt silic oxit và/hoặc silicat (hoặc chế phẩm) có thể được sử dụng, và trong khoảng thời gian thích hợp bất kỳ.

Theo khía cạnh khác, phương pháp để làm bít ống ngà trong bề mặt răng của động vật có vú phù hợp với sáng chế này có thể bao gồm việc tiếp xúc với hạt silic oxit và/hoặc silicat hình cầu bất kỳ (hoặc chế phẩm bất kỳ) được tiết lộ ở đây với bề mặt của răng động vật có vú. Như nêu trên, lượng phù hợp bất kỳ của hạt silic oxit và/hoặc silicat (hoặc chế phẩm) có thể được áp dụng hoặc chuyển đến bề mặt của răng động vật có vú thông qua đánh răng hoặc bất kỳ kỹ thuật phù hợp nào khác, và trong khoảng thời gian thích hợp bất kỳ.

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 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 (xetyltrimetylamoni bromua) trên bề mặt silic oxit, 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 oxit và/hoặc silicat được đặt vào cốc mở 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 mở 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 vị (d_{50}) 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 vị (d_{50}), cỡ hạt trung bình (trung bình) và d_{95} 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.

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 oxit 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 oxit 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/mát/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 độ hấp thụ mô-men xoắn Absorptometer “C” của C.W. Brabender Instruments, Inc. Khoảng 1/3 cốc chứa mẫu silic oxit 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:

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

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

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 oxit 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.

VÍ DỤ 1A

Hạt silic oxit không đồng đều

Bảng I tóm tắt một số đặc tính của vật liệu silic oxit so sánh 1A, trong đó có hình thái hạt không đều và không phải hình cầu. Ví dụ 1A là vật liệu silic oxit thông thường có sẵn ở quy mô công nghiệp từ Huber Engineered Materials.

VÍ DỤ 2A

Hạt silic oxit hình cầu

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 oxit theo Ví dụ 2A, có hình thái hình cầu và phân bố kích thước hạt chặt chẽ hơn (ví dụ, ít dư lượng 325 mesh trong sản phẩm silic oxit cuối cùng). Không có bước nghiền nào được sử dụng.

Đối với Ví dụ 2A, 1,5kg silic oxit kết tủa, 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 83°C với vòng tuần hoàn tại 80 lít/phút bằng Silverson hoạt động ở 60Hz (3485 RPM). Natri silicat (3,32MR, 13,3%) và axit sunfuric (11,4%) được thêm đồng thời vào vòng lặp với tốc độ silicat là 2,1 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 oxit 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 oxit 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 oxit 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 oxit được tạo ra trong Ví dụ 2A, so với các tính chất tương ứng trong Ví dụ 1A. Hạt của Ví dụ 2A có cỡ hạt trung vị d50 là 3,1 μ m, cỡ hạt d95 là 6,0 μ m, mức hấp thụ dầu là 68cc/100g, và mật độ đóng

gói là $0,641\text{g/cm}^3$. Fig. 1 đại diện là hình ảnh SEM thể hiện sự phân bố cỡ hạt hẹp và hình thái hạt hình cầu của Ví dụ 2A. Hệ số cầu (S_{80}) đối với Ví dụ 2A lớn hơn 0,9.

VÍ DỤ 1B-2B

Chế phẩm kem đánh răng và thử nghiệm làm bút ống

Mẫu silic oxit của các Ví dụ 1A-2A được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng 1B-2B như được tóm tắt trong Bảng II. Do mật độ rót của silic oxit hình cầu $3,1\mu\text{m}$ theo Ví dụ 2A là khoảng 6 lần theo Ví dụ 1A, silic oxit hình cầu bổ sung được thêm vào chế phẩm 2B để giữ số lượng hạt silic oxit trong chế phẩm gần bằng nhau (5% trọng lượng của silic oxit hình cầu $3,1\mu\text{m}$ trong Ví dụ 2B so với 0,8% khối lượng của silic oxit theo Ví dụ 1A trong Ví dụ 1B).

Đối với thử nghiệm làm bút ống, răng cửa của bò được lấy từ một lò mổ địa phương. Răng được rửa trong nước và khử trùng trong nồi hấp, sau đó được rửa bằng nước để loại bỏ bất kỳ mô còn lại, và được bảo quản trong rượu isopropylic.

Fig. 2A cho thấy một răng cửa bò trước khi cắt. Bề mặt răng cửa đã được loại bỏ bằng bánh xe cắt kim cương trên dụng cụ Drillac (Fig. 2B). Việc cắt được thực hiện bằng cách đầu tiên cắt các bề mặt gần (Fig. 2C) và sau đó răng còn lại được cắt theo chiều dọc từ bề mặt gần về phía chân răng, giữ song song với bề mặt mép của răng (Fig. 2D). Cuối cùng, phần răng đã được loại bỏ bằng cách cắt bề mặt mép sao cho nó phù hợp với việc cắt theo chiều dọc (Fig. 2E).

Phần răng được đặt phía men vào khuôn Teflon kích thước $\frac{3}{4}'' \times \frac{1}{2}'' \times \frac{1}{2}''$. Nhựa metacrylat (Yates Motloid, Chicago, IL) được trộn và đổ vào khuôn có chứa phần răng, và được đóng rắn trong 35 phút. Chiếc răng nhúng trong nhựa được gỡ bỏ và sau đó được đánh bóng trên máy đánh bóng Unipol-810 Precision Lapping Polishing Machine (MTI Corporation of Richmond, CA) bằng bánh xe kim cương 2.000 grit ở tốc độ 150 vòng/phút.

Bước đánh bóng được thực hiện cho đến khi các ống ngà được tiếp xúc. Các phần được đánh bóng sau đó được đưa vào dung dịch axit lactic 50mM chứa axit polyacrylic 0,1% trọng lượng trong 30 phút (như được mô tả trong tài liệu Karlinsky, et. Al., Journal of Dentistry and Oral Hygiene, Vol. 3 (2) pp. 22-29, February 2011) để loại bỏ chất hữu cơ, và để khử khoáng bề mặt ngà răng. Sau khi rửa axit, các mẫu được rửa bằng nước khử ion trong 20 giây để loại bỏ axit dư, sau đó sấy khô qua đêm ở nhiệt độ môi trường. Sau khi các phần răng đã được tạo khuôn hoàn toàn khô, chúng được dán nhãn và chụp ảnh ở độ phân giải 100x bằng kính hiển vi quang học (xem Fig. 3 đại diện). Các phần răng đã được tạo khuôn được đặt vào giá đỡ UHMW Delrin và Máy kiểm tra mài mòn Byk Gardner Model 5400 được sử dụng cho các nghiên cứu đánh răng. Máy thử mài mòn đã được cải biến để chấp nhận bàn chải đánh răng Oral-B.

Đầu tiên, silic oxit hình cầu 3,1 μ m theo Ví dụ 2A được đánh giá. Chế phẩm kem đánh răng theo Ví dụ 2B đã được pha loãng cho các nghiên cứu đánh răng với tỷ lệ 1:3 trong dung dịch chứa 1% trọng lượng glycerin và 0,1% trọng lượng Cekol 2000 (C.P. Kelco, Atlanta, GA). Dung dịch kem đánh răng được trộn trong 2 phút bằng máy trộn cắt cao Silverson model L4RT-A. Máy đánh răng được bật và dung dịch kem đánh răng được bơm qua các phần răng với tốc độ 15 ml/phút bằng bơm nhu động Masterflex. Việc đánh răng chấm dứt sau 300 lần chải, và các phần răng được rửa sạch bằng nước khử ion trong 20 giây để loại bỏ kem đánh răng còn sót lại. Sau khi làm khô ở nhiệt độ môi trường xung quanh qua đêm, các bức ảnh được chụp bằng kính hiển vi quang học ở độ phóng đại 100 lần (xem Fig. 4 đại diện) để xác định tác động của việc đánh răng bằng chế phẩm thuốc đánh răng (Ví dụ 2B) chứa hạt silic oxit hình cầu 3,1 μ m (Ví dụ 2A).

Từ Fig. 4, người ta đã bất ngờ phát hiện ra rằng các hạt silic oxit hình cầu 3,1 μ m nằm trong ống ngà răng - xem các vùng màu trắng của hình ảnh. Fig. 5 là hình ảnh SEM của cùng một ngà răng như được thấy trong Fig. 3-4 sau khi đánh răng bằng chế phẩm kem đánh răng 2B, trong đó chứa silic oxit hình cầu 3,1 μ m. Trong hình ảnh

vi mô SEM của Fig. 5, người ta đã bắt ngờ quan sát thấy rằng phần lớn các ống bị bít bằng các hạt silic oxit hình cầu $3,1\mu\text{m}$.

Fig. 6A-6C minh họa ảnh xạ EDS (Electron Dispersive Spectroscopy: Quang phổ tán sắc điện tử, Oxford Instruments Inca với Penta FET) của bề mặt ngà răng sau khi đánh răng bằng chế phẩm kem đánh răng 2B, chứa silic oxit hình cầu $3,1\mu\text{m}$ (Ví dụ 2A). Trong Fig. 6A (phospho) và Fig. 6B (canxi), các chấm đen đại diện cho các ống trong đó phospho và canxi lần lượt không có mặt. Trong Fig. 6C, các chấm trắng chỉ ra rằng silic (từ silic oxit hình cầu $3,1\mu\text{m}$) hiện đang cư trú trong các ống.

Để so sánh, chế phẩm kem đánh răng 1B, trong đó chứa silica silic oxit $3,3\mu\text{m}$ theo Ví dụ 1A - với hình thái hạt không phsit hình cầu và không đều - được đánh giá theo cách tương tự như chế phẩm kem đánh răng 2B. Ví dụ 1A là một sản phẩm silic oxit hạt mịn đã được chứng minh trước đây để làm bít ống ngà trong một số trường hợp.

Fig. 7 là hình ảnh SEM của ngà răng sau khi đánh răng bằng chế phẩm kem đánh răng 1B, chứa silic oxit $3,3\mu\text{m}$ không phải hình cầu và hình dạng không đều. Ngược lại với ảnh chụp từ kính hiển vi SEM của Fig. 5, người ta đã quan sát thấy rằng ít hơn nhiều ống đã bị bít bằng các hạt silic oxit theo Ví dụ 1A, mặc dù có cùng số lượng hạt silic oxit có trong cả hai chế phẩm kem đánh răng. Rõ ràng, chế phẩm kem đánh răng 1B dẫn đến bít ống tối thiểu, và không hiệu quả như chế phẩm kem đánh răng 2B.

Ảnh xạ EDS trong Fig. 8 cũng cho thấy sự bít ống ít hiệu quả của chế phẩm 1B, trong đó các chấm trắng cho thấy sự hiện diện của silic (so với Fig. 6C). Hơn nữa, sự phân bố cỡ hạt rộng hơn của silic oxit của Ví dụ 1A được thể hiện rõ trong các Fig. 7-8, trái ngược với phân bố cỡ hạt hẹp của Ví dụ 2A.

Tóm lại, các kết quả chỉ ra rằng chế phẩm kem đánh răng 2B (chứa các hạt silic oxit hình cầu $3,1\mu\text{m}$ theo Ví dụ 2A), đáng ngạc nhiên, là có nhiều khả năng làm bít các ống ngà răng sau khi đánh răng. Mặc dù không bị ràng buộc bởi lý thuyết,

người ta tin rằng cỡ hạt nhỏ, phân bố cỡ hạt hẹp và hình thái hạt hình cầu cao của các hạt silic oxit là những yếu tố quan trọng dẫn đến sự gia tăng tình trạng bít ống. Ngược lại, chế phẩm kem đánh răng 1B (chứa hạt silic oxit không phải hình cầu và hình dạng không đều $3,3\mu\text{m}$ theo Ví dụ 1A) gần như không hiệu quả khi làm bít ống, có thể do tính chất không hình cầu (chốt vuông trong một lỗ tròn tương tự) và phân bố cỡ hạt rộng hơn (tỷ lệ phần trăm lớn hơn của cỡ hạt lớn). Hơn nữa, silic oxit của Ví dụ 2A có thể tạo ra hiệu suất làm sạch vượt trội so với silic oxit theo Ví dụ 1A, ít nhất là do Độ hấp thụ dầu thấp hơn và các đặc tính mật độ đóng gói và mật độ rớt cao hơn.

Bảng I. Ví dụ 1A-2A

Ví dụ	1A	2A
Einlehner (mg tổn hao/100,000 rev)	0,6	3,7
Diện tích bề mặt BET (m ² /g)	94	67
Diện tích bề mặt CTAB (m ² /g)	79	54
Hấp thụ dầu (cc/100g)	227	68
Hấp thụ nước AbC (cc/100g)	263	82
5% pH	7,7	7,8
Hàm lượng ẩm (%)	6,9	1,33
Cỡ hạt trung vị (µm)	3,3	3,1
Cỡ hạt trung bình (µm)	3,6	3,4
Dư lượng 325 mesh trọng lượng (%)	< 0,1	< 0,1
Natri Sulfat (%)	0,69	0,51
Mật độ rót (g/cm ³)	0,079	0,441
Mật độ đóng gói (g/cm ³)	0,111	0,641

Bảng II. Ví dụ 1B-2B – Chế phẩm kem đánh răng (tất cả các giá trị đều ở % trọng lượng)

	1B	2B
Sorbitol, 70,0%	64,290	60,790
Nước khử ion	13,567	12,867
PEG-12	3,000	3,000
Cekol® 2000	0,400	0,400
Natri Saccharin	0,200	0,200
Natri Florua	0,243	0,243
Chất làm đặc		
Zeodent® 165	7,500	7,500
Silic oxit theo Ví dụ 2A		5,000
Silic oxit theo Ví dụ 1A	0,800	
Chất mài mòn		
Zeodent® 120	10,000	10,000
Tổng	100,000	100,000

Yêu cầu bảo hộ

1. Hạt silic oxit và/hoặc silicat khác biệt ở chỗ:
 - (i) cỡ hạt trung vị d₅₀ nằm trong khoảng từ 1 đến 5μm;
 - (ii) cỡ hạt d₉₅ nhỏ hơn hoặc bằng 8μm;
 - (iii) mức hấp thụ dầu nằm trong khoảng từ 40 đến 100cc/100g;
 - (iv) mật độ đóng gói nằm trong khoảng từ 20 to about 60 lb/ft³ (0,320 đến 0,961g/cm³);
 - (v) hệ số cầu (S₈₀) là lớn hơn hoặc bằng 0,9;
 - (vi) độ hấp thụ nước (AbC) nằm trong khoảng từ 55 đến 115cc/100g; và
 - (vii) diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 25 đến 100m²/g.
2. Hạt theo điểm 1, trong đó cỡ hạt trung vị d₅₀ từ 1,5 đến 4μm.
3. Hạt theo điểm 1, trong đó cỡ hạt trung vị d₅₀ từ 2 đến 4,5μm.
4. Hạt theo điểm 1, trong đó cỡ hạt d₉₅ là nhỏ hơn hoặc bằng 7μm.
5. Hạt theo điểm 1, trong đó cỡ hạt d₉₅ là nhỏ hơn hoặc bằng 6μm.
6. Hạt theo điểm 1, trong đó mức hấp thụ dầu là nằm trong khoảng từ 50 đến 85cc/100g.
7. Hạt theo điểm 1, trong đó mức hấp thụ dầu là nằm trong khoảng từ 60 đến 80cc/100g.

8. Hạt theo điểm 1, trong đó mật độ đóng gói là nằm trong khoảng từ 30 đến 50 lb/ft³ (0,480 đến 0,80g/cm³).
9. Hạt theo điểm 1, trong đó mật độ đóng gói là nằm trong khoảng từ 35 đến 55 lb/ft³ (0,561 đến 0,721g/cm³).
10. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat còn khác biệt ở chỗ hệ số mài mòn Einlehner nằm trong khoảng từ 1 đến 10mg tổn hao/100.000 vòng tua.
11. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat còn khác biệt ở chỗ hệ số mài mòn Einlehner nằm trong khoảng từ 2 đến 7mg tổn hao/100,000 vòng tua.
12. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat còn khác biệt ở chỗ diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 40 đến 90m²/g.
13. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat còn khác biệt ở chỗ mức hấp thụ nước (AbC) nằm trong khoảng từ 70 đến 100cc/100g.
14. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat còn khác biệt ở chỗ dư lượng 325 mesh nhỏ hơn hoặc bằng 0,5% trọng lượng.
15. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat còn khác biệt ở chỗ dư lượng 325 mesh nhỏ hơn hoặc bằng 0,2% trọng lượng.
16. Hạt theo điểm 1, trong đó hệ số cầu (S₈₀) là lớn hơn hoặc bằng 0,92.
17. Hạt theo điểm 1, trong đó hệ số cầu (S₈₀) là lớn hơn hoặc bằng 0,94.
18. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat là hạt silic oxit và/hoặc silicat kết tủa.
19. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat là vô định hình.

20. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat bao gồm các hạt silic oxit kết tủa.
21. Hạt theo điểm 1, trong đó hạt silic oxit và/hoặc silicat bao gồm hạt natri nhôm-silicat, hạt natri magie nhôm-silicat, hạt canxi silicat, hạt magie silicat, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.
22. Chế phẩm chứa hạt silic oxit và/hoặc silicat theo điểm bất kỳ 1.
23. Chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic oxit và/hoặc silicat theo điểm 1.
24. Chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic oxit và/hoặc silicat theo điểm 1 với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 50% trọng lượng.
25. Chế phẩm kem đánh răng chứa hạt silic oxit và/hoặc silicat theo điểm 1 với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 35% trọng lượng.
26. Chế phẩm kem đánh răng theo điểm 23, 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 oxit và/hoặc silicat, chất hoạt động bề mặt, chất bảo mòn không phải hạt silic oxit 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.

FIG. 1

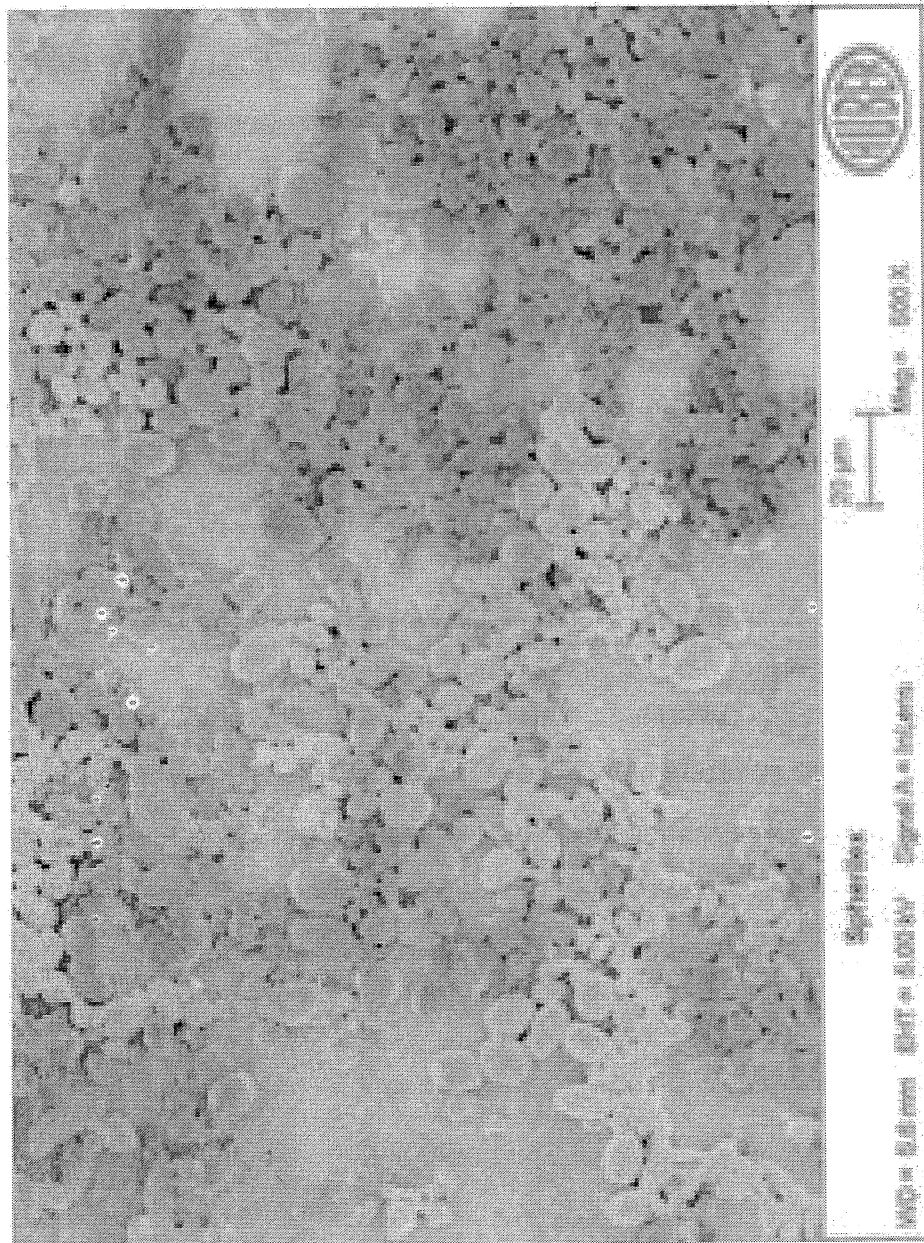


Fig. 2A

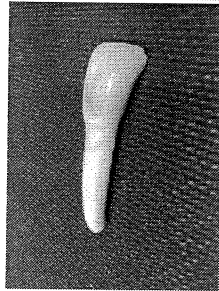


Fig. 2B

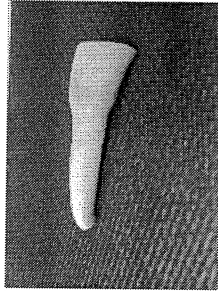


Fig. 2C

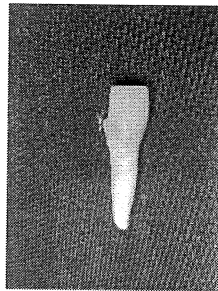


Fig. 2D

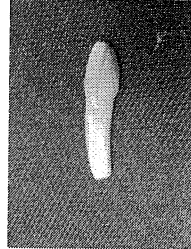
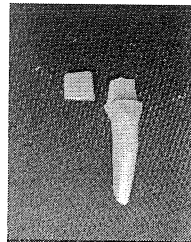


Fig. 2E



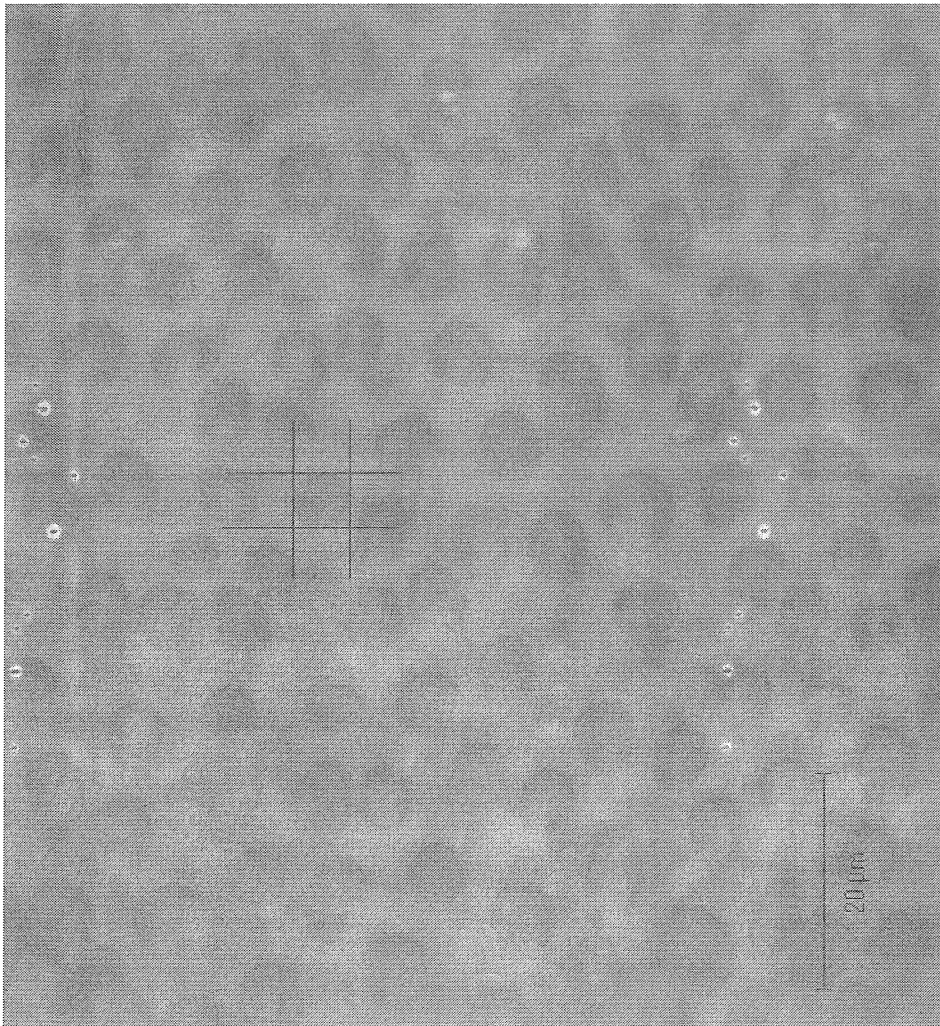


Fig. 3

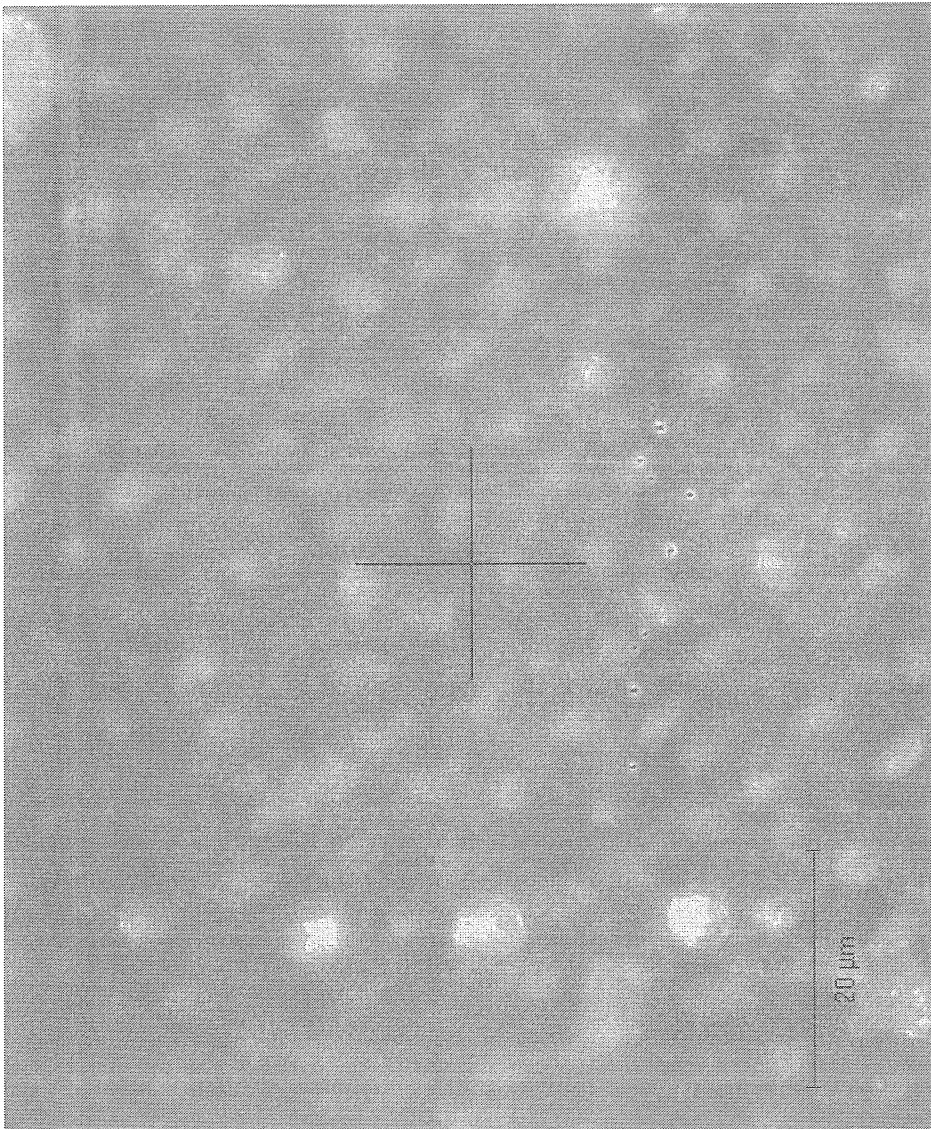
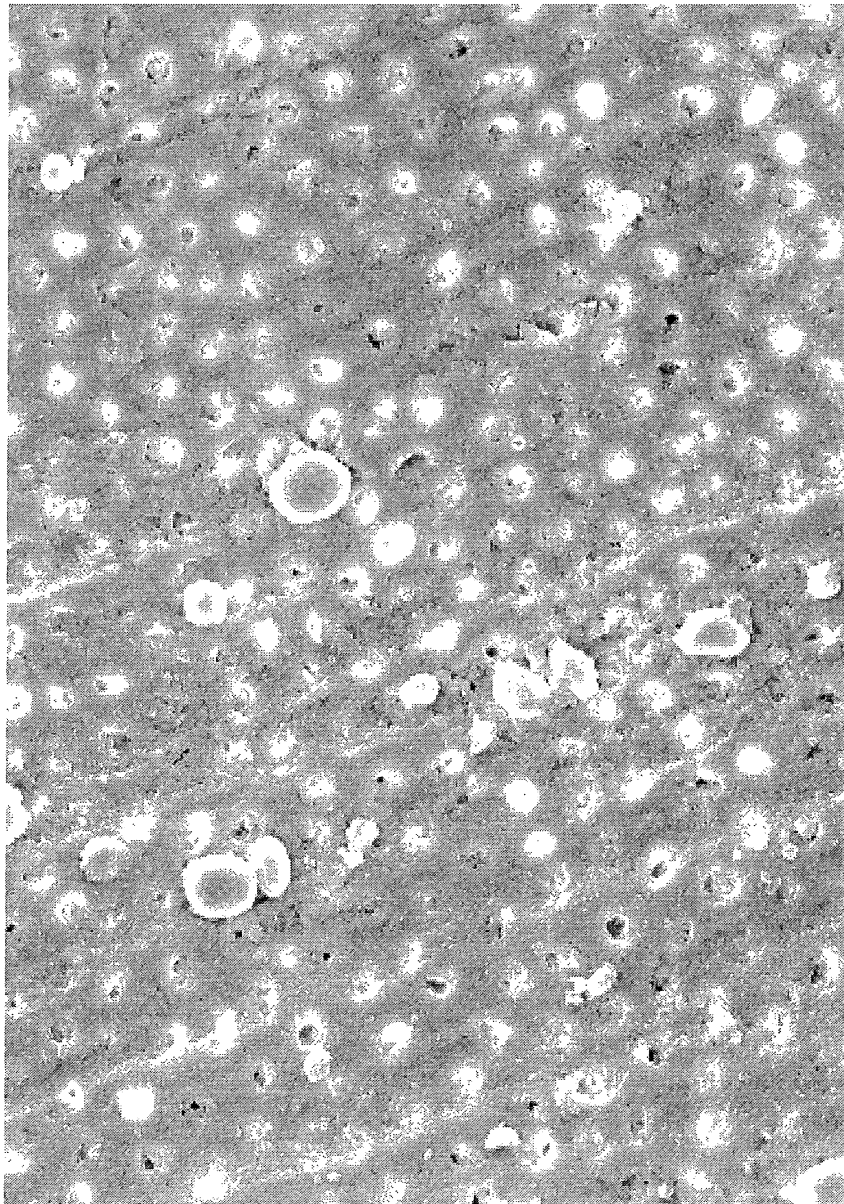


Fig. 4



Hình ảnh điện tử 1

Fig. 5

Fig. 6B

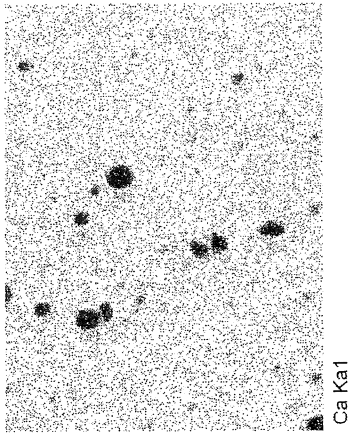


Fig. 6A

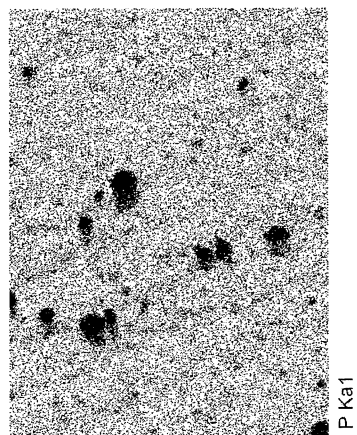


Fig. 6C

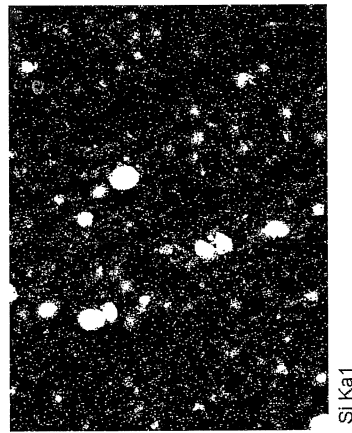
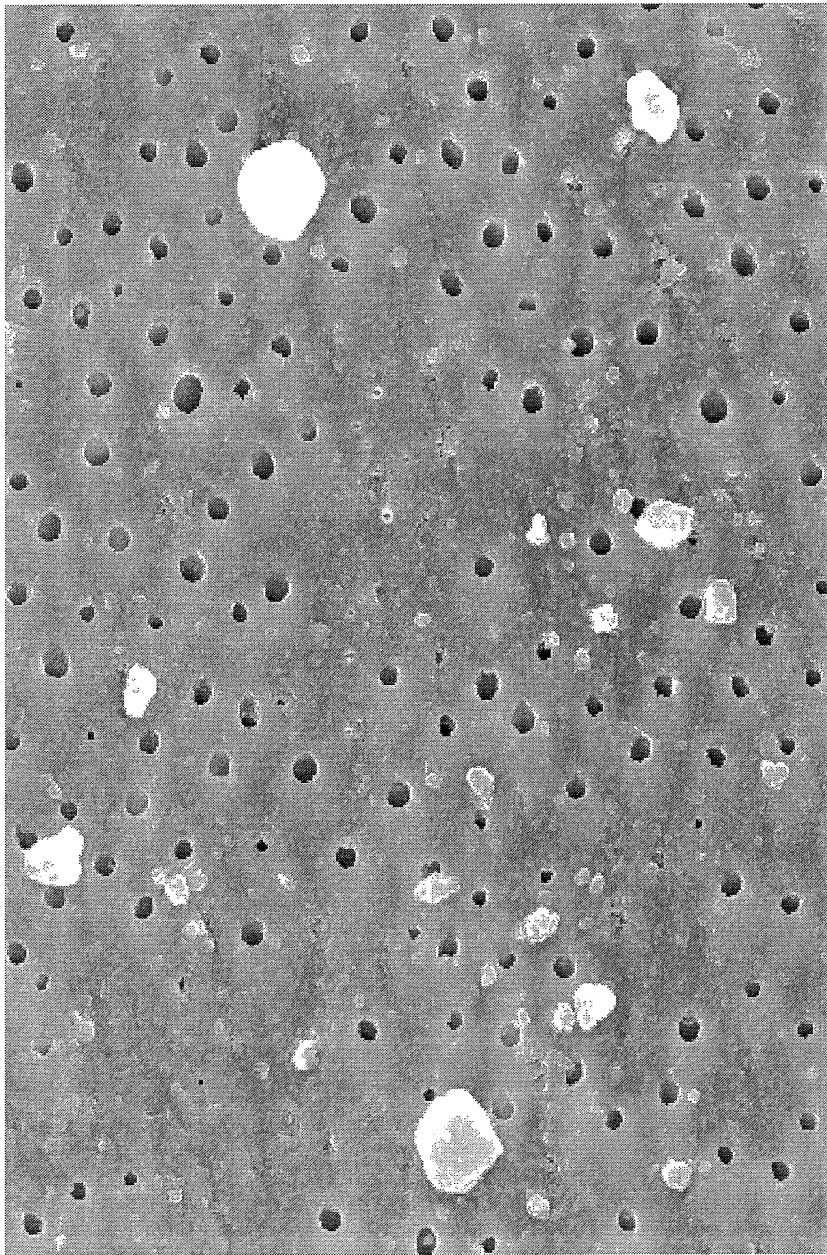


Fig. 7



Hình ảnh điện tử 1

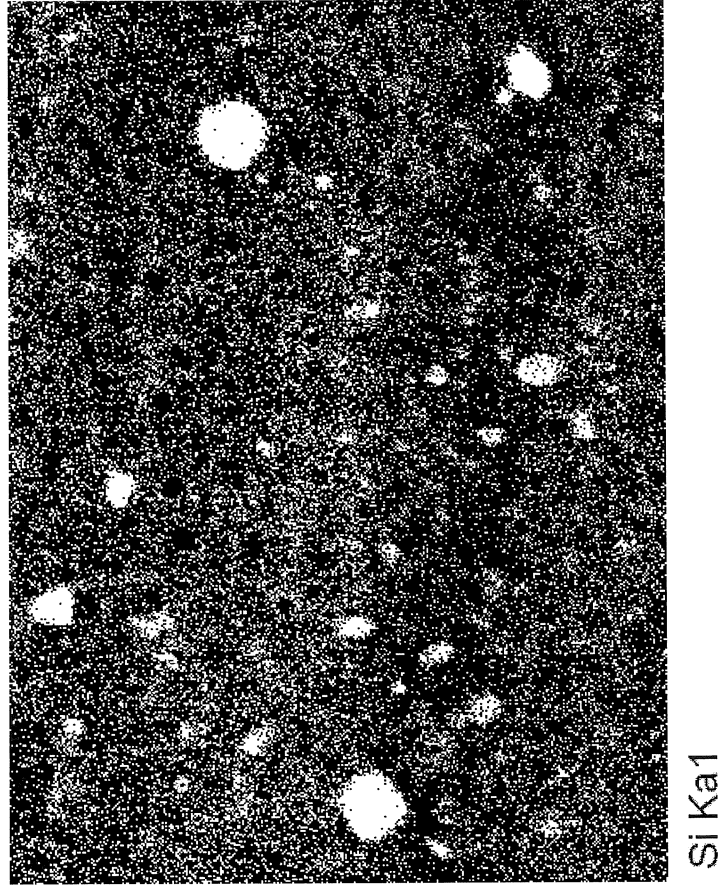


Fig. 8