



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

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

(11)



1-0025575

(51)⁷ A61Q 11/00; A61K 6/00; A61K 8/02; (13) B
C01B 33/193; A61K 8/25; A61K 8/26;
A01N 59/06; A61K 8/19

-
- (21) 1-2015-01904 (22) 28/10/2013
(86) PCT/US2013/067087 28/10/2013 (87) WO 2014/078066 A2 22/05/2014
(30) 61/727,831 19/11/2012 US; 13/835,819 15/03/2013 US
(45) 25/09/2020 390 (43) 25/08/2015 329A
(73) J.M. HUBER CORPORATION (US)
3100 Cumberland Blvd. Suite 600 Atlanta, GA 30339 (US)
(72) GALLIS, Karl, W. (US); HAGAR, William, J. (US); MCGILL, Patrick (US);
NASSIVERA, Terry, W. (US).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)
-

- (54) VẬT LIỆU SILIC OXIT ĐƯỢC XỬ LÝ NHIỆT ĐỂ CẢI THIỆN ĐẶC TÍNH LÀM
SẠCH TRONG KEM ĐÁNH RĂNG, PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ VẬT LIỆU
NÀY VÀ CHẾ PHẨM KEM ĐÁNH RĂNG CHỨA VẬT LIỆU NÀY
(57) Sáng chế đề cập đến vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt, phương pháp điều chế vật liệu
này và chế phẩm kem đánh răng bao gồm vật liệu silic oxit được xử lý này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu silic oxit và silicat, và cụ thể là sáng chế đề cập đến vật liệu silic oxit và silicat kim loại được xử lý có thể tạo ra đặc tính làm sạch được cải thiện trong chế phẩm kem đánh răng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thông thường chế phẩm kem đánh răng bao gồm chất mài để hỗ trợ loại bỏ lớp mảng bám ở răng. Lớp mảng bám ở răng này là lớp mỏng, màng protein bám chặt vào bề mặt răng và thường chứa vật liệu màu nâu hoặc vàng có thể làm đổi màu răng. Kem đánh răng nên có đủ chất mài để làm sạch bề mặt răng, nhưng không phải chất mài làm hại đến các mô cứng của răng.

Do đó, đặc tính của kem đánh răng có thể nhạy hóa cao hơn với tính ăn mòn của chất mài. Vật liệu silic oxit cấu trúc thấp tổng hợp được sử dụng làm chất mài do hiệu quả của chúng như chất mài, cũng như đặc điểm độc tính thấp và khả năng tương thích với thành phần kem đánh răng khác, như natri florua.

Cho đến nay, vật liệu mài thông thường có các hạn chế liên quan đến việc tối đa hóa sự làm sạch và tối thiểu hóa sự mài mòn men răng, cũng như sự phức tạp trong các điều kiện về quy trình sản xuất. Do đó, tồn tại nhu cầu chung để phát triển chất mài răng mới và kem đánh răng của chúng biểu hiện đặc tính làm sạch màng mỏng cao và mức độ mài mòn men răng chấp nhận được. Các nhu cầu này và nhu cầu khác được thỏa mãn bởi chế phẩm và phương pháp theo sáng chế.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất vật liệu silic oxit và silicat, và cụ thể là đề cập đến vật liệu silic oxit và silicat kim loại được xử lý có thể cung cấp đặc tính làm sạch được cải thiện trong kem đánh răng.

Ở một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế vật liệu silic oxit, phương pháp này bao gồm: bước xử lý nhiệt vật liệu silic oxit bao gồm hợp chất

kim loại, trong đó kim loại có trị số độ cứng Mohs ít nhất khoảng 5,5 ở dạng oxit của nó, và trong đó bước xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit ở nhiệt độ và trong khoảng thời gian đủ để khử nước ít nhất một phần của hợp chất kim loại được khử trên bề mặt của vật liệu.

Ở một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm kem đánh răng, phương pháp này bao gồm các bước: xử lý nhiệt vật liệu silic oxit ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400°C đến 900°C để tạo vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt, và sau đó cho vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt tiếp xúc với một hoặc nhiều thành phần kem đánh răng để tạo ra chế phẩm kem đánh răng.

Trong khía cạnh khác, sáng chế đề xuất vật liệu silic oxit có một hoặc nhiều đặc điểm sau: ion kim loại được khử trên bề mặt của nó ở nồng độ lên khoảng 10% trọng lượng; lượng mất khi nung ở 900°C nhỏ hơn khoảng 3% trọng lượng; hoặc mức polyme hóa tăng so với vật liệu silic oxit thông thường không được thực hiện bước xử lý nhiệt.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất vật liệu silic oxit có trị số mài mòn Einlehnner tăng lên ít nhất khoảng 150%, so với silic oxit kết tủa thông thường không được xử lý nhiệt và có trị số RDA tăng vẫn trong phạm vi RDA chấp nhận được sau khi xử lý nhiệt, so với silic oxit kết tủa không được xử lý nhiệt thông thường.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất chế phẩm kem đánh răng bao gồm vật liệu silic oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.

Khía cạnh khác của sáng chế sẽ được đề cập trong phần mô tả dưới đây, và các phương án sẽ được làm rõ ràng hơn từ phần mô tả, hoặc có thể được nghiên cứu bằng các phương pháp của sáng chế. Các lợi ích theo sáng chế sẽ được thực hiện và đạt được bằng các yếu tố và sự kết hợp cụ thể chỉ ra trong các điểm được thêm vào. Điều này được hiểu rằng cả phần mô tả khái quát nêu trên và phần mô tả chi tiết dưới đây chỉ làm ví dụ và mang tính giải thích và không làm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế có thể được hiểu dễ dàng hơn bằng cách tham chiếu đến mô tả chi tiết sau đây và các ví dụ được bao gồm trong đó.

Trước khi có mặt hoặc có thể có sự thay đổi các hợp chất, chế phẩm, các vật phẩm, các hệ, thiết bị, và/hoặc các phương pháp được bộc lộ và được mô tả, tất nhiên điều này được hiểu rằng sáng chế không được giới hạn bởi các phương pháp tổng hợp cụ thể trừ khi có quy định khác, hoặc các thuộc thủ đặc biệt trừ khi có quy định khác. Cũng được hiểu rằng kỹ thuật được sử dụng ở đây là nhằm mục đích mô tả khía cạnh cụ thể và không dùng để giới hạn. Mặc dù bất kỳ phương pháp và vật liệu tương tự hoặc dạng tương tự được mô tả ở đây có thể được sử dụng trong thực hành hoặc thực nghiệm của sáng chế, ví dụ các phương pháp và vật liệu được mô tả ngay đây.

Tất cả các công bố được đề cập ở đây được kết hợp bằng cách tham chiếu với bộc lộ và mô tả các phương pháp và/hoặc vật liệu có liên quan mà các công bố được trích dẫn.

Trừ khi được xác định bằng cách khác, tất cả các thuật ngữ kỹ thuật và khoa học được sử dụng ở đây có nghĩa tương tự là thường được hiểu bởi những người có kinh nghiệm trong lĩnh vực kỹ thuật này mà thuộc về sáng chế này. Mặc dù bất kỳ phương pháp và vật liệu tương tự hoặc dạng tương tự được mô tả ở đây có thể được sử dụng trong thực hành hoặc thực nghiệm của sáng chế, ví dụ các phương pháp và vật liệu được mô tả ngay đây.

Như được sử dụng ở đây, trừ khi được trình bày cụ thể theo chiều hướng, các dạng số ít “a,” “an” và “the” bao gồm các ám chỉ số nhiều trừ khi có những yêu cầu rõ ràng khác. Do đó, ví dụ, tham chiếu đến “chất độn” hoặc “dung môi” bao gồm hỗn hợp của hai hay nhiều chất độn hoặc dung môi tương ứng.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “tùy chọn” hoặc “tùy ý” nghĩa là các trường hợp được mô tả sau đó hoặc các trường hợp có thể hoặc không thể xảy ra, và sự mô tả bao gồm thời điểm sự việc hoặc các trường hợp xảy ra và không xảy ra.

Đối với mục đích của sáng chế, “kem đánh răng” được xác định trong Oral Hygiene Products và Practice, Morton Pader, Consumer Science và Technology Series, Vol. 6, Marcel Dekker, NY 1988, p. 200, được kết hợp trong bản mô tả này bằng cách tham chiếu. Cụ thể, “kem đánh răng” là “... chất được sử dụng với bàn chải đánh răng để làm sạch các bề mặt tiếp cận được của răng. Kem đánh răng chủ yếu bao gồm nước, chất làm sạch, chất hút ẩm, chất kết dính, chất tạo hương vị, và chất mài đã được nghiền thành bột tinh là thành phần chủ yếu ... kem đánh răng được xem là dạng

liều chứa chất mài để đưa vào chất chống sâu răng". Công thức kem đánh răng chứa các thành phần phải được hòa tan trước khi kết hợp thành công thức kem đánh răng (ví dụ các chất chống sâu răng như natri florua, natri phosphat, chất tạo hương vị như sacarin).

Thử nghiệm mài mòn đồng Einlehner (BE) được sử dụng để đo độ cứng của gel silic oxit/silic oxit được kết tủa được bộc lộ trong bản mô tả này là được mô tả chi tiết trong patent Mỹ số 6,616,916, được kết hợp ở đây bằng cách tham chiếu, bao gồm Einlehner AT-1000 Abrader thường được sử dụng như sau: (1) lưới dây đồng sáng dọc được cân và tiếp xúc với hoạt động của 10% huyền phù silic oxit có nước dùng cho chiều dài cố định theo thời gian; (2) sau đó lượng mài mòn được xác định là miligam đồng mất từ bộ lọc dây sàng dọc trên 100,000 vòng. Kết quả được tính bằng đơn vị mg tổn hao, có thể được mô tả như 10% trị số mài mòn Einlehner đồng (BE).

Trị số mài mòn răng bằng phóng xạ (RDA) của chế phẩm kem đánh răng chứa silic oxit được sử dụng trong sáng chế này được xác định theo phương pháp được quy định bởi Hefferen, Journal of Dental Res., July-August 1976, 55 (4), pp. 563-573, và được mô tả trong patent Mỹ Wason số. 4,340,583, 4,420,312 và 4,421,527, các công bố và các bằng sáng chế được kết hợp ở đây bằng cách tham chiếu.

Đặc tính làm sạch của chế phẩm kem đánh răng thường được thể hiện trong điều kiện của trị số tỷ lệ làm sạch lớp màng mỏng ("PCR"). Đo thử nghiệm PCR đánh giá khả năng của chế phẩm kem đánh răng loại bỏ lớp màng mỏng từ răng trong điều kiện đánh răng cố định. Thử nghiệm PCR được mô tả trong "In Vitro Removal of Stain with Dentifrice" G. K. Stookey, et al., J. Dental Res., 61, 1236-9, 1982. Kết quả cả PCR và RDA thay đổi phụ thuộc vào bản chất và nồng độ của các thành phần của chế phẩm kem đánh răng. Trị số PCR và RDA là ít đơn vị.

Sáng chế đề cập đến các thành phần được sử dụng để điều chế chế phẩm theo sáng chế cũng như các chế phẩm được sử dụng trong các phương pháp được bộc lộ ở đây. Các vật liệu này và các vật liệu khác được bộc lộ ở đây, và được hiểu rằng khi các kết hợp, nhóm phụ, sự tương tác, các nhóm, v.v. của các vật liệu là được bộc lộ rằng trong khi tham chiếu cụ thể của từng loại khác nhau và các kết hợp chung và sự hoán vị của các thành phần có thể không được bộc lộ một cách rõ ràng, là được dự tính cụ thể và được mô tả trong bản mô tả này. Ví dụ, nếu hợp chất cụ thể được bộc lộ và

được thảo luận và một số thay đổi có thể được thực hiện với một số phân tử bao gồm các thành phần được thảo luận, cụ thể là được dự tính là mỗi và mọi sự kết hợp và sự hoán vị của các thành phần và sự thay đổi là có thể thực hiện được trừ khi cụ thể chỉ ra điều ngược lại. Do đó, nếu lớp các phân tử A, B, và C được bộc lộ cũng như lớp các phân tử D, E, và F và ví dụ của phân tử kết hợp, A-D được bộc lộ, thì cho dù mỗi phân tử kết hợp không được đề cập riêng biệt thì mỗi phân tử kết hợp cũng là các sự kết hợp nghĩa đã được dự tính chung và riêng, A-E, A-F, B-D, B-E, B-F, C-D, C-E, và C-F là được xem là được bộc lộ. Tương tự, bất kỳ nhóm phụ hoặc sự kết hợp của chúng cũng được bộc lộ. Do đó, ví dụ, nhóm phụ của A-E, B-F, và C-E sẽ được xem là được bộc lộ. Khái niệm này được áp dụng cho tất cả các khía cạnh của sáng chế này bao gồm, nhưng không giới hạn đến, các bước trong các phương pháp làm và sử dụng chế phẩm theo sáng chế. Do đó, nếu có nhiều các bước bổ sung có thể được thực hiện điều này được hiểu rằng mỗi bước bổ sung có thể được thực hiện với bất kỳ phương án cụ thể hoặc sự kết hợp của các phương án của các phương pháp theo sáng chế.

Mỗi vật liệu được bộc lộ ở đây là có sẵn trên thị trường và/hoặc các phương pháp dùng để sản xuất chúng được biết đến bởi những người có kinh nghiệm trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Điều này được hiểu rằng chế phẩm được bộc lộ ở đây có chức năng nhất định. Được bộc lộ ở đây là các yêu cầu cấu trúc nhất định để thực hiện các chức năng được bộc lộ, và điều này được hiểu rằng có nhiều cấu trúc có thể thực hiện chức năng tương tự liên quan đến cấu trúc được bộc lộ, và các cấu trúc thường sẽ đạt được cùng kết quả.

Như được mô tả ngắn gọn nêu trên, sáng chế đề cập đến vật liệu silic oxit và silicat có thể được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng, các phương pháp điều chế chúng, và chế phẩm kem đánh răng bao gồm vật liệu silic oxit sáng chế và silicat.

Trong ngành công nghiệp chăm sóc răng miệng, được mong muốn là có vật liệu kem đánh răng với đặc tính làm sạch được cải thiện. Điều này cũng là lợi thế cho vật liệu kem đánh răng này với biểu hiện đặc tính mài mòn men và ngà răng một cách vừa phải, để không gây hại cho răng trong khi sử dụng lặp lại nhiều lần. Muối kẽm và phosphat được bổ sung vào vật liệu kem đánh răng và có thể dẫn đến sự cải thiện nhỏ trong tỷ lệ làm sạch lớp màng mỏng (PCR), nhưng các cải thiện hơn nữa là cần thiết. Các nhà sản xuất có truyền thống sử dụng vật liệu mài mòn có độ cứng cao, như

α -nhôm oxit (ví dụ, chất khoáng corundum), nhưng các vật liệu này có thể được mong muốn của sự mài mòn men (REA) và thiếu sự sẵn có florua.

Ở một khía cạnh khác, vật liệu silic oxit theo sáng chế có thể cải thiện việc vệ sinh (ví dụ, PCR), trong khi duy trì trị số RDA và/hoặc REA mong muốn. Trong khía cạnh khác nữa, vật liệu silic oxit có thể cũng cung cấp florua sẵn có mong muốn. Trong các khía cạnh khác nhau, vật liệu silic oxit theo sáng chế bao gồm vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt. Trong khía cạnh khác, vật liệu silic oxit theo sáng chế bao gồm một hoặc nhiều ion kim loại có mặt trong dạng oxit của chúng.

Ở một khía cạnh khác, vật liệu silic oxit kết tủa có thể được tạo ra bởi sự mất ổn định và cặn lắng của silic oxit vô định hình từ silicat kiềm hòa tan được bằng cách bổ sung axit khoáng, khí axit, hoặc tác nhân axit hóa dưới điều kiện mà các hạt cơ bản ban đầu được tạo ra theo hướng liên kết với nhau, nhưng không kết tụ thành cấu trúc gel ba chiều.

Silic oxit

Vật liệu silic oxit thích hợp để sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng có thể bao gồm việc tạo ra tổng hợp, silic oxit kết tủa. Ở một khía cạnh khác, vật liệu silic oxit có thể là vật liệu silic oxit có cấu trúc thấp. Các vật liệu silic oxit có thể được tạo ra bằng cách sử dụng các trình tự khác nhau. Ở một khía cạnh khác, thành phần silicat, như, ví dụ, natri silicat, có thể được kết hợp với axit khoáng để tạo ra dung dịch silicat. Sau đó dung dịch silicat có thể được kết hợp với axit sulfuric và các hạt silic oxit vô định hình có thể được kết tủa.

Hợp chất silicat có thể bao gồm hợp chất silicat thích hợp bất kỳ để sử dụng trong điều chế vật liệu silic oxit kết tủa. Trong các khía cạnh khác nhau, silicat kim loại kiềm thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng với các phương pháp được mô tả trong bản mô tả này, bao gồm silicat kim loại, disilicat, và chất tương tự. Ở một khía cạnh khác silicat hòa tan được trong nước, như, ví dụ, kali silicat, natri silicat, hoặc sự kết hợp của chúng, có thể được sử dụng. Trong các khía cạnh khác, thành phần silicat có kim loại mong muốn: tỷ lệ mol silicat (MR) có thể được chọn. Ví dụ, natri silicat có thể thường có kim loại: tỷ lệ mol silicat nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1:3,5. Ở một khía cạnh khác, hợp chất silicat có thể có tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1:3,5, ví dụ, nằm trong khoảng 1:1, 1:1,25, 1:1,5, 1:1,75, 1:2, 1:2,25; 1:2,5; 1:2,75; 1:3, 1:3,25,

hoặc 1:3,5; hoặc từ khoảng 1:2,5 đến 1:3,5, ví dụ, nằm trong khoảng 1:2,5; 1:2,75; 1:3, 1:3,25, hoặc 1:3,5. Trong khía cạnh khác, hợp chất silicat có thể có tỷ lệ mol nằm trong khoảng 1:3,32.

Ở một khía cạnh khác, hợp chất silicat, như, ví dụ, natri silicat, có thể được kết hợp với axit khoáng để tạo ra dung dịch silicat. Nói chung, axit khoáng bất kỳ có khả năng ít nhất một phần hòa tan hợp chất silicat và tạo ra dung dịch silicat có thể được sử dụng. Trong khía cạnh khác, cụ thể việc lựa chọn axit khoáng có thể khác nhau, phụ thuộc vào các hợp chất silicat cụ thể được sử dụng. Trong các khía cạnh khác nhau, axit khoáng có thể bao gồm axit nitric, axit clohydric, axit photphoric, axit boric, axit flohydric, hoặc sự kết hợp của chúng. Trong các khía cạnh khác, các axit thích hợp khác có thể được sử dụng bổ sung vào hoặc thay cho axit cụ thể bất kỳ được nêu ở đây. Hợp chất silicat và axit có thể được tiếp xúc trong tỷ lệ thích hợp bất kỳ để tạo ra dung dịch có nồng độ silicat mong muốn. Ở một khía cạnh khác, dung dịch bao gồm từ khoảng 8% trọng lượng đến 35% trọng lượng silicat, ví dụ, nằm trong khoảng 8, 9, 11, 13, 15, 17, 19, 21, 23, 25, 27, 29, 31, 33, hoặc 35% trọng lượng silicat. Trong khía cạnh khác, dung dịch bao gồm từ khoảng 8% trọng lượng đến 20% trọng lượng silicat, ví dụ, nằm trong khoảng 8, 10, 12, 14, 16, 18, hoặc 20% trọng lượng silicat. Theo khía cạnh cụ thể, dung dịch silicat có thể bao gồm khoảng 19,5% trọng lượng silicat. Trong các khía cạnh khác, dung dịch silicat thu được có thể có nồng độ silicat nhỏ hơn hoặc lớn hơn bất kỳ trị số cụ thể được nêu ở đây, và sáng chế mong muốn bao gồm các dung dịch này. Trong các khía cạnh khác, dung dịch silicat có sẵn trên thị trường và có thể được mua và được sử dụng (ví dụ, từ Sigma-Alrich Corporation, St. Louis, Missouri, USA).

Trong khía cạnh khác, dung dịch silicat có thể có nồng độ silicat nằm trong khoảng từ 2% trọng lượng đến 10% trọng lượng, ví dụ, khoảng 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5, 7, 7,5, 8, 8,5, 9, 9,5, hoặc 10% trọng lượng. Theo khía cạnh khác nữa dung dịch silicat có nồng độ cao hơn, ví dụ, khoảng 20% trọng lượng, có thể được pha loãng trong nước đến nồng độ thấp hơn như được mô tả trong bản mô tả này. Ví dụ, định lượng khoảng 19,5% trọng lượng dung dịch silicat có thể được pha loãng đến nồng độ nằm trong khoảng 5,5% trọng lượng.

Dung dịch silicat có thể tùy ý được đun nóng, ví dụ, đến 75°C, nằm trong khoảng 80°C, nằm trong khoảng 85°C, nằm trong khoảng 87°C, nằm trong khoảng 90°C, hoặc cao hơn, và/hoặc được khuấy trộn.

Tạp chất kim loại

Ở một khía cạnh khác, vật liệu silic oxit kết tủa thu được bao gồm một hoặc nhiều ion kim loại. Trong khía cạnh khác, ion kim loại, nếu có mặt, có trị số độ cứng Mohs ít nhất khoảng 5,5 trong dạng oxit của chúng. Trong các khía cạnh khác nhau, ion kim loại có thể bao gồm nhôm, thiếc, hoặc sự kết hợp của chúng. Trong các khía cạnh khác, ion kim loại khác không được nêu cụ thể ở đây có thể được sử dụng, và sáng chế không mong muốn giới hạn ion kim loại được nêu ở đây. Theo khía cạnh cụ thể, ion kim loại bao gồm nhôm.

Ion kim loại, nếu có mặt, có thể được đưa vào bằng cách sử dụng muối, ví dụ, muối hòa tan được của kim loại. Ở một khía cạnh khác, muối kim loại này có thể ít nhất được hòa tan một phần trong dung dịch chứa nước, dung dịch axit sulfuric, hoặc dung dịch silicat. Ở một khía cạnh khác, muối kim loại có thể bao gồm sulfat, nitrat, phosphat, cacbonat, hoặc sự kết hợp của chúng. Trong khía cạnh khác, muối kim loại có thể bao gồm sulfat, nitrat, hoặc sự kết hợp của chúng. Trong các khía cạnh mẫu khác nhau, muối kim loại có thể bao gồm nhôm sulfat, thiếc nitrat, hoặc sự kết hợp của chúng.

Dung dịch silicat, muối kim loại, và tác nhân axit hóa, như, ví dụ, axit sulfuric, có thể được kết hợp sau đó. Nồng độ và/hoặc pH của tác nhân axit hóa có thể là nồng độ bất kỳ và/hoặc pH thích hợp để sử dụng trong điều chế vật liệu silic oxit kết tủa. Trong các khía cạnh khác nhau, tác nhân axit hóa có thể bao gồm từ khoảng 5% trọng lượng đến 35% trọng lượng axit sulfuric, ví dụ, nằm trong khoảng 5, 7, 9, 11, 13, 15, 17, 19, 21, 23, 25, 27, 29, 31, 33, hoặc 35% trọng lượng; hoặc từ khoảng 12% trọng lượng đến 22% trọng lượng axit sulfuric, ví dụ, nằm trong khoảng 12, 13, 14, 15, 16, hoặc 17% trọng lượng axit sulfuric.

Ở một khía cạnh khác, một hoặc nhiều muối kim loại có thể được hòa tan trong tác nhân axit hóa trước khi tiếp xúc với silicat. Trong khía cạnh khác, muối kim loại, nếu có mặt, có thể được hòa tan trong nước hoặc dung dịch axit để sau đó tiếp xúc với tác nhân axit hóa và/hoặc dung dịch silicat. Nồng độ của muối kim loại có thể khác

nhau, phụ thuộc vào điều kiện phản ứng và nồng độ của thuốc thử phản ứng khác, và sáng chế không mong muốn hạn chế đến nồng độ muối kim loại cụ thể. Ở một khía cạnh khác, nồng độ muối kim loại có thể từ khoảng 0,2 N đến 0,4 N, ví dụ, nằm trong khoảng 0,2, 0,22, 0,24, 0,26, 0,28, 0,29, 0,3, 0,32, 0,34, 0,36, 0,38, hoặc 0,4 N. Trong khía cạnh khác, dung dịch axit sulfuric bao gồm, ví dụ, nhôm sulfat, có thể có nồng độ nhôm nằm trong khoảng từ 0,10 mol/L đến 0,20 mol/L, ví dụ, nằm trong khoảng 0,10, 0,11, 0,12, 0,13, 0,14, 0,15, 0,16, 0,17, 0,18, 0,19, hoặc 0,20 mol/L. Tương tự, dung dịch axit sulfuric bao gồm, ví dụ, thiếc nitrat, có thể có nồng độ thiếc nằm trong khoảng từ 0,25 mol/L đến 0,35 mol/L, ví dụ, nằm trong khoảng 0,25, 0,26, 0,27, 0,28, 0,29, 0,30, 0,31, 0,32, 0,33, 0,34, hoặc 0,35 mol/L.

Theo khía cạnh cụ thể, lượng được pha loãng, ví dụ, nằm trong khoảng 5,5% trọng lượng, dung dịch silicat có thể được cho vào trong bình, và sau đó bổ sung dung dịch silicat và dung dịch axit sulfuric chứa muối kim loại được hòa tan có thể đồng thời hoặc sau đó đồng thời được bổ sung vào bình. Trong khía cạnh này, dung dịch trong bình có thể tùy ý được đun nóng và/hoặc được khuấy trộn trong thời gian phản ứng.

Dung dịch silicat và tác nhân axit hóa, ví dụ, bao gồm muối kim loại được hòa tan, có thể được bổ sung vào bình trong khoảng thời gian nhất định. Ở một khía cạnh khác, dung dịch silicat, tác nhân axit hóa, muối kim loại, hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng, có thể được bổ sung từ từ để cho phép ít nhất một phần hỗn hợp trong bình phản ứng. Trong khía cạnh khác, dung dịch silicat và tác nhân axit hóa có thể được bổ sung đồng thời hoặc sau đó đồng thời. Trong các khía cạnh khác nhau, tỷ lệ bổ sung của dung dịch silicat vào tác nhân axit hóa, ví dụ, bao gồm muối kim loại, nếu có mặt, có thể nằm trong khoảng từ 1:0,1 đến 1:0,6, ví dụ, nằm trong khoảng 1:0,1, 1:0,15, 1:0,2, 1:0,25, 1:0,3, 1:0,33, 1:0,35, 1:0,4, 1:0,45, 1:0,5, 1:0,55, 1:0,6. Trong khía cạnh khác, tỷ lệ bổ sung của dung dịch silicat vào tác nhân axit hóa có thể khoảng 1:0,33, như vậy, ví dụ, dung dịch silicat được bổ sung ở tốc độ nằm trong khoảng 1,1L/phút và tùy ý muối kim loại chứa dung dịch axit sulfuric đồng thời được bổ sung ở tốc độ nằm trong khoảng 0,33 L/phút.

Dung dịch silicat và tác nhân axit hóa có thể được bổ sung trong thời gian cố định hoặc đến khi cạn. Ở một khía cạnh khác, việc bổ sung dung dịch silicat có thể được dừng lại sau một khoảng thời gian, trong đó việc bổ sung tác nhân axit hóa tiếp

tục trong một thời gian bổ sung. Ở một khía cạnh khác, việc bổ sung tác nhân axit hóa có thể được tiếp tục cho đến khi pH mong muốn là đạt được trong bình phản ứng. Trong khía cạnh này, tác nhân axit hóa có thể được bổ sung cho đến khi pH trong bình phản ứng là từ khoảng 4,5 đến 6,5, ví dụ, nằm trong khoảng 4,5, 4,6, 4,7, 4,8, 4,9, 5, 5,1, 5,2, 5,3, 5,4, 5,5, 5,6, 5,7, 5,8, 5,9, 6, 6,1, 6,2, 6,3, 6,4, hoặc 6,5; hoặc từ khoảng 5,3 đến 5,7, ví dụ, nằm trong khoảng 5,3, 5,4, 5,5, 5,6, hoặc 5,7.

Trong khía cạnh khác, việc bổ sung dung dịch silicat và/hoặc tác nhân axit hóa có thể được dừng lại trong bất kỳ thời gian mong muốn và độ pH của bình phản ứng được điều chỉnh sau đó đến trị số mong muốn.

Trong khía cạnh khác, dung dịch silicat có thể được trung hòa hoặc ít nhất được trung hòa một phần bằng cách kết hợp với muối kim loại hoặc dung dịch của chúng, mà không cần thêm axit.

Sau khi kết hợp dung dịch silicat, tác nhân axit hóa, và muối kim loại, dung dịch thu được có thể cho phép đồng hóa trong khoảng thời gian. Ở một khía cạnh khác, dung dịch có thể cho phép đồng hóa ở nhiệt độ khoảng 90°C trong thời gian ít nhất khoảng 10 phút. Trong các khía cạnh khác, bước đồng hóa, nếu được thực hiện, có thể được thực hiện trong bất kỳ khoảng thời gian thích hợp và ở nhiệt độ thích hợp bất kỳ, và người có kinh nghiệm trong lĩnh vực kỹ thuật này, hiểu sáng chế này, có thể dễ dàng xác định điều kiện đồng hóa thích hợp. Sau khi đồng hóa, vật liệu silic oxit kết tủa thu được có thể được tách, ví dụ, bằng cách lọc, từ dung dịch. Vật liệu silic oxit được tách có thể tùy ý được rửa để loại bỏ toàn bộ hoặc một phần của axit và bất kỳ không được phản ứng, silicat hoặc muối kim loại được hòa tan. Ở một khía cạnh khác, vật liệu silic oxit được tách có thể được rửa, ví dụ, bằng nước được khử ion hóa, cho đến khi đạt được độ dẫn nằm trong khoảng 1,500 μ S. Trong các khía cạnh khác, vật liệu silic oxit được tách có thể được sử dụng như thế, hoặc có thể được rửa trong phạm vi nhiều hoặc ít là được mô tả cụ thể trong bản mô tả này. Trong khía cạnh khác, vật liệu silic oxit kết tủa có thể được sấy khô, ví dụ, bằng cách đặt trong lò nung ở 105°C qua đêm. Trong khía cạnh khác, vật liệu silic oxit kết tủa có thể được sấy phun.

Nếu được mong muốn, vật liệu silic oxit kết tủa có thể tùy ý được xử lý để đạt được cỡ hạt trung bình hoặc sự phân bố cỡ hạt được mong muốn. Trong các khía cạnh

khác nhau, silic oxit kết tủa có thể được nghiền và/hoặc được xay đến cỡ hạt trung bình được mong muốn, ví dụ, nằm trong khoảng 10 μ m.

Ở một khía cạnh khác, phản ứng (ví dụ, tiếp xúc) của dung dịch silicat, tác nhân axit hóa, và muối kim loại có thể được tiến hành ở nhiệt độ được nâng cao và/hoặc trong khi khuấy trộn để tránh sự tạo thành của gel hoặc sự kết tụ của các hạt silic oxit. Trong các khía cạnh khác, được hiểu rằng phương pháp tiếp xúc và/hoặc trộn, tỷ lệ nồng độ và bổ sung của chất phản ứng, nhiệt độ, và độ pH có thể ảnh hưởng đến các tính chất của silic oxit kết tủa thu được.

Ở một khía cạnh khác, việc tách silic oxit kết tủa có thể được thực hiện như được mô tả trong một hoặc nhiều patent Mỹ số 2,739,073, 2,848,346, và 5,891,421, được kết hợp sau đây bằng cách tham chiếu đến toàn bộ của chúng cho mục đích bộc lộ các phương pháp dùng cho điều chế vật liệu silic oxit kết tủa. Trong các khía cạnh khác, người có kinh nghiệm trong lĩnh vực kỹ thuật này, sở hữu sáng chế này, có thể dễ dàng xác định chất phản ứng thích hợp và điều kiện phản ứng để điều chế silic oxit kết tủa mong muốn. Trong khía cạnh khác, quá trình điều chế silic oxit kết tủa chứa ion kim loại như được mô tả trong bản mô tả này có thể được thực hiện trong xử lý mẻ, xử lý bán liên tục, hoặc xử lý liên tục. Ở một khía cạnh khác, tất cả hoặc một phần của các bước được thực hiện trong xử lý mẻ. Trong khía cạnh khác, việc xử lý có thể ít nhất một phần liên tục, trong đó dung dịch silicat và tác nhân axit hóa bao gồm muối kim loại được hòa tan có thể được đưa liên tục vào vùng phản ứng vòng, trong đó ít nhất một phần của phản ứng tác nhân axit hóa, muối kim loại, và silicat để tạo ra silic oxit kết tủa.

Xử lý nhiệt

Ở một khía cạnh khác, vật liệu silic oxit kết tủa được điều chế như được mô tả nêu trên có thể bao gồm một hoặc nhiều loại hydrat hóa kim loại. Như các loại mềm thông thường, bước nung nóng có thể được sử dụng để khử nước trong trung tâm kim loại trên bề mặt silic oxit và sản phẩm, ví dụ, oxit kim loại. Trong khía cạnh khác, vật liệu silic oxit kết tủa có thể được điều chế mà không sử dụng muối kim loại có độ cứng Mohs mong muốn. Bất kỳ vật liệu silic oxit được điều chế với muối kim loại có độ cứng Mohs mong muốn, vật liệu silic oxit được điều chế mà không muối kim loại này,

hoặc sự kết hợp của chúng, có thể cho qua bước xử lý nhiệt như được mô tả trong bản mô tả này.

Thời gian và nhiệt độ cụ thể mà tại đó silic oxit kết tủa có thể được đun nóng có thể khác nhau. Ở một khía cạnh khác, silic oxit kết tủa có thể được đun nóng trong thời gian và ở nhiệt độ đủ để làm tăng mức độ của sự polyme hóa trong khuôn Si của vật liệu. Trong khía cạnh khác, silic oxit kết tủa có thể được đun nóng trong thời gian và ở nhiệt độ đủ để khử nước kim loại có thể có mặt trên bề mặt của vật liệu silic oxit. Trong khía cạnh khác, silic oxit kết tủa có thể được đun nóng trong thời gian và ở nhiệt độ đủ để khử nước ít nhất một phần của ion kim loại có mặt trên bề mặt silic oxit. Theo khía cạnh khác nữa, silic oxit kết tủa có thể được đun nóng ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ cần thiết để gây ra sự chuyển tiếp pha một cách đáng kể hoặc sự thay đổi hình thái đến vật liệu. Trong các khía cạnh khác, silic oxit kết tủa có thể được đun nóng như vậy độ xốp trung gian và vĩ mô của vật liệu silic oxit là không bị thay đổi đáng kể bằng cách xử lý nhiệt.

Ở một khía cạnh khác, silic oxit kết tủa có thể được đun nóng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400°C đến 900°C, ví dụ, nằm trong khoảng 400, 450, 500, 550, 600, 650, 700, 750, 800, 850, hoặc 900°C. Trong khía cạnh khác, silic oxit kết tủa có thể được đun nóng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 450°C đến 650°C, ví dụ nằm trong khoảng 450, 500, 550, 600, hoặc 650°C. Điều này được đánh giá cao rằng thời gian cần thiết để khử nước tất cả hoặc một phần của các loại kim loại, nếu có mặt trên bề mặt silic oxit, có thể khác nhau phụ thuộc vào nhiệt độ mà tại đó vật liệu được đun nóng. Ở một khía cạnh khác, silic oxit kết tủa có thể được đun nóng ở nhiệt độ khoảng 550°C trong thời gian lớn hơn khoảng 8 giờ.

Vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt

Sau khi xử lý nhiệt, vật liệu silic oxit thu được có thể tùy ý có nồng độ kim loại (ví dụ, của kim loại từ một hoặc nhiều muối kim loại) lên khoảng 10% trong lượng, ví dụ, nằm trong khoảng 0,5, 1, 1,25, 1,5, 1,75, 2, 2,25, 2,5, 2,75, 3, 3,25, 3,5, 3,75, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5, 7, 7,5, 8, 8,5, 9, 9,5, hoặc 10% trọng lượng. Trong khía cạnh khác, vật liệu silic oxit thu được có thể có nồng độ kim loại lên khoảng 5% trọng lượng, ví dụ, Trong khía cạnh khác nữa, vật liệu silic oxit thu được có thể có nồng độ kim loại

nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 4% trọng lượng, ví dụ, nằm trong khoảng 1, 1,25, 1,5, 1,75, 2, 2,25, 2,5, 2,75, 3, 3,25, 3,5, 3,75, hoặc 4% trọng lượng.

Trong khía cạnh khác, vật liệu silic oxit thu được có thể có nhôm oxit có mặt trên bề mặt của chúng, ví dụ, ở nồng độ nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 4% trọng lượng. Theo khía cạnh khác nữa, vật liệu silic oxit thu được có thể không có hoặc không có mặt đáng kể của oxit kim loại, ví dụ, khi tạp chất muối kim loại là không được sử dụng.

Trong khía cạnh khác, vật liệu silic oxit thu được có thể biểu hiện lượng mất khi nung ở 900°C ít nhất khoảng 3% trọng lượng, ví dụ, nằm trong khoảng 1, 1,5, 2, 2,5, hoặc 3% trọng lượng. Trong khía cạnh khác, vật liệu silic oxit thu được có thể biểu hiện sự đăng nhập đốt cháy ở 900°C ít nhất khoảng 4% trọng lượng. Ở một khía cạnh khác, thông thường vật liệu silic oxit kết tủa thường có tổn hao trên trị số đốt cháy ở 900°C của giữa 4 và 6, trong khi vật liệu silic oxit được điều chế như được mô tả trong bản mô tả này, bao gồm xử lý nhiệt, có thể có lượng mất khi nung ở 900°C nằm trong khoảng 2,5 hoặc ít hơn.

Theo khía cạnh khác nữa, thông thường mức độ tăng của sự polyme hóa so với silic oxit kết tủa có thể được phát hiện thông qua kỹ thuật phân tích, như, ví dụ, phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR) ^{29}Si ở trạng thái rắn.

NMR ở trạng thái rắn có thể là kỹ thuật mạnh để xác định môi trường phối hợp, ví dụ, nguyên tử silic và mức độ của sự polyme hóa của, ví dụ, silic dạng rắn. NMR ^{29}Si ở trạng thái rắn, các loại silic có thể được xác định là M, D^1 , T^m , và Q^n (bậc một, bậc hai, bậc ba và bậc bốn), thể hiện mức độ của thay thế oxy ở nguyên tử silic trung tâm, trong đó số mũ l, m và n là số của liên kết (-O-Si). Do đó, $\text{Q}^n = \text{Si}(\text{OSi})_n(\text{OR})_{4-n}$ ($n = 1-4$), $\text{T}^m = \text{RSi}(\text{OSi})_m(\text{OR})_{3-m}$ ($m = 1-3$), $\text{D}^1 = \text{R}_2\text{Si}(\text{OSi})_1(\text{OR})_{2-1}$ ($1 = 1-2$) và $\text{M} = \text{R}_3\text{Si}(\text{OSi})$, trong đó R là một số nhóm khác, như, ví dụ, nhóm hữu cơ hoặc nguyên tử hydro. Vì liên quan đến vật liệu silic vô cơ được bộc lộ ở đây, các loại bậc bốn có thể được quan tâm nhất. Do đó, việc giảm silanol chứa loại Q^2 và Q^3 với sự tăng lên tương ứng trong toàn bộ các loại được polyme hóa Q^4 có thể được dự kiến khi xử lý nhiệt như được mô tả trong bản mô tả này.

Trong khía cạnh khác, độ phân giải được tăng cường của quang phổ thu được có thể thu được bằng cách sử dụng “ảo thuật góc quay” (MAS) trong đó các mẫu được

đưa vào roto và quay ở tốc độ cao, ví dụ, >3000 vòng/phút, trong khi bị nghiêng ở “góc ảo thuật” khoảng $54,74^\circ$ đối với từ trường áp dụng. Trong khía cạnh này, góc quay này có thể được sử dụng bởi vì hầu hết sự tương tác là gây ra sự mở rộng (tương tác lưỡng cực, sự thay đổi hóa học không đẳng hướng (CSA) và sự khác nhau trong định hướng các mầm tinh thể) có sự phụ thuộc góc khoảng $3\cos^2\theta - 1$, trong đó θ là góc giữa từ trường áp dụng và các trục chính. Trong khía cạnh này, nếu $\theta = 57,74^\circ$, $3\cos^2\theta - 1 = 0$ và các hiệu ứng mở rộng được giảm thiểu. Ngoài ra, quay hiệu quả vòng/phút cao có thể cho phép tính trung bình các loại từ vật liệu rắn được giữ ở hướng cố định. Do đó, MAS-NMR ^{29}Si về bản chất có thể tạo thông tin chi tiết về chế phẩm của vật liệu silic và bất kỳ sự thay đổi có thể xảy ra dưới điều kiện khác nhau.

Ở một khía cạnh khác, tỷ lệ làm sạch lớp màng mỏng của vật liệu silic oxit của sáng chế và/hoặc kem đánh răng bao gồm vật liệu silic oxit sáng chế có thể cao hơn so với silic oxit kết tủa không cho qua bước xử lý nhiệt và/hoặc không có oxit kim loại trên bề mặt của chúng. Trong khía cạnh khác, tỷ lệ làm sạch lớp màng mỏng có thể được cải thiện bằng ít nhất khoảng 10%, ví dụ, nằm trong khoảng 10, 12, 14, 16, 18, 20, 25%, hoặc lớn hơn bằng cách sử dụng các phương pháp điều chế được mô tả trong bản mô tả này. Trong các khía cạnh khác, tỷ lệ làm sạch lớp màng mỏng của vật liệu silic oxit thu được có thể trong phạm vi từ khoảng 90 đến 110, ví dụ, nằm trong khoảng 90, 92, 94, 96, 98, 100, 102, 104, 106, 108, hoặc 110. Trong các khía cạnh khác, tỷ lệ làm sạch lớp màng mỏng của vật liệu silic oxit thu được có thể cao hơn than 110, và sáng chế không mong muốn hạn chế đến tỷ lệ làm sạch lớp màng mỏng cụ thể.

Sau khi xử lý nhiệt, trị số mài mòn Einlehner của vật liệu silic oxit thu được tăng lên đáng kể. Trong các khía cạnh khác nhau, trị số mài mòn Einlehner tăng từ khoảng 90% đến 450%, ví dụ, nằm trong khoảng 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, hoặc 250%; hoặc từ khoảng 120% đến 200%, ví dụ, nằm trong khoảng 120, 125, 130, 135, 140, 145, 150, 160, 170, 180, 190, hoặc 200% sau khi xử lý nhiệt. Trong khía cạnh khác, trị số mài mòn Einlehner tăng khoảng 150% sau khi xử lý nhiệt. Trong vật liệu silic oxit kết tủa thông thường, thay đổi trong trị số mài mòn Einlehner thường tương ứng với sự thay đổi trong trị số RDA và/hoặc REA. Như vậy có sự tăng lớn trong sự mài mòn ngà răng sẽ không được chấp nhận để sử dụng trong vật liệu kem đánh răng nếu tiếp tục sử dụng sẽ dẫn đến hư hại các mô răng. Điều ngạc nhiên, vật liệu silic oxit kết tủa của

sáng chế biểu hiện tăng một cách đáng kể trong trị số mài mòn Einlehner, như được mô tả nêu trên, mà không thay đổi trong trị số RDA và/hoặc REA tương ứng. Ở một khía cạnh khác, sự mài mòn Einlehner có thể tăng một cách đáng kể trong khi duy trì trị số RDA và/hoặc REA mong muốn. Trong khía cạnh khác, trị số RDA của vật liệu silic oxit thu được có thể còn lại về cơ bản hoặc biểu hiện ít, có thể chấp nhận tăng sau khi xử lý nhiệt. Ở một khía cạnh khác, trị số RDA sau khi xử lý nhiệt còn lại khoảng 5% trị số ban đầu (trước khi xử lý nhiệt). Trong khía cạnh khác, trị số RDA có thể tăng lên đến 25%, ví dụ, nằm trong khoảng 5, 8, 12, 15, 18, 21, hoặc 25% sau khi xử lý nhiệt. Theo khía cạnh khác nữa, sự tăng lên trong RDA có thể khoảng 10% của việc tăng tương ứng trong sự mài mòn Einlehner sau khi xử lý nhiệt. Ví dụ, silic oxit kết tủa được xử lý nhiệt, đã được xử lý sơ bộ bằng cách sử dụng nhôm sulfat, có thể biểu hiện tăng trong sự mài mòn Einlehner sau khi xử lý nhiệt nằm trong khoảng 215%, trong khi trị số RDA tương ứng tăng duy nhất khoảng 22% sau khi xử lý nhiệt. Do đó, ở một khía cạnh khác, phương pháp theo sáng chế cho phép tách các trị số mài mòn Einlehner và trị số mài mòn RDA/REA. Các kỹ thuật được mô tả trong bản mô tả này có thể cung cấp hợp chất mài kem đánh răng có khả năng cải thiện tỷ lệ làm sạch lớp màng mỏng mà không gây tổn hại các mô răng.

Chế phẩm kem đánh răng

Vật liệu silic oxit kết tủa của sáng chế có thể có thể sử dụng chất phụ gia trong điều chế chế phẩm sạch dùng cho răng miệng, như kem đánh răng, kem đánh răng, và chất tương tự. Ở một khía cạnh khác, vật liệu silic oxit kết tủa được xử lý nhiệt có thể được kết hợp với một hoặc nhiều thành phần kem đánh răng, như, ví dụ, chất mài, axit rheological, chất làm trắng, chất làm ngọt, chất phụ gia hương vị, chất hoạt động bề mặt, thuốc nhuộm màu, hoặc hợp chất khác để tạo ra chế phẩm kem đánh răng. Nếu được kết hợp với chất mài khác (như bất kỳ sản phẩm được cung cấp bởi J. M. Huber Corporation dưới tên thương mại ZEODENT®), như chất mài có thể được bổ sung theo lượng bất kỳ. Ở một khía cạnh khác, vật liệu silic oxit sáng chế có thể được sử dụng ở tải nằm trong khoảng 20% trọng lượng trong chế phẩm kem đánh răng. Trong các khía cạnh khác, vật liệu silic oxit sáng chế có thể được sử dụng vượt quá 20% và lên đến 25% trọng lượng, 30% trọng lượng, 35% trọng lượng hoặc lớn hơn.

Vật liệu silic oxit sáng chế có thể được sử dụng một mình như thành phần chất làm sạch trong chế phẩm kem đánh răng hoặc kết hợp với một hoặc nhiều vật liệu mài

mòn khác. Do đó, sự kết hợp của vật liệu sáng chế với khoáng blendor tự nhiên mài mòn khác thêm vào trong công thức thức kem đánh răng thích hợp có thể sử dụng để làm sạch răng mục tiêu thích hợp và hiệu quả mài mòn ở mức độ bảo vệ được mong muốn. Do đó, bất kỳ số lượng của các loại thông thường khác của chất phụ gia mài mòn có thể có mặt trong kem đánh răng của sáng chế theo sáng chế này. Các hạt mài mòn khác bao gồm, ví dụ, và mà không giới hạn, kết tủa canxi cacbonat (PCC), canxi cacbonat ở trong đất (GCC), dicanxi phosphat hoặc các dạng dihydrat của nó, silicagel (và của cấu trúc bất kỳ), silic oxit kết tủa vô định hình (bởi chính nó và của cấu trúc bất kỳ), perlit, titan dioxit, canxi pyrophosphat, hydrat hóa nhôm oxit, nhôm oxit được nung, natri metaphosphat không hòa tan được, kali metaphosphat không hòa tan được, magie cacbonat không hòa tan được, zirconi silicat, nhôm silicat, và v.v., có thể được đưa vào trong chế phẩm mài mòn được mong muốn để điều chỉnh các đặc điểm làm sạch của công thức mục tiêu (kem đánh răng, ví dụ, v.v.), nếu được mong muốn.

Ngoài ra, như được lưu ý nêu trên, vật liệu silic oxit sáng chế có thể được sử dụng kết hợp với các vật liệu mài mòn khác, như silic oxit kết tủa, silicagel, dicanxi phosphat, dicanxi phosphat dihydrat, canxi metasilicat, canxi pyrophosphat, nhôm oxit, nhôm oxit được nung, nhôm silicat, canxi cacbonat kết tủa và canxi cacbonat ở trong đất, vôi, bentonit, nhựa nhiệt rắn dạng hạt và vật liệu mài mòn thích hợp khác được biết đến bởi những người có kinh nghiệm trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Ngoài các thành phần mài mòn, kem đánh răng có thể tùy ý bao gồm một hoặc nhiều chất nâng cao khả năng nhận cảm. Chất nâng cao khả năng nhận cảm bao gồm chất hút ẩm, chất làm ngọt, chất hoạt động bề mặt, chất tạo hương vị, thuốc nhuộm màu và chất làm đặc, (đôi khi cũng được gọi là chất kết dính, chất gôm, hoặc chất ổn định). Chất hút ẩm cung cấp bổ sung cơ thể hoặc "mô miệng" vào kem đánh răng cũng như ngăn ngừa kem đánh răng khỏi bị khô. Chất hút ẩm thích hợp có thể bao gồm polyetylen glycol (ở các trọng lượng phân tử khác nhau), propylen glycol, glyxerin (glyxerol), erytritol, xylitol, sorbitol, mannitol, lactitol, và hydrolyzat tinh bột được hydrat hóa, cũng như hỗn hợp của các thành phần. Mức độ thông thường của chất hút ẩm, nếu có mặt, có thể trong phạm vi từ khoảng 20 % trọng lượng đến 30 % trọng lượng của chế phẩm kem đánh răng.

Chất làm ngọt có thể được bổ sung vào chế phẩm kem đánh răng để tạo hương vị dễ chịu cho sản phẩm. Chất làm ngọt thích hợp bao gồm sacarin (như sacarin natri,

kali hoặc canxi), đường hóa học (như muối natri, kali hoặc canxi), acesulfan-K, thaumatin, neohesperidin dihydrochalcon, glycyrrhizin hóa hợp với amoniac, dextroza, levuloza, sucroza, mannoza, và glucoza.

Ở một khía cạnh khác, chất hoạt động bề mặt có thể cũng được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng để tạo chế phẩm thẩm mỹ hơn có thể chấp nhận được. Chất hoạt động bề mặt, nếu được sử dụng, có thể là nguyên liệu làm sạch mà phổ biến là làm sạch chế phẩm và đặc tính tạo bọt. Chất hoạt động bề mặt là lượng an toàn và hiệu quả của anion, cation, không phải ion, ion lưỡng tính, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính và betain như natri lauryl sulfat, natri dodecyl benzen sulfonat, kiềm kim loại 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, chất làm ngưng tụ polyetylen oxit của alkyl phenol, cocoamidopropyl betain, lauramidopropyl betain, palmityl betain và chất tương tự có thể được sử dụng trong kem đánh răng cùng với vật liệu silic oxit sáng chế. Chất hoạt động bề mặt, nếu có mặt, thường được sử dụng trong lượng nằm trong khoảng 0,1 đến 15% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng 0,3% đến 5% trọng lượng, như từ khoảng 0,3% đến 2%, trọng lượng.

Chất tạo hương vị tùy ý có thể được bổ sung vào chế phẩm kem đánh răng. Chất tạo hương vị thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dầu lộc đề, dầu cây bạc hà, dầu cây bạc hà lục, dầu cây de vàng, và dầu cây đinh hương, cây quế, anethol, bạc hà, dầu bách lý hương, eugenol, dầu bạch đàn, cây chanh, cây cam và các dầu khác, các hợp chất hương vị này để bổ sung lưu ý hoa quả, lưu ý gia vị, v.v.. Chất tạo hương vị có thể bao gồm hỗn hợp của andehyt, keton, este, phenol, axit, và béo, thơm và các rượu khác.

Ngoài ra, thuốc nhuộm màu có thể được bổ sung để cải thiện sự thẩm mỹ của sản phẩm kem đánh răng. Thuốc nhuộm màu thích hợp được chọn từ thuốc nhuộm màu được cung cấp bởi cơ quan quản lý thích hợp như FDA và được liệt kê trong danh sách thực phẩm và dược phẩm châu Âu và bao gồm các chất màu, như TiO_2 , và các màu như thuốc nhuộm FD&C và D&C.

Chất làm đặc có thể trong khía cạnh khác nhau, được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng của sáng chế để tạo cấu trúc dạng keo ổn định kem đánh răng chống tách pha. Chất làm đặc Thích hợp bao gồm chất làm đặc silic oxit; tinh bột; glyxerit của tinh bột; chất gồm như gồm karaya (gồm sterculia), gồm tragacan, gồm arabic, gồm ghatti, gồm acacia, gồm xanthan, gồm guar và gồm xenluloza; magie nhôm silicat (Veegôm); carrageenan; natri alginat; thạch trắng; pectin; gelatin; các hợp chất xenluloza như xenluloza, cacboxymetyl xenluloza, hydroxyetyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, hydroxymetyl xenluloza, hydroxymetyl cacboxypropyl xenluloza, metyl xenluloza, etyl xenluloza, và xenluloza sulfat; đất sét tự nhiên và tổng hợp như đất sét hectorit; cũng như hỗn hợp của các thành phần. Mức độ thông thường của chất làm đặc hoặc chất kết dính có thể trong phạm vi từ khoảng 0 % trọng lượng đến 15 % trọng lượng của chế phẩm kem đánh răng.

Chất điều trị tùy ý được sử dụng trong chế phẩm của sáng chế ngăn ngừa và điều trị sâu răng, bệnh quanh răng và độ nhạy nhiệt độ. Ví dụ về chất điều trị, mà không phải mục đích giới hạn, gốc florua, như natri florua, natri monoflophosphat, kali monoflophosphat, thiếc florua, kali florua, natri flosilicat, amoni flosilicat và chất tương tự; phosphat được cô đặc như tetranatri pyrophosphat, tetrakali pyrophosphat, dinatri dihydro pyrophosphat, trinatri monohydro pyrophosphat; tripolyphosphat, hexametaphosphat, trimetaphosphat và pyrophosphat, như ; chất kháng vi sinh vật như triclosan, bisguanides, như alexidin, clohexidin và clohexidin gluconat; enzym như papain, bromelain, glucoamylaza, amylaza, dextranaza, mutanaza, lipaza, pectinaza, tannaza, và proteaza; các hợp chất amoni bậc bốn, như benzalkonium clorua (BZK), benzethonium clorua (BZT), cetylpyridinium clorua (CPC), và domiphen bromua; muối kim loại, như kẽm citrat, kẽm clorua, và thiếc florua; dịch chiết từ cỏ rễ máu và cỏ rễ máu; dầu dễ bay hơi, như dầu bạch đàn, bạc hà, dầu bách lý hương, và metyl salyxylat; amin florua; peroxit và chất tương tự. Chất điều trị có thể được sử dụng trong công thức kem đánh răng đơn lẻ hoặc sự kết hợp ở mức độ trị liệu an toàn và hiệu quả.

Trong khía cạnh khác, chất bảo quản có thể cũng tùy ý được bổ sung vào chế phẩm của sáng chế để ngăn ngừa sự phát triển của vi khuẩn. Chất bảo quản thích hợp được chấp thuận để sử dụng trong chế phẩm dùng cho đường miệng như

metylparaben, propylparaben và natri benzoat, hoặc sự kết hợp của chúng, có thể được bổ sung theo lượng an toàn và hiệu quả.

Kem đánh răng được bọc lộ ở đây có thể cũng có các thành phần bổ sung như chất gây tê, chất làm lạnh, chất ngăn ngừa sâu răng khác, chất tạo chelat/chất cô lập, vitamin, axit amin, protein, chất chống mảng/chống sỏi thận khác, chất làm mờ, chất kháng sinh, chất chống enzym, enzym, chất điều chỉnh pH, chất oxi hóa, chất chống oxi hóa, và chất tương tự. Nước có thể được sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng để cân bằng chế phẩm, ví dụ, từ khoảng 0% trọng lượng đến 60% trọng lượng, và cung cấp các đặc tính lưu biến mong muốn.

Theo khía cạnh khác nữa, chất làm đặc silic oxit để sử dụng trong chế phẩm kem đánh răng có thể bao gồm, là không giới hạn ví dụ, silic oxit kết tủa vô định hình như ZEODENT® 165 silic oxit. Chất làm đặc silic oxit khác có thể bao gồm ZEODENT® 163 và/hoặc 167 và ZEOFREE® 153, 177, và/hoặc 265 silic oxit, tất cả có sẵn trên thị trường từ J. M. Huber Corporation, Havre de Grace Md., U.S.A.

Sáng chế có thể được mô tả bằng bất kỳ mẫu sau đây và không giới hạn các khía cạnh.

Khía cạnh 1: Phương pháp điều chế vật liệu silic oxit, phương pháp này bao gồm xử lý nhiệt vật liệu silic oxit bao gồm hợp chất kim loại, trong đó kim loại có trị số độ cứng Mohs ít nhất khoảng 5,5 ở dạng oxit của nó, và trong đó việc xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit ở nhiệt độ và trong khoảng thời gian đủ để khử nước ít nhất một phần của hợp chất kim loại được khử trên bề mặt của vật liệu.

Khía cạnh 2: Phương pháp theo khía cạnh 1, trong đó việc xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit ở nhiệt độ ít nhất khoảng 400°C trong ít nhất khoảng 8 giờ.

Khía cạnh 3: Phương pháp theo khía cạnh 1, trong đó việc xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit ở nhiệt độ ít nhất khoảng 550°C trong ít nhất khoảng 8 giờ.

Khía cạnh 4: Phương pháp theo khía cạnh 1, trong đó, sau khi xử lý nhiệt, vật liệu silic oxit có nồng độ kim loại lên khoảng 10% trọng lượng.

Khía cạnh 5: Phương pháp theo khía cạnh 1, trong đó vật liệu silic oxit được điều chế bằng cách tiếp xúc với dung dịch silicat, tác nhân axit hóa, và muối kim loại hòa tan được, trong đó muối kim loại hòa tan được bao gồm ion kim loại có trị số độ cứng Mohs ít nhất khoảng 5,5 ở dạng oxit của nó.

Khía cạnh 6: Phương pháp theo khía cạnh 5, trong đó ion kim loại bao gồm một hoặc nhiều kim loại như nhôm, thiếc, hoặc sự kết hợp của chúng.

Khía cạnh 7: Phương pháp theo khía cạnh 5, trong đó ion kim loại bao gồm nhôm.

Khía cạnh 8: Phương pháp theo khía cạnh 5, trong đó ion kim loại bao gồm thiếc.

Khía cạnh 9: Vật liệu silic oxit được điều chế bằng phương pháp theo khía cạnh 1.

Khía cạnh 10: Chế phẩm kem đánh răng bao gồm vật liệu silic oxit theo khía cạnh 9.

Khía cạnh 11: Phương pháp điều chế vật liệu kem đánh răng, phương pháp này bao gồm xử lý nhiệt vật liệu silic oxit ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400°C đến 900°C để tạo vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt, và sau đó tiếp xúc vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt với một hoặc nhiều thành phần kem đánh răng để tạo thành vật liệu kem đánh răng.

Khía cạnh 12: Phương pháp theo khía cạnh 11, trong đó việc xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit ở nhiệt độ ít nhất khoảng 400°C trong ít nhất khoảng 8 giờ.

Khía cạnh 13: Phương pháp theo khía cạnh 11, trong đó việc xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit ở nhiệt độ ít nhất khoảng 550°C trong ít nhất khoảng 8 giờ.

Khía cạnh 14: Vật liệu kem đánh răng được điều chế bằng phương pháp theo khía cạnh 11.

Khía cạnh 15: Vật liệu silic oxit có sự lượng mất khi nung ở 900°C ít nhất khoảng 3% trọng lượng.

Khía cạnh 16: Vật liệu silic oxit có một hoặc nhiều điều sau đây: a) ion kim loại được khử trên bề mặt của nó ở nồng độ lên khoảng 10% trọng lượng; b) lượng mất khi nung ở 900°C ít nhất khoảng 3% trọng lượng; hoặc c) mức polyme hóa tăng so với vật liệu silic oxit thông thường không tiếp xúc với bước xử lý nhiệt.

Khía cạnh 17: Vật liệu silic oxit theo khía cạnh 16, có ion kim loại được khử trên bề mặt của nó ở nồng độ lên khoảng 4% trọng lượng.

Khía cạnh 18: Vật liệu silic oxit theo khía cạnh 16, có trị số mài mòn Einlechner tăng lên ít nhất khoảng 150%, so với silic oxit kết tủa không được xử lý nhiệt thông thường.

Khía cạnh 19: Vật liệu silic oxit theo khía cạnh 16, có sự tăng trong trị số RDA lên khoảng 25% sau khi xử lý nhiệt, so với silic oxit kết tủa không được xử lý nhiệt thông thường.

Khía cạnh 20: Chế phẩm kem đánh răng bao gồm vật liệu silic oxit of any preceding Khía cạnh.

Điều này sẽ được hiểu rõ ràng hơn bởi những người có kinh nghiệm trong lĩnh vực kỹ thuật này các thay đổi khác nhau và các biến đổi có thể được thực hiện trong sáng chế mà không làm thay đổi phạm vi của sáng chế. Các phương án khác của sáng chế sẽ được rõ ràng hơn bởi những người có kinh nghiệm trong lĩnh vực này từ việc xem xét các đặc điểm kỹ thuật và độ pHương pháp của sáng chế được mô tả ở đây. Được mong muốn là các đặc điểm kỹ thuật và ví dụ được xem là mẫu duy nhất, với phạm vi của sáng chế được chỉ ra bằng các đặc điểm sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây được đưa ra được cung cấp bởi những người có kinh nghiệm trong lĩnh vực kỹ thuật này với sự mô tả và bộc lộ đầy đủ về các hợp chất, chế phẩm, các vật phẩm, thiết bị và/hoặc các phương pháp được mô tả ở đây được thực hiện và được đánh giá, và được mong muốn đề chỉ mẫu theo sáng chế và không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế. Sự nỗ lực đã được thực hiện để đảm bảo tính chính xác đối với các con số (ví dụ, lượng, nhiệt độ, v.v.), nhưng một số lỗi và sự sai lệch sẽ được tính toán. Trừ khi có chỉ định khác, các phần là phần trọng lượng, nhiệt độ là °C hoặc nhiệt độ môi trường, và áp suất bằng hoặc gần khí quyển.

Ví dụ 1 – Điều chế vật liệu silic oxit (mẻ nhỏ)

Trong ví dụ thứ nhất, vật liệu silic oxit được pha tạp kim loại được điều chế bằng cách sử dụng nhôm sulfat và thiếc nitrat. Vật liệu silic oxit sáng chế được điều chế trên tỷ lệ 2 galông ($0,00757 \text{ m}^3$), là được mô tả dưới đây.

Nhôm sulfat

Bổ sung 335ml dung dịch natri silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và 835ml nước vào lò phản ứng 2 galông ($0,00757 \text{ m}^3$) và được đun nóng đến 87°C trong khi khuấy trộn ở 300 vòng/phút. Sau đó bổ sung đồng thời dung dịch natri silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và axit sulfuric (17,1%, 1,12g/mL, chứa nhôm sulfat ở nồng độ khoảng 15 mol nhôm/L của dung dịch axit) ở 64ml/phút và 19,5ml/phút tương ứng trong 47 phút. Sau 47 phút, dòng silicat được ngừng lại và điều chỉnh pH đến 5,5 bằng dòng liên tục của axit. Khi đạt được pH 5,5, mẻ được để đồng hóa trong 10 phút ở 90°C . Sau khi đồng hóa, mẻ được lọc và được rửa đến độ dẫn khoảng $1500\mu\text{S}$ và được sấy qua đêm ở nhiệt độ khoảng 105°C . Sau đó mẻ được nghiền cơ học, ví dụ, bằng máy nghiền búa, đến cỡ hạt trung bình khoảng $10\mu\text{m}$. Sau đó chia mẻ thành hai phần. Phần thứ nhất của mẻ được sử dụng mà không xử lý nhiệt. Phần thứ hai của mẻ được đun nóng qua đêm ở nhiệt độ khoảng 550°C .

Thiếc nitrat

Bổ sung 335ml silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và 835ml nước vào lò phản ứng 2 galông ($0,00757 \text{ m}^3$) và được đun nóng đến 87°C với khuấy trộn ở 300 vòng/phút. Silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR), và sau đó bổ sung đồng thời axit sulfuric (17,1%, 1,12g/mL, chứa thiếc nitrat ở nồng độ khoảng 0,29 mol thiếc nitrat/L của dung dịch axit) ở 64ml/phút và 19,5ml/phút tương ứng trong 47 phút. Sau 47 phút, dòng silicat được ngừng lại và điều chỉnh pH đến 5,5 bằng dòng liên tục của axit. Khi đạt được pH 5,5, mẻ được để đồng hóa trong 10 phút ở 90°C . Sau khi đồng hóa, mẻ được lọc và được rửa đến độ dẫn khoảng $1500\mu\text{S}$ và được sấy qua đêm ở nhiệt độ khoảng 105°C . Sau đó mẻ được nghiền búa đến cỡ hạt trung bình khoảng $10\mu\text{m}$. Sau đó chia mẻ thành hai phần. Phần thứ nhất của mẻ được sử dụng mà không xử lý nhiệt. Phần thứ hai của mẻ được đun nóng qua đêm ở nhiệt độ khoảng 550°C .

Kiểm tra mẫu thu được để xác định sự khác nhau của các đặc tính. Khả năng tương thích florua được xác định bằng cách bổ sung 7,0 g vật liệu mài silic oxit (hoặc

4,0 g chất làm đặc silic oxit) vào ống ly tâm chứa 30,0 g của 1624 ppm dung dịch F^- . Sau khi trộn, dung dịch được hóa già trong 60 phút trong bộ quay trong buồng sấy ở $60^\circ C$. Sau đó các mẫu được ly tâm ở 11000 vòng/phút trong 15 phút hoặc cho đến khi không có các hạt silic oxit còn lại huyền phù trong dung dịch. sau đó bổ sung dung dịch được ly tâm vào 10ml dung dịch đệm TISAB II và nồng độ florua được xác định bằng điện cực chọn lọc ion florua.

Hàm lượng kim loại được xác định bằng phổ phát xạ quang/plasma cặp ion (ICP/OES), trong đó 2,0000 g vật liệu silic oxit được làm ẩm bằng vài giọt nước được khử ion hóa trong chén nung bạch kim. Bổ sung 10ml axit pecloric (72%) và 10ml axit flohydric (48-50%) và chén bạch kim được đun nóng từ từ trên tấm trộn trong tủ hút. Đối với chén bạch kim được đun nóng, khói trắng dày đặc được bay ra. Sau đó, các mặt của chén nung được rửa cẩn thận bằng axit boric (4%) và sau đó được đun nóng đến có khói. Sau khi được làm nguội, lượng trong chén nung được chuyển vào bình định mức 250ml và chén nung được rửa bằng nước được khử ion hóa để đảm bảo tất cả hàm lượng còn lại được chuyển toàn bộ. Sau đó chén được rửa sạch bằng 5ml axit clohydric (36%) và dung dịch sau khi rửa được bổ sung vào bình định mức. Khoảng 200ml nước được khử ion hóa sau khi được bổ sung vào bình định mức, và nếu dung dịch thu được bị vẩn đục, được đun nóng trên tấm nóng nhiệt độ thấp cho đến khi sạch. Sau khi được làm nguội, bổ sung 2,50ml dung dịch tiêu chuẩn bên trong scandi và bình định mức được rót đầy đến vạch bằng nước được khử ion hóa. Nồng độ kim loại trong dung dịch sau đó được xác định bằng ICP/OES.

Bảng 1 – Bảng tóm tắt đặc tính vật lý của vật liệu silic oxit đã được xử lý sơ bộ bằng cách sử dụng nhôm và thiếc

	Nhôm		Thiếc	
	Không được đun nóng	Được xử lý nhiệt	Không được đun nóng	Được xử lý nhiệt
	Nhôm Sulfat		Thiếc Nitrat	
Độ ẩm (%)	3,6	1,6	4,7	0,8
BET (m^2/g)	232	44	30	23
CTAB (m^2/g)	44	40	84	45
Cỡ hạt trung bình	8,0	9,3	3,5	4,9

(μm)				
Natri sulfat (%)	< 0,35	< 0,35	< 0,35	< 0,35
Sự hấp thụ dầu ($\text{cm}^3/100\text{g}$)	54	50	46	48
5% Ph	8,2	8,4	9,0	8,1
Al (%)	1,28	1,39	0,07	0,06
Zn (%)	---	---	---	---
Sn (%)	---	---	5,7	5,5
Ca (ppm)	---	---	518	405
Fe (ppm)	188	217	206	229
Mg (ppm)	48	49	32	44
Na ₂ O (%)	2,1	2,2	1,8	1,7
Khả năng tương thích florua (%)	34	52	77	97
Einlehner (mg lượng mất/100000 vòng)	7,4	18,0	18,0	34,8

Các đặc tính hóa học và vật lý từ sự phân tích của mỗi đặc tính vật liệu silic oxit là được minh họa trong bảng 1. Silic oxit được tạo ra là cấu trúc thấp, với trị số hấp thụ dầu dao động trong khoảng từ 50-61 $\text{cm}^3/100\text{g}$. Trị số hấp thụ dầu và CTAB không thay đổi đáng kể khi nung nóng đến 550°C , chỉ ra rằng độ xốp trung gian và lớn là không bị ảnh hưởng đáng kể bởi bước nung nóng. Mặc dù diện tích bề mặt BET đã giảm trong cả hai trường hợp, việc giảm này có thể xảy ra do sự kết tủa ở thể tích trong phạm vi cỡ cực nhỏ. Trị số Einlehner dùng cho tất cả các mẫu tăng lên khi nung nóng. Trong khi không mong muốn giới hạn bởi lý thuyết, sự tăng lên này do sự polyme hóa của nhóm Si-O-Si trong các hạt silic oxit và sự khử nước của sản phẩm cộng kim loại trên silic oxit, dẫn đến sự tạo thành của loại oxit kim loại được hydrat hóa ít. Vì xử lý nhiệt của các hạt silic oxit dẫn đến sự tăng lên trong mật độ tường và tăng lên theo độ cứng Mohs của loại oxit kim loại (ví dụ, 9,0 cho anpha-nhôm và ~ 6,5 cho thiếc oxit), dẫn đến trị số Einlehner được tăng lên. Trị số sẵn có florua dùng cho kim loại chứa silic oxit, ngoại trừ nhôm chứa mẫu, là không tác động tiêu cực với việc đưa các loại kim loại vào silic oxit.

Ví dụ 2 – Điều chế vật liệu silic oxit (mẻ lớn)

Trong ví dụ thứ hai, vật liệu silic oxit được điều chế trong mẻ 30 galông ($0,11355 \text{ m}^3$), là được mô tả dưới đây.

Silic oxit (không phải sản phẩm cộng kim loại)

Bổ sung 5,6 L silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và 13,9 L nước vào lò phản ứng 30 galông ($0,11355 \text{ m}^3$) và được đun nóng đến 87°C trong khi khuấy trộn ở 150 vòng/phút. Sau đó bổ sung đồng thời silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và axit sulfuric (17,1%, 1,12g/mL) ở 1,1 L/phút và 0,33 L/phút tương ứng, trong 47 phút. Sau 47 phút, dòng silicat được ngừng lại và điều chỉnh pH đến 5,5 bằng dòng liên tục của axit. Khi đạt được pH 5,5, mẻ được để đồng hóa trong 10 phút ở 90°C . Sau khi đồng hóa, mẻ được lọc và được rửa đến độ dẫn khoảng $1500\mu\text{S}$ và được sấy khô. Mẻ được nghiền búa đến cỡ hạt trung bình khoảng $10\mu\text{m}$. Sau đó chia silic oxit thành hai phần. Một phần của mẻ được sử dụng mà không cần xử lý nhiệt. Phần thứ hai của mẻ được đun nóng qua đêm ở nhiệt độ khoảng 550°C .

Nhôm

Bổ sung 5,6 L silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và 13,9 L nước vào lò phản ứng 30 galông ($0,11355 \text{ m}^3$) và được đun nóng đến 87°C trong khi khuấy trộn ở 150 vòng/phút. Sau đó bổ sung đồng thời silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và axit sulfuric (17,1%, 1,12g/mL, chứa 0,25 mol nhôm/L của dung dịch axit) ở 1,1 L/phút và 0,33 L/phút tương ứng, trong 47 phút. Sau 47 phút, dòng silicat được ngừng lại và điều chỉnh pH đến 5,5 bằng dòng liên tục của axit. Khi đạt được pH 5,5, mẻ được để đồng hóa trong 10 phút ở 90°C . Sau khi đồng hóa, mẻ được lọc và được rửa đến độ dẫn khoảng $\sim 1500\mu\text{S}$ và được sấy khô. Mẻ được nghiền búa đến cỡ hạt trung bình khoảng $10\mu\text{m}$. Sau đó chia silic oxit thành hai phần. Một phần của mẻ được sử dụng mà không cần xử lý nhiệt. Phần thứ hai của mẻ được đun nóng qua đêm ở nhiệt độ khoảng 550°C .

Silic oxit (không phải sản phẩm cộng kim loại)

Bổ sung 1,9 L silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và 4,8 L nước vào lò phản ứng 30 galông ($0,11355 \text{ m}^3$) và được đun nóng đến 87°C trong khi khuấy trộn ở 150 vòng/phút. Sau đó bổ sung đồng thời silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và axit

sulfuric (17,1%, 1,12g/mL) ở 1,1 L/phút và 0,35 L/phút tương ứng, trong 47 phút. Sau 47 phút, dòng silicat được ngừng lại và điều chỉnh pH đến 5,5 bằng dòng liên tục của axit. Khi đạt được pH 5,5, mẻ được để đồng hóa trong 10 phút ở 90°C. Sau khi đồng hóa, mẻ được lọc và được rửa đến độ dẫn khoảng 1500 μ S và được sấy khô. Mẻ được nghiền búa đến cỡ hạt trung bình khoảng 10 μ m. Sau đó chia silic oxit thành hai phần. Một phần của mẻ được sử dụng mà không cần xử lý nhiệt. Phần thứ hai của mẻ được đun nóng qua đêm ở nhiệt độ khoảng 550°C.

Nhôm

Bổ sung 1,9 L silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và 4,8 L nước vào lò phản ứng 30 galông (0,11355 m³) và được đun nóng đến 87°C trong khi khuấy trộn ở 150 vòng/phút. Sau đó bổ sung đồng thời silicat (19,5%, 1,180g/mL, 3,32 MR) và axit sulfuric (17,1%, 1,12g/mL, chứa 0,25 mol nhôm/L của dung dịch axit) ở 1,1 L/phút và 0,35 L/phút tương ứng, trong 47 phút. Sau 47 phút, dòng silicat được ngừng lại và điều chỉnh pH đến 5,5 bằng dòng liên tục của axit. Khi đạt được pH 5,5, mẻ được để đồng hóa trong 10 phút ở 90°C. Sau khi đồng hóa, mẻ được lọc và được rửa đến độ dẫn khoảng 1500 μ S và được sấy khô. Mẻ được nghiền búa đến cỡ hạt trung bình khoảng 10 μ m. Sau đó chia silic oxit thành hai phần. Một phần của mẻ được sử dụng mà không cần xử lý nhiệt. Phần thứ hai của mẻ được đun nóng qua đêm ở nhiệt độ khoảng 550°C.

Zeolex 7A

Mẫu kiểm soát của silic oxit Zeolex® 7A được chia thành nhiều phần bằng nhau. Một phần được sử dụng mà không cần xử lý nhiệt. Phần thứ hai được đun nóng qua đêm ở nhiệt độ khoảng 550°C.

Đặc tính vật lý của silic oxit được xử lý sơ bộ trong lò phản ứng 30-galông (0,11355 m³) được thể hiện trong bảng 2. Mẫu silic oxit và chất tương ứng tương tự của chúng chứa ~ 3% Al được điều chế ở phạm vi mức độ cấu trúc khoảng ~ 60-80 và 45-60 cm³/100g. Xử lý nhiệt qua đêm ở 550°C dẫn đến sự giảm nhẹ trong sự hấp thụ dầu và trị số hấp thụ nước dùng cho tất cả mẫu được thử nghiệm. Trị số diện tích bề mặt BET giảm đáng kể sau khi nung nóng, có thể xảy ra do kết tủa xốp cực nhỏ trong các mẫu. Trị số Einlehner cũng được tăng lên dùng cho tất cả mẫu được thử nghiệm, cả hai có và không có mặt nhôm.

Bảng 2. Bảng tóm tắt đặc tính vật lý từ mẻ 30-galông (0,11355 m³)

	Silic oxit (không có kim loại)		Nhôm		Silic oxit (không có kim loại)		Nhôm		Zeolex 7A	
	Không được đun nóng	Được đun nóng	Không được đun nóng	Được đun nóng	Không được đun nóng	Được đun nóng	Không được đun nóng	Được đun nóng	Không được đun nóng	Được đun nóng
Độ ẩm (%)	5,9	0,7	7,4	0,1	4,9	0,2	4,1	0,8		0,6
BET (m ² /g)	118	40	311	98	63	29	282	69		119
CTAB (m ² /g)	32	29	77	59	26	24	49	39		125
Cỡ hạt trung bình (µm)	9,3	9,5	8,3	8,0	10,0	10,9	7,5	8,0		9,5
Natri sulfat (%)	1,38	1,91	1,95	2,13	0,89	1,42	1,38	1,64		
Sự hấp thụ dầu (cm ³ /100g)	79	71	72	63	63	53	50	47		120
Nước AbC (cm ³ /100g)	104	93	98	89	82	69	73	67		166
5% pH	7,8	7,2	7,7	8,6	8,8	8,3	7,9	8,7		7,3
LOI (%)	5,4	1,9	7,5	2,8	6,1	1,8	9,4	2,1		
Al (%)	0,07	0,07	2,80	3,36	0,12	0,14	2,85	3,39		5,0
Zn (%)	---	---	---	---	---	---	---	---		---
Sn (%)	---	---	---	---	---	---	---	---		---
Ca (ppm)	268	343	125	129	714	786	220	272		---
Fe (ppm)	218	198	145	173	178	189	142	161		---
Mg (ppm)	82	96	72	87	343	366	122	145		---
Na ₂ O (%)	0,92	1,04	2,40	2,88	1,01	1,17	2,32	2,69		---
Bột XRD	Vô định hình									
Khả năng tương thích	96	99	30	39	89	99	33	43		

florua (%)										
Einlehner (mg lượng mất/100000 vòng)	6,5	16,3	3,2	18,1	14,9	36,5	5,9	18,6		

Mẫu silic oxit và nhôm được điều chế thành chế phẩm kem đánh răng ở 20% tải, như được mô tả trong bảng 3 dưới đây. Thử nghiệm PCR và RDA được điều chế trên kết quả chế phẩm kem đánh răng.

Bảng 3. Công thức kem đánh răng được sử dụng cho thử nghiệm PCR/RDA.

Ví dụ #	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7
Glyxerin (99,7%)	11,00	11,00	11,00	11,00	11,00	11,00	11,00
Sorbitol (70%)	40,00	40,00	40,00	40,00	40,00	40,00	40,00
Nước được khử ion hóa	Q.S.	Q.S.	Q.S.	Q.S.	Q.S.	Q.S.	Q.S.
PEG-12	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
Cekol 2000	1,20	1,20	1,20	1,20	1,20	1,20	1,20
Tetranatri pyrophosphat	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Natri sacarin	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Natri florua	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24
Silic oxit đậm đặc							
Zeodent 165	1,50						
Silic oxit mài mòn							
Silic oxit (không có kim loại) – Không được xử lý nhiệt	20,00	---	---	---	---	---	---
Silic oxit (không có kim loại) – Được xử lý nhiệt	---	20,00	---	---	---	---	---
Nhôm – Không được xử lý nhiệt	---	---	20,00	---	---	---	---
Nhôm – Được xử lý nhiệt	---	---	---	20,00	---	---	---
Zeodent 103	---	---	---	---	20,00	---	---
Zeolex 7A – Không được	---	---	---	---	---	20,00	---

xử lý nhiệt							
Zeolex 7A – Được xử lý nhiệt	---	---	---	---	---	---	20,00
Titan dioxit	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Natri lauryl sulfat	1,20	1,20	1,20	1,20	1,20	1,20	1,20
Hương vị	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65
Tổng	100	100	100	100	100	100	100

Bảng 4. Bảng tóm tắt các kết quả PCR/RDA.

Ví dụ#	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7
PCR #1 (IU, 20% tải)	83	95	79	98	82	38	61
PCR #2 (IU, 20% tải)	101	109	94	104	103	56	79
PCR trung bình	92	102	87	101	93	47	70
(%) PCR tăng	11		16		---	49	
RDA (IU, 20% tải)	190	207	177	217	184	28	54

Thử nghiệm PCR cho thấy rằng cả hai silic oxit (mà không phải sản phẩm cộng kim loại) và mẫu silic oxit chứa nhôm đạt được trị số cao hơn sau khi xử lý nhiệt. Sự gia tăng PCR trung bình cho mẫu silic oxit là 11% và mức tăng trung bình cho mẫu silic oxit chứa nhôm tăng khoảng 16% và 49%. RDA tăng trong mỗi trường hợp, nhưng trị số RDA vẫn ở mức thông thường quan sát được vật liệu mài silic oxit được kết tủa.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp điều chế vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt, phương pháp này bao gồm bước xử lý nhiệt vật liệu silic oxit kết tủa bao gồm kim loại, trong đó kim loại có trị số độ cứng Mohs là ít nhất khoảng 5,5 ở dạng oxit của nó, và trong đó bước xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit kết tủa ở nhiệt độ và trong khoảng thời gian đủ để tạo ra vật liệu silic oxit kết tủa được xử lý nhiệt mà được đặc trưng bởi lượng mất khi nung ở 900°C nhỏ hơn khoảng 3% trọng lượng, và trong đó trị số mài mòn Einleher của vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt lớn hơn từ 90% đến 450% so với trị số mài mòn Einleher của vật liệu silic oxit kết tủa.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit kết tủa ở nhiệt độ ít nhất khoảng 400°C trong ít nhất khoảng 8 giờ.
3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit kết tủa ở nhiệt độ ít nhất khoảng 550°C trong ít nhất khoảng 8 giờ.
4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt có hàm lượng kim loại nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng lên đến khoảng 10% trọng lượng.
5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vật liệu silic oxit kết tủa được điều chế bằng cách cho dung dịch silicat, tác nhân axit hóa, và muối kim loại hòa tan được tiếp xúc với nhau, trong đó muối kim loại hòa tan được bao gồm ion kim loại có trị số độ cứng Mohs là ít nhất khoảng 5,5 ở dạng oxit của nó.
6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó ion kim loại bao gồm một hoặc nhiều kim loại gồm nhôm, thiếc hoặc hỗn hợp của chúng.
7. Phương pháp theo điểm 5, trong đó ion kim loại bao gồm nhôm.
8. Phương pháp theo điểm 5, trong đó ion kim loại bao gồm thiếc.
9. Vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt được điều chế bằng phương pháp theo điểm 1.
10. Chế phẩm kem đánh răng bao gồm vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt theo điểm 9.

11. Phương pháp điều chế vật liệu kem đánh răng, phương pháp này bao gồm bước xử lý nhiệt vật liệu silic oxit kết tủa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400°C đến 900°C để tạo ra vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt, và sau đó cho vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt tiếp xúc với một hoặc nhiều thành phần kem đánh răng để tạo ra vật liệu kem đánh răng, trong đó:

vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt có lượng mất khi nung ở 900°C nhỏ hơn khoảng 3% trọng lượng, và

trị số mài mòn Einlehner của vật liệu silic oxit được xử lý nhiệt lớn hơn từ 90% đến 450% so với trị số mài mòn Einleher của vật liệu silic oxit kết tủa.

12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó bước xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit kết tủa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400°C đến 900°C trong ít nhất khoảng 8 giờ.

13. Phương pháp theo điểm 11, trong đó bước xử lý nhiệt bao gồm nung nóng vật liệu silic oxit kết tủa ở nhiệt độ ít nhất khoảng 550°C trong ít nhất khoảng 8 giờ.

14. Vật liệu kem đánh răng được điều chế bằng phương pháp theo điểm 11.

15. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vật liệu silic oxit kết tủa chứa các hạt silic oxit.

16. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vật liệu silic oxit kết tủa chứa các hạt nhôm silicat.

17. Phương pháp theo điểm 1, trong đó kim loại bao gồm nhôm, thiếc hoặc hỗn hợp của chúng.

18. Phương pháp theo điểm 5, trong đó muối kim loại bao gồm sulfat, nitrat, phosphat hoặc cacbonat của nhôm hoặc thiếc.

19. Vật liệu silic oxit kết tủa bao gồm từ 1% trọng lượng đến 10% trọng lượng kim loại có trị số độ cứng Mohs ít nhất là 5,5 ở dạng oxit của nó, và trong đó vật liệu silic oxit kết tủa được đặc trưng bởi:

lượng mất khi nung ở 900°C là nhỏ hơn khoảng 3% trọng lượng; và

tỷ lệ làm sạch màng mỏng (PCR, pellicle cleaning ratio) với lượng mang ở 20% ít nhất là 90.

20. Vật liệu silic oxit theo điểm 19, trong đó kim loại bao gồm nhôm.

21. Vật liệu silic oxit theo điểm 19, trong đó kim loại bao gồm thiếc.
22. Vật liệu silic oxit theo điểm 19, trong đó vật liệu silic oxit kết tủa chứa các hạt nhôm silicat.
23. Vật liệu silic oxit theo điểm 19, trong đó vật liệu silic oxit kết tủa còn được đặc trưng bởi trị số mài mòn Einlehner nằm trong khoảng từ 18mg đến 34,8mg lượng mất/100000 vòng.
24. Chế phẩm kem đánh răng chứa vật liệu silic oxit theo điểm 19.