

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(21) 201490704 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2014.07.30

(22) Дата подачи заявки
2012.09.12

(51) Int. Cl. *A61K 8/02* (2006.01)
A61K 8/04 (2006.01)
A61K 8/19 (2006.01)
A61K 8/20 (2006.01)
A61K 8/26 (2006.01)
A61Q 15/00 (2006.01)
A61K 8/31 (2006.01)
A61K 8/37 (2006.01)
A61K 8/58 (2006.01)
A61K 8/891 (2006.01)

(54) КОМПОЗИЦИИ АНТИПЕРСПИРАНТА И СПОСОБ УМЕНЬШЕНИЯ
ПОТООТДЕЛЕНИЯ

(31) 11183152.5; 11194272.8

(32) 2011.09.28; 2011.12.19

(33) EP

(86) PCT/EP2012/067786

(87) WO 2013/045269 2013.04.04

(88) 2013.08.08

(71) Заявитель:
УНИЛЕВЕР Н.В. (NL)

(72) Изобретатель:
Бейкер Майкл Ричард, Флетчер Нейл
Роберт, Франклин Кевин Рональд,
Шафран Кирилл (GB)

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(57) Безводная композиция антиперспиранта, содержащая дегидратированную соль квасцов, водорастворимую соль кальция и жидкий материал-носитель, содержащий 50% или более по массе гидрофобных масел.

A1

201490704

201490704

A1

КОМПОЗИЦИИ АНТИПЕРСПИРАНТА И СПОСОБ УМЕНЬШЕНИЯ ПОТООТДЕЛЕНИЯ

Описание

Настоящее изобретение относится к области косметических композиций, в частности, композиций антиперспиранта и к их применению для уменьшения потоотделения.

Множество композиций антиперспиранта имеются на рынке в течение многих лет. Они служат для уменьшения потоотделения, в частности, после нанесения на поверхность тела. Такие композиции, как правило, рассматриваются как косметические продукты, хотя в некоторых странах активные ингредиенты, наиболее часто используемые в таких композициях, классифицируют как фармацевтические средства. Композиции наиболее часто наносят на подмышечные области тела человека.

Активные ингредиенты, общепринятые в композициях антиперспиранта, представляют собой вяжущие соли хлоргидроксида алюминия и/или циркония. Эти активные ингредиенты являются синтетическими по происхождению, полученными на химических предприятиях, и, как правило, с вовлечением относительно сложных стадий химической переработки. Такая переработка не только является дорогостоящей, но также оказывает значительное влияние на окружающую среду в отношении энергопотребления.

У потребителей увеличивается желание применять только «природные» ингредиенты и обработки к своему телу. Синтетические ингредиенты, в частности «активные» ингредиенты, потребители часто рассматривают как неподходящие для такого применения. Существует ряд природных ингредиентов, способных предоставлять до некоторой степени преимущество дезодорирования при нанесении на поверхность тела человека, но эти ингредиенты, как правило, неспособны предоставлять значительное преимущество антиперспирации, т.е. они не подавляют потоотделение до такой степени, какую потребители могут находить приемлемой. Таким образом, существует проблема достижения хорошей антиперспирации с использованием активных ингредиентов, являющихся природными ингредиентами.

Соли квасцы описаны как пригодные для использования в ряде

композиций дезодоранта и, действительно, такие продукты представлены на рынке.

В США 6139824 (L'Oreal, 2000) описано использование калиевых квасцов в эмульсиях вода-в-масле для дезодорирования тела. В этом патенте ссылаются также на несколько других публикаций, в которых калиевые квасцы используют в водном и водно/этанольном растворах и в суспензионных карандашах.

В EP 1974716 A (Sara Lee, 2007) и WO 08/120976 (Sara Lee, 2008) описаны косметические композиции, например, композиции дезодоранта, содержащие по меньшей мере частично дегидратированный сульфат алюминия и жидкий носитель, отличный от воды.

Crystal Spring Ltd. предлагает или предложил ряд природных дезодорантов, основанных на дезодорирующем эффекте калиевых квасцов.

Green Bear UK Ltd. предлагает или предложил дезодорант-карандаш из кристаллических квасцов.

В США 5534246 (Helen Curtis, 1996) описаны композиции антиперспиранта эмульсии вода-в-масле, в которых соли квасцы являются необязательными компонентами; однако, не приведено примеров составов, содержащих соли квасцы.

В США 133430 (John Gamgee, 1872) описано изготовление дезодорирующего порошка посредством смешивания/размалывания вместе сульфата алюминия (сульфата оксида алюминия, или «квасцов») и хлорида кальция.

В других публикациях, таких как США 5955065 (Gillette, 1999), описано использование водорастворимых солей кальция для усиления действия общепринятых активных средств антиперспирантов. Химические реакции, описанные в таких публикациях, включают усиление пиков 3 и 4 при прохождении ВЭЖХ таких активных средств-антиперспирантов. Молекулы, отвечающие за эти пики, не получены в способах, описанных в указанном документе, и химические реакции в основе настоящего изобретения полностью отличаются (см. ниже).

Задачей настоящего изобретения является получение эффективных композиций антиперспиранта, включая относительно

низкую стоимость и относительно небольшое влияние на окружающую среду. Кроме того, способ и композиции по изобретению можно рассматривать, как обладающие хорошей квалификацией «природных», включая природные ингредиенты антиперспиранта или по меньшей мере полученные из природных ингредиенты антиперспиранта.

Следующей задачей настоящего изобретения является получение высокоэффективных композиций антиперспиранта.

Следующей задачей настоящего изобретения является предоставление высокоэффективного способа уменьшения потоотделения, и конкретной задачей является исключение использования синтетических активных веществ антиперспиранта хлоргидроксида алюминия и/или циркония, таких как хлоргидрат алюминия.

В безводных композициях, содержащих вяжущие соли хлоргидроксида алюминия и/или циркония, широкое множество жидкостей можно использовать в качестве материалов носителя. Эти жидкости используют, чтобы диспергировать и суспендировать антиперспиранты – соли хлоргидроксида алюминия и/или циркония в форме твердых частиц в композиции. Кроме того, их можно выбирать для предоставления преимуществ смягчения и невидимости осадка.

Когда комбинацию соли квасцов и водорастворимой соли кальция, такой как хлорид кальция, используют в композиции антиперспиранта, жидкости носителя необходимо выбирать с осторожностью, чтобы избежать проблем в ходе изготовления и последующего хранения. Если используют жидкости с параметром растворимости Гильдебранда (HSP) выше 18,02 (МПа)^{0,5}, степень их использования должна быть ограничена. Невозможность выполнить это может приводить к нестабильным по отношению к их реологическим и физическим свойствам составам. Аэрозольные базовые композиции могут образовывать осадок твердых веществ или становиться зернистыми в ходе получения или при последующем хранении. Могут формироваться композиции карандаша с нежелательной мягкостью. Это, в частности, представляет собой случай, когда стеариловый спирт используют в качестве основного

структурообразователя карандаша, т.е. структурообразователя, используемого в наибольшем проценте по массе. Другой проблемой является то, что составы карандаша могут становиться очень твердыми при хранении, так что это делает их непригодными. Выдвинута гипотеза, что квасцы и хлорид кальция вступают друг с другом в реакцию, опосредованную относительно полярной жидкостью.

В первом аспекте настоящее изобретение относится к композиции антиперспиранта, имеющей менее 2% по массе свободной воды, содержащей дегидратированную соль квасцов, представляющую собой сульфат алюминия или любой двойной сульфат алюминия и одновалентного металла, выбранного из калия, натрия, или аммония, водорастворимую соль кальция и материал жидкого носителя, содержащий:

(i) 50% или более масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда (HSP) 18,02 (МПа)^{0,5} или менее;

(ii) 30% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,25 (МПа)^{0,5} или более;

(iii) 20% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,61 (МПа)^{0,5} или более; и

(iv) 10% или менее жидкостей, имеющих HSP 23,20 (МПа)^{0,5} или более;

все проценты приведены по массе.

Во втором аспекте настоящее изобретение относится к способу уменьшения потоотделения тела человека, включающему местное нанесение композиции по первому аспекту изобретения.

В третьем аспекте настоящее изобретение относится к способу изготовления композиции антиперспиранта, имеющей менее 2% по массе свободной воды, содержащей дегидратированную соль квасцов, представляющую собой сульфат алюминия или любой двойной сульфат алюминия и одновалентного металла, выбранного из калия, натрия, или аммония, и комбинацию полученной дегидратированной соли с водорастворимой солью кальция и материалом жидкого носителя, содержащим:

(i) 80% или более по массе масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда 18,02 (МПа)^{0,5} или менее;

(ii) 30% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,25 (МПа)^{0,5} или более;

(iii) 20% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,61 (МПа)^{0,5} или более; и

(iv) 10% или менее жидкостей, имеющих HSP 23,20 (МПа)^{0,5} или более;

все проценты приведены по массе.

Способ уменьшения потоотделения, описанный в настоящем описании, предназначен для уменьшения потоотделения с поверхности тела человека, в частности из областей подмышек и ног, и особенно из областей подмышек, иначе известных как подмышечные впадины.

Способ можно, в общем, рассматривать как косметический способ, и композиции, используемые при осуществлении способа, как косметические композиции. Указано, что способ может являться необычайно эффективным, и его можно использовать также для лечения медицинского состояния очень сильного потоотделения, известного как гипергидроз.

Способ, как правило, включает местное нанесение композиции по первому аспекту изобретения непосредственно на поверхность тела человека. В альтернативном варианте осуществления композицию можно наносить опосредованно на поверхность тела человека, например, посредством нанесения указанной композиции на влажную салфетку, которую, в свою очередь, применяют на поверхности тела человека.

Когда композицию наносят на поверхность тела человека, выдвигают гипотезу, что жидкости, происходящие из потовых желез, по меньшей мере частично растворяют и таким образом мобилизуют соли, давая им взаимодействовать и, таким образом, предоставляют хорошее преимущество антиперспирации.

В настоящем описании термин «высушенный порошок» следует понимать, как включающий как кристаллическое, так и аморфное агрегатное состояние. Такие порошки имеют уменьшенное содержание воды, по сравнению с содержанием в большинстве гидратированных природных солей конкретной используемой соли. Более подробно сказано относительно предпочтительных

«высушенных порошков» в разделах, описывающих предпочтительные соли квасцов и предпочтительные соли хлорида кальция.

В настоящем описании термин «дегидратированный» при использовании по отношению к соли следует понимать как относящийся к соли, имеющей уменьшенное содержание воды, по сравнению с содержанием в большинстве гидратированных природных солей конкретной используемой соли.

В настоящем описании термин «безводный» следует понимать как обозначающий имеющий менее 2% по массе свободной воды. Предпочтительно, безводные композиции имеют менее 1% по массе свободной воды и, более предпочтительно, менее 0,5%.

В настоящем описании «свободная вода» представляет собой воду, отличную от гидратационной воды, связанной с любым конкретным компонентом. Дегидратированные соли квасцов и водорастворимые соли кальция доступны в виде свободно текучих порошков, которые, как правило, имеют некоторое количество воды, ассоциированной с ними, и она представляет собой, как правило, гидратационную воду.

В настоящем описании термин «жидкость» следует понимать как обозначающий агрегатное состояние при температуре и давлении окружающей среды, что означает 20°C и 1 атмосферу.

В настоящем описании термин «масло» следует понимать, как обозначающий вещество, не смешивающееся с водой, которое представляет собой жидкость при температуре и давлении окружающей среды.

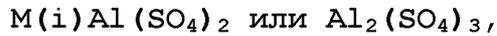
В настоящем описании все проценты (%) следует понимать как проценты по массе (% масс./масс.), если не указано иное.

Предпочтительно, чтобы безводные композиции имели суммарное содержание воды (включая гидратационную воду, ассоциированную с их компонентами) менее 10% по массе и, более предпочтительно, менее 5%.

Термин соль квасцов, как используют в настоящем описании, означает сульфат алюминия (иногда называемый «квасцы») или любой двойной сульфат алюминия и одновалентного иона металла, выбранного из калия, натрия, или аммония. Он не включает соли

квасцы, представляющие собой двойные сульфаты одновалентного металла и трехвалентного металла, отличного от алюминия, такого как хром (III) или железо (III).

Соли квасцы для использования по настоящему изобретению представляют собой калиевые квасцы, аммониевые квасцы, натриевые квасцы и сульфат алюминия. Другими словами:



где M(i) представляет собой K^+ , Na^+ , NH_4^+ или их смесь.

Предпочтительными солями квасцов являются аммониевые и калиевые квасцы, особенно, калиевые квасцы.

Соли квасцов, используемые по настоящему изобретению, имеют уменьшенное содержание воды, другими словами, они являются по меньшей мере частично дегидратированными. Их можно альтернативно описать как высушенные порошки (см. выше). Обнаружено, что использование таких солей улучшает простое составление и/или приводит к улучшенной стабильности при хранении композиции.

Обнаружено, что додекагидрат калиевых квасцов особенно сложно составлять с хлоридом кальция; однако, уменьшение содержания воды в нем на 25% или более может приводить к приемлемым композициям. Типичные соли квасцов для использования по настоящему изобретению имеют содержание воды менее 35% по массе. Предпочтительные соли квасцов имеют содержание воды менее 28% по массе и особенно предпочтительны соли квасцов, имеющие содержание воды менее 20% по массе. Когда вода присутствует, она, как правило, присутствует в форме гидратационной воды.

Соли квасцов, используемые по настоящему изобретению, как правило, размалывают для получения уменьшенного размера частиц. В предпочтительных вариантах осуществления распределение размеров частиц соли квасцов является таким, что его D50 составляет менее 75 микрон и, более предпочтительно, менее 50 микрон. Распределение размеров частиц соли квасцов предпочтительно является таким, что менее 5% и, более предпочтительно, менее 1% по массе частиц имеют размер частиц более 120 микрон.

Распределение размеров частиц соли квасцов можно преимущественно измерять с использованием способа рассеяния света на Malvern Mastersizer 2000. Порошок диспергируют в силиконовой жидкости (DC245), и результаты анализируют, принимая показатель преломления частиц 1,55 и кажущийся показатель преломления 0,001.

Водорастворимая соль кальция, используемая по настоящему изобретению, предпочтительно представляет собой хлорид кальция, но в других вариантах осуществления ион хлорида может быть заменен полностью или частично бромидом, иодидом или нитратом. Следует понимать, что ссылка на хлорид кальция в настоящем описании, в общем, приведена на этот материал, необязательно, с заменами, как описано выше.

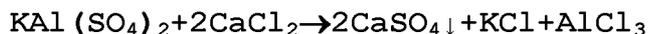
Предпочтительно, хлорид кальция представляет собой высушенный порошок (см. выше). Очень предпочтительно, чтобы хлорид кальция имел содержание воды 25% или менее. Пригодные соли хлорида кальция для таких композиций включают дигидрат хлорида кальция и безводный хлорид кальция, где безводный хлорид кальция является предпочтительным. Следует отметить, однако, что безводный хлорид кальция, как он получен от некоторых поставщиков, может содержать вплоть до приблизительно 14% по массе гидратационной воды.

Хлорид кальция, используемый по настоящему изобретению, как правило, размалывают для получения уменьшенного размера частиц. В предпочтительных вариантах осуществления распределение размеров частиц хлорида кальция является таким, что его D50 составляет менее 100 микрон, более предпочтительно, менее 75 микрон и, наиболее предпочтительно, менее 50 микрон. Распределение размеров частиц хлорида кальция предпочтительно является таким, что менее 5% и, более предпочтительно, менее 1% по массе частиц имеют размер частиц более 120 микрон.

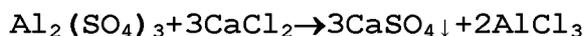
Распределение размеров частиц соли квасцов можно преимущественно измерять с применением способа рассеяния света на Malvern Mastersizer 2000. Порошок диспергируют в силиконовой жидкости (DC245), и результаты анализируют, принимая показатель преломления частиц 1,55 и кажущийся показатель преломления

0,001.

Центральным по настоящему изобретению является своевременный запуск следующей химической реакции:



или



В верхнем уравнении ион калия (K^+) может быть заменен на натрий (Na^+) или аммоний (NH_4^+).

В обоих уравнениях используемый ион хлорида можно заменять на бромид, иодид или нитрат. Таким образом, хлорид кальция равным образом может представлять собой бромид, иодид, нитрат кальция или любую их смесь.

Стехиометрия вышеуказанных уравнений требует одного моля квасцов на два моля хлорида кальция в первом и одного моля квасцов на три моля хлорида кальция во втором. Эти уравнения составляют основу для предпочтительных соотношений этих компонентов в композициях по изобретению. В таких композициях предпочтительно, чтобы молярное количество хлорида кальция превышало молярное количество соли квасцов. Также является предпочтительным, чтобы количество хлорида кальция по меньшей мере совпадало с количеством, стехиометрически требуемым в вышеуказанных уравнениях, по отношению к количеству и типу присутствующих квасцов. Это означает, что предпочтительно, чтобы молярное соотношение хлорида кальция к соли квасцов составляло по меньшей мере 2:1.

В композициях, содержащих хлорид кальция и натриевые, калиевые или аммониевые квасцы в качестве основной присутствующей соли квасцов, молярное соотношение хлорида кальция к соли квасцов составляет предпочтительно от 1:1 до 5:1, более предпочтительно, от 3:2 до 3:1 и, наиболее предпочтительно, приблизительно 2:1.

В композициях, содержащих хлорид кальция и сульфат алюминия в качестве основной присутствующей соли квасцов, молярное соотношение хлорида кальция к соли квасцов составляет предпочтительно от 2:1 до 6:1, более предпочтительно, от 5:2 до

4:1 и, наиболее предпочтительно, приблизительно 3:1.

Является важным по настоящему изобретению, чтобы реакция, указанная выше, происходила только до минимальной степени до того, как компоненты будут доставлены к поверхности кожи человека. Преждевременная реакция приводит к агрегатному состоянию вещества, проявляющему тенденцию не предоставлять желаемые преимущества; действительно, как правило, необычайно трудно даже наносить указанное вещество на желаемое местоположение.

Химическая реакция, включенная в настоящее изобретение, может происходить только когда ионы, составляющие участвующие в реакции вещества, обладают достаточной подвижностью. В конкретных предпочтительных вариантах осуществления настоящего изобретения эта подвижность, как правило, возникает, когда участвующие в реакции вещества растворяются в водных биологических жидкостях, обнаруженных на поверхности тела человека.

Хлорид магния является неэффективным при использовании вместо хлорида кальция из-за намного большей растворимости в воде сульфата магния по сравнению с сульфатом кальция.

Третьим необходимым компонентом по изобретению является жидкий материал-носитель, содержащий относительно гидрофобные компоненты. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что большая доля (50% или более) жидкого материала-носителя должна быть составлена из масел, имеющих $\text{HSP } 18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее. Предпочтительно, жидкий материал-носитель содержит 70% или более таких масел и, более предпочтительно, 80% или более. Кроме того, жидкий материал-носитель не должен содержать более чем умеренные количества жидких компонентов, имеющих менее гидрофобный характер. Обнаружено, что чем менее гидрофобным является жидкий компонент, тем менее переносимым он может являться. Таким образом, жидкий материал-носитель должен содержать 30% или менее жидкостей, имеющих $\text{HSP } 18,25 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более; 20% или менее жидкостей, имеющих $\text{HSP } 18,61 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более; и 10% или менее жидкостей, имеющих $\text{HSP } 23,20 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более.

Следует понимать, что жидкий материал-носитель может содержать жидкости, имеющие HSP более $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$, только в количестве менее 50%, предпочтительно, менее 30% и, более предпочтительно, менее 20% по массе.

Авторы настоящего изобретения обнаружили, что для композиций карандаша или твердых композиций с мягкой консистенцией, содержащих структурообразователь, предпочтительные уровни масел, имеющих HSP $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее, несколько выше. Таким образом, конкретный аспект изобретения относится к композиции карандаша или твердой композиции с мягкой консистенцией, содержащей дегидратированную соль квасцов, водорастворимую соль кальция и жидкий материал носителя, содержащий 85% или более по массе масел, имеющих HSP $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее. В таких композициях жидкий материал-носитель предпочтительно содержит 90% или более и более предпочтительно, 95% или более по массе масел, имеющих HSP $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее.

Жидкий материал-носитель следует рассматривать как включающий все жидкие компоненты композиции, за исключением любых жидких ароматизирующих компонентов, которые могут присутствовать.

HSP для многих косметических жидкостей можно получить из литературы, например, из C. D. Vaughan, J. Soc. Cosmet. Chem. (1985), 36, 319-333 или из таблицы 1 в США 2010/0047296 (Henkel). Для жидкостей, литературные значения которых не опубликованы, их можно рассчитать с использованием способов, описанных в вышеуказанной ссылке, или способов, описанных S. W. van Krevelen in Properties of Polymers, p200-225, Elsevier, (1990).

Пригодными маслами, имеющими HSP $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее, являются триэтилгексаноин, миристант изопропила, пальмитат изопропила, адипат диизопропила, гексадекан, C12-15 алкилбензоат, диоктиловый эфир, белое минеральное масло, жидкий диметикон, фенилтриметикон и циклометиконы, такие как циклопентасилоксан. В предпочтительных вариантах осуществления жидкий материал-носитель содержит 80% или более по массе масел,

выбранных из этого списка.

Жидкий материал-носитель предпочтительно содержит масла, имеющие HSP 16,36 (МПа)^{0,5} или менее. В предпочтительных вариантах осуществления жидкий материал-носитель содержит 50% или более по массе масел, имеющих HSP 16,36 (МПа)^{0,5} или менее.

Пригодными маслами, имеющими HSP 16,36 (МПа)^{0,5} или менее, являются гексадекан, C12-15 алкилбензоат, пальмитат изопропила, диоктиловый эфир, белое минеральное масло, жидкий диметикон, фенилтриметикон и циклометиконы, такие как циклопентасилоксан. В особенно предпочтительных вариантах осуществления жидкий материал-носитель содержит 85% или более по массе масел, выбранных из этого списка.

Масла с HSP более 18,02 (МПа)^{0,5}, которые можно включать, включают эфиры, такие как PPG-14 бутиловый эфир, и жирные спирты, такие как октилдодеканоил и isoцетиловый спирт.

Предпочтительные компоненты жидкого материала-носителя также выполняют дополнительную функцию; особенно предпочтительными функциями являются действие в качестве увлажняющих веществ и/или защитных жидкостей.

Предпочтительные компоненты жидкого материала-носителя являются безводными, как описано в настоящем описании выше. Предпочтительно, они содержат менее 2%, более предпочтительно, менее 1% и, наиболее предпочтительно, менее 0,5% по массе свободной воды.

Жидкий материал-носитель предпочтительно включают в композицию на уровне 1-90%, более предпочтительно, от 10 до 80% и, наиболее предпочтительно, от 20 до 70% по массе композиции, исключая любой пропеллент, который также может присутствовать.

Масла, имеющие HSP 18,02 (МПа)^{0,5} или менее, предпочтительно включают в композицию на уровне 1-90%, более предпочтительно, от 10 до 80% и наиболее предпочтительно, от 20 до 70% по массе композиции, исключая любой пропеллент, который также может присутствовать.

Другие компоненты также можно включать в композиции, используемые по изобретению.

Можно включать также дополнительные активные вещества-

антиперспиранты.

Общее количество активных веществ-антиперспирантов, включая дегидратированную соль квасцов и хлорид кальция, включенных в композицию, предпочтительно составляет 0,5-50%, в частности, от 1 до 30% и, особенно, от 2% до 26% массы композиции.

Активные вещества-антиперспиранты, используемые в дополнение к комбинации соли квасцов и хлорида кальция, часто выбирают из вяжущих активных солей, включая, в частности соли алюминия, циркония и смешанные соли алюминия/циркония. Предпочтительными дополнительными активными веществами-антиперспирантами являются галогениды алюминия, циркония и алюминия/циркония, и соли галогенгидраты, такие как хлоргидраты.

Пригодные галогенгидраты алюминия определены общей формулой $Al_2(OH)_xQy \cdot wH_2O$, где Q представляет собой хлор, бром или йод, x представляет собой переменную от 2 до 5, и $x+y=6$, в то время как wH_2O представляет собой переменный уровень гидратации. Особенно эффективные соли галогенгидратов алюминия известны как активированные хлоргидраты алюминия, и их получают способами, известными в данной области.

Пригодные циркониевые активные вещества представлены эмпирической общей формулой: $ZrO(OH)_{2n-nz}B_z \cdot wH_2O$, где z представляет собой переменную в диапазоне от 0,9 до 2,0, так что значение $2n-nz$ является нулем или положительным, n представляет собой валентность B, и B выбран из группы, состоящей из хлорида, другого галогенида, сульфамата, сульфата и их смесей.

Можно использовать комплексы антиперспиранта на основе указанных выше вяжущих солей алюминия и/или циркония. В комплексе часто используют соединение с аминокислотой, такой как глицин.

Доля твердой соли антиперспиранта в суспензионной композиции в норме включает массу всей гидратационной воды и всего комплексообразующего средства, которые также могут присутствовать в твердом активном веществе.

Можно включать также дополнительные активные дезодорирующие вещества. При их использовании, уровень включения составляет предпочтительно от 0,01% до 3% и, более предпочтительно, от 0,03% до 0,5% по массе. Предпочтительными активными дезодорирующими веществами являются такие, которые более эффективны, чем простые спирты, такие как этанол. Примеры включают соединения четверичного аммония, подобные солям цетилтриметиламмония; хлоргексидин и его соли; и монокапрат диглицерина, монолаурат диглицерина, монолаурат глицерина и сходные материалы, как описано в «Deodorant Ingredients», S.A.Makin and M.R.Lowry, in «Antiperspirants and Deodorants», Ed. K. Laden (1999, Marcel Dekker, New York). Более предпочтительными являются соли бигуанида полигексаметилен (известные также как соли бигуанида полиаминопропила), примером которых является Cosmocil CQ, доступный от Arch Chemicals; 2',4,4'-трихлор,2-гидроксидифениловый эфир (триклозан); и 3,7,11-триметилдодека-2,6,10-триенол (фарнезол).

Можно включать также другие компоненты, конкретные для типа композиции, в которой используют изобретение. Типы композиции, в которых можно использовать изобретение, включают, но без ограничения, карандаши, твердые вещества с мягкой консистенцией, аэрозоли и ролики.

Композиции карандаша или твердого вещества с мягкой консистенцией, как правило, содержат один или несколько структурообразователей или гелеобразующих средств, служащих для сгущения композиции. Такие загустители, обозначаемые как системы структурообразователей, могут быть выбраны из систем, известных в данной области для такой цели. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что выбор структурообразователей имеет особую важность, когда соль квасцов и хлорид кальция включены в одну и ту же композицию. В таких композициях обнаружено, что особенно пригодные системы структурообразователей содержат:

1. стеариловый спирт в качестве основного компонента, предпочтительно, в присутствии меньших количеств полиэтиленового воска и гидрогенизированного касторового масла;

или

2. полиэтиленовый воск в качестве основного компонента, предпочтительно, в присутствии меньших количеств гидrogenизированного касторового масла.

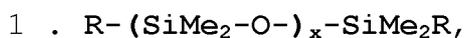
Как правило, структурообразователь и гелеобразующие средства, пригодные для использования в композициях согласно настоящему изобретению, можно классифицировать как воски или образующие неполимерные волокна гелеобразующие средства.

«Воски» можно определить как нерастворимые в воде материалы, которые являются твердыми при 30°C и, предпочтительно, также при 40°C. Они могут быть выбраны из углеводородов, линейных жирных спиртов, силиконовых полимеров, сложных эфиров воска или их смесей.

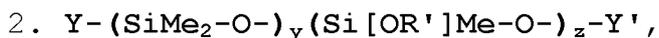
Примеры углеводородных восков включают парафиновый воск, озокерит, микрокристаллический воск и полиэтиленовый воск, где последний из названных желателен имеет среднюю молекулярную массу от 300 до 600 и преимущественно, от 350 до 525.

Линейные жирные спирты, как правило, содержат от 14 до 40 атомов углерода и часто от 16 до 24. На практике, большинство содержит четное количество атомов углерода, и многие содержат смесь соединений, даже такие, которые номинально являются одним соединением, например, стеариловый спирт.

Силиконовые полимерные воски, как правило, удовлетворяют эмпирической формуле:



где x составляет по меньшей мере 10, предпочтительно, 10-50, и R представляет собой алкильную группу, содержащую по меньшей мере 20 атомов углерода, предпочтительно, 25-40 атомов углерода, и особенно имеющую среднюю длину линейной цепи по меньшей мере 30 атомов углерода; или



где Y представляет собой SiMe₂-O, Y' SiMe₂, R' представляет собой алкил по меньшей мере из 15 атомов углерода, предпочтительно, 18-22, например, стеарил, y и z оба представляют собой целые числа, составляющие в сумме

предпочтительно от 10 до 50.

Примеры сложных эфиров воска включают сложные эфиры C_{16} - C_{22} жирных кислот с глицерином или этиленгликолем, которые могут быть выделены из природных продуктов или более удобно синтезировать из соответствующего алифатического спирта и карбоновой кислоты.

«Образующие неполимерные волокна гелеобразующие средства» способны к растворению в несмешиваемой с водой смеси масел при повышенной температуре и к осаждению при охлаждении с формированием сети очень тонких цепей, как правило, имеющих ширину не более нескольких молекул. Одна из особенно эффективных категорий таких загустителей содержит амиды N-ациламинокислот и, в частности, линейные и разветвленные диалкиламиды N-ацилглутаминовой кислоты, такие как, в частности, ди-n-бутиламид N-лауроилглутаминовой кислоты и ди-n-бутиламид N-этилгексаноилглутаминовой кислоты и особенно их смеси. Такие амидные гелеобразующие средства можно использовать в безводных композициях согласно настоящему изобретению, если желательно, с 12-гидроксистеариновой кислотой.

Другие такие образующие неполимерные волокна гелеобразующие средства включают амиды 12-гидроксистеариновой кислоты и амидные производные двух- и трехосновных карбоновых кислот, как описано в WO 98/27954, включая заслуживающие внимания алкил-N,N'-диалкилсукцинамиды.

Дополнительные пригодные структурирующие системы, содержащие образующие неполимерные волокна гелеобразующие средства этого типа, описаны в патентах США 6410003, США 7332153, США 6410001, США 6321841 и США 6248312.

Структурообразователь или гелеобразующее средство часто используют в композиции карандаша или твердого вещества с мягкой консистенцией в концентрации от 1,5 до 30%. Когда образующие неполимерные волокна гелеобразующие средства используют в качестве основного компонента структурирующей системы, их концентрация, как правило, лежит в диапазоне от 1,5 до 7,5% по массе для амидных гелеобразующих средств или их смесей и от 5 до 15% для сложноэфирных или стерольных

гелеобразующих средств. Когда воск используют в качестве основного компонента структурирующей системы, его концентрацию обычно выбирают в диапазоне от 10 до 30% по массе, и в частности, от 12 до 24% по массе.

Альтернативно, можно использовать другие типы структурообразователя или гелеобразующего средства, описанные в предшествующей области техники.

Аэрозольные композиции состоят из пропеллента и базы. Аэрозольной «базовой» композицией считают все компоненты аэрозольной композиции минус пропеллент.

Следует отметить, что пропелленты, даже когда сжижены, не являются жидкостями согласно настоящему изобретению, так как они имеют температуру кипения ниже 20°C при атмосферном давлении.

Как правило, аэрозольный пропеллент представляет собой сжиженные углеводородные или галогенированные углеводородные газы (в частности, фторированные углеводороды, такие как 1,1-дифторэтан и/или 1-трифтор-2-фторэтан), которые имеют температуру кипения ниже 10°C, и особенно те из них, которые имеют температуру кипения ниже 0°C. Особенно предпочтительно использовать сжиженные углеводородные газы и особенно C₃-C₆ углеводороды, включая пропан, бутан, изобутан, пентан и изопентан, а также смеси двух или более из них. Предпочтительными пропеллентами являются изобутан, изобутан/пропан, бутан/пропан и смеси пропана, изобутана и бутана.

Другие пропелленты, которые можно рассматривать, включают алкиловые эфиры, такие как диметиловый эфир, или сжатые неактивные газы, такие как воздух, азот или диоксид углерода.

Пропеллент, как правило, является основным компонентом аэрозольных композиций, часто составляющим от 30 до 99% массы и, предпочтительно, составляющим от 50 до 95% по массе.

В конкретных предпочтительных вариантах осуществления, аэрозольные композиции могут также содержать суспендирующее вещество, например, гидрофобно модифицированную глину, такую

как гекторит дистеарилдиметиламмония (Bentone 38V), например, Elementis, как правило, от 0,1 до 1,5% по массе.

Пропиленкарбонат также можно преимущественно использовать в аэрозольных композициях, используемых согласно настоящему изобретению, как правило, от 0,001 до 0,1% по массе.

Роликовые композиции, пригодные для использования по изобретению, как правило, представляют собой суспензионные продукты, в частности, суспензии в одном или нескольких безводных жидких материалах-носителях (см. выше), где гидрофобные жидкие материалы-носители являются предпочтительными.

Роликовые композиции, предпочтительно, содержат суспендирующее вещество, например, гидрофобно модифицированную глину, такую как гекторит дистеарилдиметиламмония (Bentone 38V), например, Elementis, как правило, от 0,5 до 3% по массе.

Роликовые композиции предпочтительно содержат сенсорный модификатор в форме частиц, например, тонко измельченную глину, такую как Aerosil 200, например, Evonik Degussa, как правило, от 0,01 до 0,5% по массе. Другие сенсорные модификаторы в форме твердых частиц включают полиэтилен в форме частиц (например, Acumist B18), тальк и диоксид титана.

В конкретных композициях, эмульгаторы, представляющие собой солюбилизаторы отдушки и/или очищающие средства, являются предпочтительными дополнительными компонентами. Примеры первых включают PEG-гидрогенизированное касторовое масло, доступное из BASF в диапазонах Cremaphor RH и CO, предпочтительно, присутствующие вплоть до 1,5% по массе, более предпочтительно, 0,3-0,7% по массе. Примеры последних включают эфиры поли(оксиэтилена).

Во многих вариантах осуществления по изобретению, отдушка является желательным дополнительным компонентом. Пригодные материалы включают общепринятые парфюмерные средства, такие как парфюмерные масла, а также включают так называемые дезодорирующие парфюмерные средства, как описано, например, в EP 545556. Уровни включения предпочтительно составляют вплоть до 5% по массе, в частности, от 0,1% до 3,5% по массе, и

особенно от 0,5% до 2,5% по массе. Отдушку можно добавлять также в инкапсулированной форме, где высвобождение запускается после нанесения посредством гидролиза или сдвига на поверхности тела человека.

Следующие дополнительные компоненты, которые также можно включать, представляют собой окрашивающие вещества и консерванты на общепринятом уровне, например, С₁-С₃алкилпарабены.

В некоторые композиции можно включать смешивающиеся с водой увлажняющие средства, такие как полиэтиленгликоли (например, PEG 400), как правило, на уровнях вплоть до 2% общей композиции.

Способ изготовления композиций по изобретению включает уменьшение содержания воды в соль квасцов до смешивания с хлоридом кальция и жидким материалом-носителем, содержащим 85% или более по массе масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее. В таких способах в солях квасцов предпочтительно уменьшено содержание воды до менее 35%, более предпочтительно, менее 28% и, наиболее предпочтительно, менее 20% по массе.

Примеры

Следующие примеры иллюстрируют конкретные варианты осуществления изобретения и не ограничивают объем изобретения. Примеры по изобретению обозначены номерами, и сравнительные примеры обозначены буквами.

Все количества представляют собой проценты по массе, если не указано иное.

Компоненты/ингредиенты, используемые в настоящем исследовании, подробно указаны ниже.

(1) Циклопентасилоксан, DC245, например, Dow Corning. [HSP=11,80 (МПа)^{0,5}].

(2) С₁₂₋₁₅ алкилбензоат, Finsolv TN, например, Finetex. [HSP=15,60 (МПа)^{0,5}].

(3) PPG-14 бутиловый эфир, Fluid AP, например, Amercol или Ucon. [HSP=18,61 (МПа)^{0,5}].

(4) Жидкий диметикон (50cs), Xiameter PMX-200, например,

Dow Corning. [HSP=12,07 (МПа)^{0,5}].

(5) Белое минеральное масло, Silkolene Sirius M70, например, Fuchs. [HSP=14,50 (МПа)^{0,5}].

(6) Гексадекан, например, Sigma-Aldrich. [HSP=16,36 (МПа)^{0,5}].

(7) Миристат изопропила, Crodamol IPM-LQ, например, Croda. [HSP=16,40 (МПа)^{0,5}].

(8) Триэтилгексаноин, Crodamol ГТЕН-LQ(MV), например, Croda. [HSP=18,02 (МПа)^{0,5}].

(9) Октилдодеканоил, Eutanol G, например, Cognis, [HSP=18,25 (МПа)^{0,5}].

(10) PEG 8, Полигликоль 400, например, Clariant, [HSP=23,20 (МПа)^{0,5}].

(11) Стеариловый спирт, Lanette C18 Deo, например, Cognis.

(12) Полиэтиленовый воск, Performalene 400, молекулярная масса приблизительно 400, например, Alfa Chemicals.

(13) Гидрогенизированное касторовое масло, Castor Wax MP80, например, Caschem.

(14) Калиевые квасцы, например, Sigma-Aldrich, высушенные при 65°C [до 14-18% H₂O] и размолотые на струйной мельнице для получения размера частиц (D50) 38-45 микрон.

(15) Калиевые квасцы, например, Sigma-Aldrich, высушенные при 200°C [до 3% H₂O] и размолотые молотком с получением размера частиц (D50) 17 микрон.

(16) Безводный хлорид кальция - менее 4% воды (по массе), например, Sigma-Aldrich, размолотый на струйной мельнице с получением размера частиц (D50) 24 микрон.

(17) Безводный хлорид кальция - 7% воды (по массе), например, Sigma-Aldrich, размолотый на струйной мельнице с получением размера частиц (D50) между 20-35 микронами.

(18) Гекторит дистеарилдиметиламмония, Bentone 38V, например, Elementis.

(19) AP40, например, HARP.

(20) Пропиленкарбонат.

(21) Сульфат алюминия, Tai-ace S100, например, Taimei

Chemicals Co Ltd., средний размер частиц 8-10 микрон, содержание воды менее 1,5% по массе.

(22) Дигидрат хлорида кальция, например, Sigma-Aldrich, как обнаружено, имеющий частицы с преобладанием менее 100 микрон по оптической микроскопии после переработки.

В первой серии экспериментов композиции согласно общей формуле, указанной в таблице 1, получали с использованием жидкостей, перечисленных в таблице 2. В таблице 2 приведены также подробности характеристик пригодности для повторного диспергирования композиций после хранения при 45°C в течение 4 недель.

Таблица 1

Жидкая композиция

Компонент	Количество (%)
Дегидратированные квасцы (14)	20
Хлорид кальция (16)	14
Жидкий носитель (см. таблицу 2)	66

Таблица 2

Жидкие композиции

Пример	Жидкий носитель	HSP- (МПа) ^{0,5}	Способность к повторному диспергированию
1	Жидкий диметикон (50cs) (4)	12,07	Легко
2	Белое минеральное масло (5)	14,50	Сложно
3	C ₁₂₋₁₅ алкилбензоат (2)	15,60	Сложно
4	Гексадекан (6)	16,36	Сложно
5	Миристат изопропила (7)	16,40	Сложно
6	Триэтилгексаноин (8)	18,02	Сложно
А	Октилдодеканоил (9)	18,25	Невозможно
В	PPG-14 бутиловый эфир (3)	18,61	Невозможно
С	PEG 8 (10)	23,20	Невозможно

Для жидкостей, имеющих значения HSP более 18,02 (МПа)^{0,5}, обнаружено, что квасцы и хлорид кальция формировали твердый компактный слой, который невозможно было диспергировать повторно. Выдвинута гипотеза, что квасцы и хлорид кальция вместе вступают в реакцию, опосредованную относительно полярной

жидкостью. Для масел, имеющих значения HSP 18,02 (МПа)^{0,5} или менее, обнаружено, что квасцы и хлорид кальция поддавались повторной дисперсии в большей или меньшей степени. Когда твердые вещества было «сложно» диспергировать повторно, продленное встряхивание являлось необходимым для разламывания затвердевшего порошка; однако, в конце концов, в результате получали суспензию тонко помолотых твердых веществ.

Во второй серии экспериментов композиции согласно общей формуле, указанной в таблице 1, получали с использованием смесей масел (составляющих 66% общей композиции), как указано в таблице 3. В таблице 3 приведены также подробности характеристик способности к повторному диспергированию композиций после хранения при 45°C в течение 4 недель.

Таблица 3
Дополнительные жидкие композиции

Пример	Жидкий носитель; Относительное количество				Способность к повторному диспергированию
	(1)	(2)	(8)	(3)	
Масло:					
7	50	50	0	0	Легко
8	38	38	24	0	Сложно
9	25	25	50	0	Сложно
10	47	47	0	6	Сложно
D	38	38	0	24	Липкая
E	25	25	0	50	Невозможно

Результаты показывают, что в смесях циклопентасилоксана (1), C₁₂₋₁₅алкилбензоата (2) и триэтилгексаноина (8), квасцы и хлорид кальция можно было полностью повторно диспергировать. Полное повторное диспергирование являлось возможным также, когда включали низкий уровень PPG-14 бутилового эфира (3) (HSP 18,61 (МПа)^{0,5} (пример 10). При более высоких уровнях PPG-14 бутилового эфира (3) твердые вещества формировали «липкий» агрегат, который было невозможно полностью диспергировать до тонкого порошка, или было «невозможно» диспергировать.

Аэрозольные базовые композиции антиперспиранта, как указано в таблице 4, получали следующим образом. Масло или масла [компоненты (1)-(3) и (8)-(10)] смешивали при температуре окружающей среды с суспендирующим веществом [компонент (18)], затем с пропиленкарбонатом и отдушкой, каждый из которых

добавляли при обработке разрезанием. Затем добавляли соли, выбранные из компонентов (14)–(17), как указано (сначала хлорид кальция) и тщательно диспергировали смесь. Затем полученные базовые композиции оценивали по консистенции и стабильности.

Каждый из примеров по изобретению представлял собой стабильную, текучую базу, которая оставалась текучей в течение по меньшей мере трех суток при температуре окружающей среды.

Сравнительный пример F, имеющий жидкий носитель, содержащий 25% PPG-14 бутиловый эфир (3), с другой стороны, становился горячим немедленно после получения и продолжал затвердевать до полного затвердения в течение одного часа, что делает его непригодным.

Сравнительный пример G, имеющий жидкий носитель, содержащий 25% PEG-8, также не являлся успешным; композиции разделялись, и нижний слой становился липкой массой, которую невозможно было ресуспендировать.

Пример 16 является примечательным, октилдодеканоил (9) (масло, имеющее HSP 18,25 (МПа)^{0,5}), составлял 25% материала жидкого носителя этой композиции.

Аэрозольную базовую композицию из примера 13 затем использовали для получения полной аэрозольной композиции. Базу помещали в банки для аэрозоля, которые закрывали стандартным клапаном и наконечником клапана, и затем добавляли сжиженный пропеллент (компонент (19)]. Массовое соотношение базы к пропелленту составляло 13:87.

Эффективность антиперспирации аэрозольной композиции, полученной из примера 13, сравнивали с эффективностью контрольного спрея для тела, не являющегося антиперспирантом. Испытатели наносили тестируемую композицию (распыление в течение двух секунд – эквивалент нанесения приблизительно 2 г) в одну подмышечную впадину и сходное количество контрольного спрея для тела в другую подмышечную впадину каждого участника. Это выполняли один раз в каждые сутки в течение трех суток. После третьего нанесения от участников требовали не мыть под мышками в течение следующих 24 часов.

Через 24 часа после третьего и последнего нанесения продукта, у участников индуцировали потоотделение в парной при 40°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) и относительной влажности 40% ($\pm 5\%$), в течение 40 минут. После этого периода участники покидали парную и их подмышечные впадины тщательно вытирали досуха. Затем предварительно взвешенные ватные подушечки накладывали на каждую подмышечную впадину каждого участника, и участники снова входили в парную на дополнительные 20 минут. После этого периода подушечки удаляли и снова взвешивали, что позволяло рассчитать массу образованного пота.

Уменьшение массы пота (SWR) для каждого участника рассчитывали как процент (% SWR), и средний % SWR рассчитывали способом, описанным Murphy and Levine in «Analysis of Antiperspirant Efficacy Results», J. Soc. Cosmetic Chemists, 1991 (May), 42, 167–197. В этом тесте обнаружено, что для примера 3 получено на 23% большее SWR, чем для контроля.

Следующие аэрозольные базовые композиции антиперспиранта, указанные в таблице 5, получали таким же способом, как композиции в таблице 4.

Каждая из композиций представляла собой стабильную, текучую базу, которая оставалась текучей в течение по меньшей мере трех суток при температуре окружающей среды, несмотря на то, что каждая содержала низкие уровни материалов жидкого носителя, имеющих HSP более 18,02 (МПа)^{0,5}. Пример 20 является примечательным, октилдодеканоил (9) (масло, имеющее HSP 18,25

(МПа)^{0,5}), составляет 12,6% материала жидкого носителя этой композиции.

Пример 22 также является примечательным, PEG 8 (10) (жидкость, имеющая HSP 23,2 (МПа)^{0,5}), составляет 6,3% материала жидкого носителя данной композиции. Композиция была зернистой, но приемлемой, что позволяло предположить, что несколько более высокий уровень PEG 8 может являться неприемлемым. Композиции, содержащие смешивающиеся с водой увлажняющие вещества, одним из которых является PEG 8, являются особенно желательными из-за их увлажняющих свойств.

Таблица 5

Дополнительные аэрозольные базовые композиции

Пример:	17	18	19	20	21	22
Компонент:						
Масло (1)	до 100					
Масло (3)	1,79	3,76				
Масло (9)			3,76	7,52		
PEG 8 (10)					1,79	3,76
Пропиленкарбонат (20)	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
Отдушка	4,62	4,62	4,62	4,62	4,62	4,62
Квасцы (14)	18,02	18,02	18,02	18,02	18,02	18,02
CaCl ₂ (17)	13,77	13,77	13,77	13,77	13,77	13,77
Суспендирующее средство (18)	3,85	3,85	3,85	3,85	3,85	3,85

Композиции карандаша, указанные в таблице 6, получали следующим образом. Масла [компоненты (1), (2), (3) и (8)] смешивали при 90°C, и воски [компоненты (11)-(13)] расплавляли в них при перемешивании. Когда воски полностью расплавлялись, смеси охлаждали до 75-85°C, и соли, выбранные из компонентов (14)-(17), как указано, добавляли (сначала хлорид кальция) и тщательно диспергировали в смеси. Смеси охлаждали до приблизительно 62°C и разливали в корпуса карандашей.

Композицию примера 23 использовали в тесте эффективности антиперспирации, аналогично тесту, используемому для тестирования полной аэрозольной композиции, полученной из примера 13. Значительное SWR получили с использованием примера 23 (дозированного по 0,3 г на нанесение).

Таблица 6

Композиции карандаша

Пример:	23	24	25	26	27	28	29
Компонент							
Масло (1)	39,5	41,1	38,87	50,5	39,5	45,73	36,9
Масло (2)	11,0	11,0	20,17	11,0	22,0	—	30,0
Масло (3)	11,0	11,0	1,83	—	—	—	—
Масло (8)	—	—	—	—	—	15,25	—
Воск (11)	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	—
Воск (12)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	15,0
Воск (13)	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	2,0
Квасцы (14)	9,35	—	9,35	9,35	9,35	9,35	9,35
Квасцы (15)	—	7,75	—	—	—	—	—
CaCl ₂ (16)	6,65	6,65		6,65	6,65		6,65
CaCl ₂ (17)			7,16			7,16	—

Эффективность антиперспирации примера 29 и аналогичной композиции с хлоридом кальция, замененным на силиконовое масло, (1) сравнивали, в отдельных тестах, с эффективностью не являющегося антиперспирантом спрея для тела с использованием способа, аналогично используемому для тестирования полной аэрозольной композиции, полученной из примера 13. Обнаружено, что для композиции примера 29 получено на 28% большее SWR, чем для аналогичной композиции без хлорида кальция.

Исследования масштабирования выявили, что композиции примеров 23 и 24 были хуже, чем композиции примеров 25–28, являясь менее устойчивыми к условиям переработки. Композиции примеров 23 и 24 становились неприемлемо мягкими при изготовлении в крупном (3 кг) масштабе, являясь неустойчивыми к переработке при 80°C или выше в течение длительных периодов времени. Доказательство превосходства композиций примеров 25–28 над вариантами композиций примеров 23 и 24, перерабатываемых при 85°C в течение двух часов (помечены 23А и 24А, соответственно), приведено в таблице 7 как пенетрометрические значения. Можно видеть, что композиции примеров 23А и 24А являлись очень мягкими, имея пенетрометрические значения более 15 мм. В отличие от этого, каждая из композиций примеров 25–28 (также переработанный при 85°C в течение двух часов), имела приемлемые пенетрометрические значения 7,3 мм–9,6 мм.

Таблица 7

Пример:	23А	24А	25	26	27	28
Внешний вид	Кашица	Кашица	Твердый	Твердый	Твердый	Твердый
Твердость (мм)	>15	>15	7,3	8,9	9,6	7,5

Пенетрометр, используемый для проведения измерений, указанных в таблице 7, представлял собой лабораторную установку пенетрометра РНТ, оборудованного восковой иглой Seta (массой 2,5 г), имеющей конический угол у острия иглы $9^{\circ}10' \pm 15'$. Каждая тестируемая композиция имела плоскую верхнюю поверхность, на которую опускали иглу, и сопротивление вдавливанию измеряли, давая возможность игле с ее держателем опускаться под объединенной массой иглы и держателя (50 г) в течение периода пяти секунд. Тест проводили в шести точках каждого образца, и затем результаты усредняли.

Примеры композиций, указанные в таблице 8, получали следующим образом. Масла смешивали при 95°C , и воски расплавляли в них при перемешивании при $90\text{--}95^{\circ}\text{C}$. Когда воски полностью расплавлялись, смеси охлаждали до 85°C , и соли, выбранные как указано, добавляли (сначала хлорид кальция) и тщательно диспергировали в смеси. Смеси охлаждали до приблизительно 75°C и разливали в корпуса карандашей.

Все композиции карандашей обладали удовлетворительной твердостью, и обнаружено, что для примера композиции 30 получено значительное SWR при тестировании с использованием способа, аналогично используемому для тестирования композиции примеров 13 и 23.

Таблица 8

Дополнительные композиции карандашей

Пример:	30	31	32	33	34	35
Компонент:						
Масло (1)	до 100					
Масло (2)	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0
Воск (12)	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Воск (13)	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Квасцы (14)	9,4	—	—	—	9,4	14,1
Квасцы (15)	—	7,8	—	7,8	—	—
Сульфат алюминия (21)	—	—	5,1	—	—	—
CaCl_2 (16)	6,7	6,7	5,0	—	—	10,0
CaCl_2 (22)	—	—	—	8,8	8,8	—

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Композиция антиперспиранта, имеющая менее 2% по массе свободной воды, содержащая дегидратированную соль квасцов, представляющую собой сульфат алюминия или любой двойной сульфат алюминия и одновалентного металла, выбранного из калия, натрия, или аммония, водорастворимую соль кальция и жидкий материал-носитель, содержащий:

(i) 50% или более масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда (HSP) $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее;

(ii) 30% или менее жидкостей, имеющих HSP $18,25 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более;

(iii) 20% или менее жидкостей, имеющих HSP $18,61 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более; и

(iv) 10% или менее жидкостей, имеющих HSP $23,20 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более;

где все проценты приведены по массе.

2. Композиция антиперспиранта по п.1, где соль квасцов представляет собой сульфат калия и алюминия.

3. Композиция антиперспиранта по п.1 или п.2, где водорастворимая соль кальция представляет собой хлорид кальция.

4. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, имеющая молярное соотношение хлорида кальция к соли квасцов более 1:1.

5. Композиция антиперспиранта по п.4, где молярное соотношение хлорида кальция к соли квасцов составляет по меньшей мере 2:1.

6. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, где соль квасцов имеет содержание воды менее 35% по массе, предпочтительно, менее 28% по массе и, более предпочтительно, менее 20% по массе.

7. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, где водорастворимая соль кальция имеет содержание воды менее 15% и, предпочтительно, менее 8%.

8. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, где жидкий материал-носитель содержит 70% или более по массе масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда $18,02$

(МПа)^{0,5} или менее.

9. Композиция антиперспиранта по п.8, где жидкий материал-носитель содержит 80% или более по массе масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда 18,02 (МПа)^{0,5} или менее.

10. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, представляющая собой аэрозольную композицию, содержащую пропеллент.

11. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, представляющая собой композицию карандаша или твердого вещества с мягкой консистенцией, содержащую структурообразователь.

12. Способ уменьшения потоотделения тела человека, включающий местное нанесение композиции по любому из предшествующих пунктов.

13. Способ изготовления композиции антиперспиранта, имеющей менее 2% по массе свободной воды, включающий уменьшение содержания воды в дегидратированной соли квасцов, такой как сульфат алюминия или любой двойной сульфат алюминия и одновалентного металла, выбранного из калия, натрия, или аммония, и объединение полученной дегидратированной соли с водорастворимой солью кальция и жидким материалом-носителем, содержащим:

(v) 80% или более по массе масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда 18,02 (МПа)^{0,5} или менее;

(vi) 30% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,25 (МПа)^{0,5} или более;

(vii) 20% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,61 (МПа)^{0,5} или более; и

(viii) 10% или менее жидкостей, имеющих HSP 23,20 (МПа)^{0,5} или более;

где все проценты приведены по массе.

14. Способ по п.13, где содержание воды в дегидратированной соли уменьшено до менее 28% по массе до ее объединения с водорастворимой солью кальция и жидким материалом-носителем.

По доверенности

**ИЗМЕНЕННАЯ ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ, ПРЕДЛОЖЕННАЯ ЗАЯВИТЕЛЕМ
ДЛЯ РАССМОТРЕНИЯ (СТАТЬЯ 34 РСТ)**

1. Композиция антиперспиранта, имеющая менее 2% по массе свободной воды, содержащая дегидратированную соль квасцов, представляющую собой сульфат алюминия или любой двойной сульфат алюминия и одновалентного металла, выбранного из калия, натрия, или аммония, водорастворимую соль кальция и жидкий материал-носитель, содержащий:

(i) 50% или более масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда (HSP) 18,02 (МПа)^{0,5} или менее;

(ii) 30% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,25 (МПа)^{0,5} или более;

(iii) 20% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,61 (МПа)^{0,5} или более; и

(iv) 10% или менее жидкостей, имеющих HSP 23,20 (МПа)^{0,5} или более;

где все проценты приведены по массе, молярное соотношение хлорида кальция к соли квасцов составляет более 1:1.

2. Композиция антиперспиранта по п.1, где соль квасцов представляет собой сульфат калия и алюминия.

3. Композиция антиперспиранта по п.1 или п.2, где водорастворимая соль кальция представляет собой хлорид кальция.

4. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, где молярное соотношение хлорида кальция к соли квасцов составляет по меньшей мере 2:1.

5. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, где соль квасцов имеет содержание воды менее 35% по массе, предпочтительно, менее 28% по массе и, более предпочтительно, менее 20% по массе.

6. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, где водорастворимая соль кальция имеет содержание воды менее 15% и, предпочтительно, менее 8%.

7. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, где жидкий материал-носитель содержит 70% или более по массе масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда 18,02 (МПа)^{0,5} или менее.

8. Композиция антиперспиранта по п.7, где жидкий материал-носитель содержит 80% или более по массе масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее.

9. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, представляющая собой аэрозольную композицию, содержащую пропеллент.

10. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, представляющая собой композицию карандаша или твердого вещества с мягкой консистенцией, содержащую структурообразователь.

11. Способ уменьшения потоотделения тела человека, включающий местное нанесение композиции по любому из предшествующих пунктов.

12. Способ изготовления композиции антиперспиранта, имеющей менее 2% по массе свободной воды, включающий уменьшение содержания воды в дегидратированной соли квасцов, такой как сульфат алюминия или любой двойной сульфат алюминия и одновалентного металла, выбранного из калия, натрия, или аммония, и объединение полученной дегидратированной соли с водорастворимой солью кальция и жидким материалом-носителем, содержащим:

(i) 80% или более по массе масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда $18,02 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или менее;

(ii) 30% или менее жидкостей, имеющих HSP $18,25 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более;

(iii) 20% или менее жидкостей, имеющих HSP $18,61 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более; и

(iv) 10% или менее жидкостей, имеющих HSP $23,20 \text{ (МПа)}^{0,5}$ или более;

где все проценты приведены по массе, молярное соотношение хлорида кальция к соли квасцов составляет более 1:1.

13. Способ по п.13, где содержание воды в дегидратированной соли уменьшено до менее 28% по массе до ее объединения с водорастворимой солью кальция и жидким материалом-носителем.

По доверенности