

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **032223**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2019.04.30

(21) Номер заявки
201490704

(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

(43) 2014.07.30

(86) PCT/EP2012/067786

(87) WO 2013/045269 2013.04.04

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
УНИЛЕВЕР Н.В. (NL)

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

(74) Представитель:
Нилова М.И. (RU)

(56) WO-A2-2011076569
EP-A1-2574327
EP-A1-1974716
US-A-5955065
US-A1-2010047296

VAUGHAN C. D.: "Using solubility parameters in cosmetics formulation", J. SOC. COSMET. CHEM., vol. 36, September 1985 (1985-09), pages 319-333, XP0008009880, cited in the application, the whole document

VAUGHAN C. D.: "SOLUBILITY EFFECTS IN PRODUCT, PACKAGE, PENETRATION AND PRESERVATION", COSMETICS & TOILETRIES, WHEATON, IL, US, vol. 103, 1 October 1988 (1988-10-01), XP000872394, ISSN: 0361-4387, the whole document

(57) Предложена композиция антиперспиранта, содержащая менее 2 мас.% свободной воды, содержащая от 16 до 34% антиперспирантных активных агентов, включая дегидратированную квасцовую соль, представляющую собой сульфат алюминия или двойной сульфат алюминия и калия, натрия или аммония и хлорид кальция и от 66 до 84% жидкого материала-носителя, содержащего 50% или более косметически приемлемых масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда (HSP) 18,02 (МПа)^{0.5} или менее; 30% или менее косметически приемлемых жидкостей, имеющих HSP 18,25 (МПа)^{0.5} или более; 20% или менее косметически приемлемых жидкостей, имеющих HSP 18,61 (МПа)^{0.5} или более; и 10% или менее косметически приемлемых жидкостей, имеющих HSP 23,20 (МПа)^{0.5} или более, где все проценты приведены по массе и молярное соотношение хлорида кальция к квасцовой соли составляет более 1:1. Также предложены способ уменьшения потоотделения тела человека, включающий местное нанесение композиции согласно настоящему изобретению, и способ изготовления указанной композиции.

B1**032223****032223****B1**

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

На протяжении многих лет на рынке присутствует множество композиций антиперспиранта. Они служат для уменьшения потоотделения, в частности, после нанесения на поверхность тела. Обычно такие композиции рассматриваются как косметические продукты, хотя в некоторых странах активные ингредиенты, наиболее часто используемые в таких композициях, классифицируют как фармацевтические средства. Обычно такие композиции наносят на подмышечные области на теле человека.

Активные ингредиенты, которые обычно используются в композициях антиперспиранта, представляют собой вяжущие хлоргидроксидные соли алюминия и/или циркония. Указанные активные ингредиенты являются синтетическими по происхождению, полученными на химических предприятиях, и обычно с вовлечением относительно сложных стадий химической переработки. Такая обработка не только является дорогостоящей, но также оказывает значительное влияние на окружающую среду из-за повышенного энергопотребления.

У потребителей увеличивается желание применять только "природные" ингредиенты и средства для тела. Синтетические ингредиенты, в частности "активные" ингредиенты, часто рассматриваются потребителями как неподходящие для такого применения. Существует ряд природных ингредиентов, способных в некоторой степени дезодорировать тело человека при нанесении, но эти ингредиенты, как правило, не могут обеспечить значительный антиперспирантный эффект, т.е. они не подавляют потоотделение до такой степени, которая была бы приемлемой для потребителя. Таким образом, существует проблема достижения хорошей антиперспирации с использованием активных ингредиентов, которые при этом являются натуральными.

Квасцовые соли описаны как подходящие для использования в ряде дезодорирующих композиций и такие продукты в действительности представлены на рынке.

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

В документах 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.

Компанией Crystal Spring Ltd. предложен ряд природных дезодорантов, основанных на дезодорирующем эффекте калиевых квасцов.

Компания Green Bear UK Ltd. предлагает дезодорант-стик на основе кристаллических квасцов.

В патенте США 5534246 (Helen Curtis, 1996) описаны композиции антиперспиранта на основе эмульсии вода-в-масле, в которых квасцовые соли являются необязательными компонентами; однако примеры составов, содержащих квасцовую соль, не приводятся.

В патенте 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 патент США 5955065 (Gillette, 1999), описано использование водорастворимых солей кальция для усиления действия обычных антиперспирантных активных агентов. Химические реакции, описанные в указанных публикациях, включают усиление пиков 3 и 4 по данным ВЭЖХ указанных антиперспирантных активных агентов. В способах, описанных в настоящем документе, не получены молекулы, отвечающие за указанные пики, и химические реакции, лежащие в основе настоящего изобретения, полностью отличаются (см. ниже).

Задачей настоящего изобретения является получение эффективных композиций антиперспиранта, производство которых будет иметь относительно низкую стоимость и относительно небольшое влияние на окружающую среду. Кроме того, способ и композиции по изобретению можно рассматривать, как обладающие хорошей репутацией «натуральных», содержащих натуральные антиперспирантные ингредиенты или по меньшей мере полученные из натуральных антиперспирантных ингредиентов.

Следующей задачей настоящего изобретения является получение высокоэффективных композиций антиперспиранта.

Следующей задачей настоящего изобретения является обеспечение высокоэффективного способа уменьшения потоотделения, и конкретной задачей является обеспечение указанного способа без использования синтетических антиперспирантных активных агентов на основе хлоргидроксида алюминия и/или циркония, таких как хлоргидрат алюминия.

В безводных композициях, содержащих вяжущие соли хлоргидроксида алюминия и/или циркония, в качестве носителя можно использовать множество жидкостей. Эти жидкости используют для диспергирования и суспендирования в композиции частиц антиперспирантов - солей хлоргидроксида алюминия и/или циркония. Кроме того, дополнительно их можно выбирать так, чтобы они обеспечивали преимущества, выражающиеся в смягчении и невидимости осадка.

Когда комбинацию квасцовой соли и водорастворимой соли кальция, такой как хлорид кальция, ис-

пользуют в композиции антиперспиранта, то необходимо с осторожностью выбирать жидкости носителя, 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. В противном случае составы могут обладать нестабильными реологическими и физическими свойствами. Аэрозольные базовые композиции могут становиться твердыми или зернистыми в ходе получения или при последующем хранении, а композиции стиков могут быть в нежелательной степени мягкими. Это особенно относится к использованию стеарилового спирта в качестве основного структурообразователя стика, т.е. структурообразователя, используемого в наибольшем проценте по массе. Другой проблемой является то, что составы стиков могут становиться очень твердыми при хранении, так что они становятся непригодными для использования. 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, содержащей менее 2 мас.% свободной воды, содержащей от 16 до 34% антиперспирантных активных агентов, включая дегидратированную квасцовую соль, представляющую собой сульфат алюминия или двойной сульфат алюминия и калия, натрия или аммония, и хлорид кальция и от 66 до 84% жидкого материала-носителя, содержащего:

- (i) 50% или более косметически приемлемых масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда (HSP) 18,02 (МПа)^{0,5} или менее;
- (ii) 30% или менее косметически приемлемых жидкостей, имеющих HSP 18,25 (МПа)^{0,5} или более;
- (iii) 20% или менее косметически приемлемых жидкостей, имеющих HSP 18,61 (МПа)^{0,5} или более;

и

- (iv) 10% или менее косметически приемлемых жидкостей, имеющих HSP 23,20 (МПа)^{0,5} или более;
- где все проценты приведены по массе и молярное соотношение хлорида кальция к квасцовой соли составляет более 1:1.

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 согласно первому аспекту, включающему уменьшение содержания воды в указанной дегидратированной квасцовой соли и объединение полученной дегидратированной соли с хлоридом кальция и жидким материалом-носителем, определенным в первом аспекте.

Способ уменьшения потоотделения, описанный в настоящем описании, предназначен для уменьшения потоотделения на поверхности тела человека, в частности в области подмышек и на ногах, и особенно в области подмышек, или в подмышечных впадинах.

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

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

Выдвигают гипотезу, что, когда композицию наносят на поверхность тела человека, жидкости, выделяющиеся из потовых желез, по меньшей мере, частично растворяют и таким образом мобилизуют соли, давая им взаимодействовать и обеспечивать таким образом преимущество, заключающееся в подавлении потоотделения.

В настоящем описании термин "высушенный порошок" следует понимать как включающий как кристаллическое, так и аморфное агрегатное состояние. В таких порошках содержание воды снижено по сравнению с содержанием воды в наиболее гидратированных природных солях конкретной используемой соли. О предпочтительных "высушенных порошках" более подробно сказано в разделах, описывающих предпочтительные квасцовые соли и предпочтительные соли хлорида кальция.

В настоящем описании термин "дегидратированный" при использовании по отношению к соли следует понимать как относящийся к соли с уменьшенным содержанием воды по сравнению с содержанием воды в наиболее гидратированных природных солях конкретной используемой соли.

В настоящем описании термин "безводный" следует понимать как обозначающий содержание менее 2 мас.% свободной воды. Предпочтительно безводные композиции содержат менее 1 мас.% свободной воды и более предпочтительно менее 0,5%.

В настоящем описании "свободная вода" представляет собой воду, отличную от гидратационной воды, связанную с любым конкретным компонентом.

Дегидратированные квасцовые соли и водорастворимые соли кальция доступны в виде свободно текущих порошков, которые обычно содержат некоторое количество воды, ассоциированной с ними, и обычно она представляет собой гидратационную воду.

В настоящем описании термин "жидкость" следует понимать как обозначающий агрегатное состояние вещества при температуре и давлении окружающей среды, т.е. при 20°C и 1 атм.

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 (% мас./мас.), если не указано иное.

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

Термин "квасцовая соль" при использовании в настоящем описании означает сульфат алюминия (иногда называемый "квасцы") или любой двойной сульфат алюминия, калия, натрия или аммония. Он не включает квасцовые соли, представляющие собой двойные сульфаты одновалентного металла и трехвалентного металла, отличного от алюминия, такого как хром (III) или железо (III).

Квасцовые соли 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 квасцовыми солями являются аммониевые и калиевые квасцы, особенно калиевые квасцы.

Квасцовые соли, используемые согласно настоящему изобретению, имеют уменьшенное содержание воды; другими словами, они, по меньшей мере, частично дегидратированы. Их можно альтернативно описать как высушенные порошки (см. выше). Обнаружено, что использование таких солей упрощает приготовление состава и/или приводит к улучшенной стабильности при хранении композиции.

Обнаружено, что калия алюминия сульфат додекагидрат особенно сложно ввести в состав с хлоридом кальция; однако при уменьшении содержания воды в нем на 25% или более можно получать приемлемые композиции. Типичные квасцовые соли для использования по настоящему изобретению содержат менее 35 мас.% воды. Предпочтительные квасцовые соли содержат менее 28 мас.% воды и особенно предпочтительны квасцовые соли с содержанием воды менее 20 мас.%. Когда вода присутствует, она обычно присутствует в форме гидратационной воды.

Квасцовые соли, используемые согласно настоящему изобретению, как правило, размалывают для уменьшения размера частиц. В предпочтительных вариантах осуществления распределение размеров частиц квасцовой соли такое, что D50 составляет менее 75 мкм и более предпочтительно менее 50 мкм. Распределение размеров частиц квасцовой соли предпочтительно такое, что менее 5% и более предпочтительно менее 1 мас.% частиц имеют размер частиц более 120 мкм.

Распределение размеров частиц квасцовой соли предпочтительно можно измерять при помощи способа рассеяния света на установке Malvern Mastersizer 2000. Порошок диспергируют в силиконовой жидкости (DC245), анализируют результаты, принимая показатель преломления частиц за 1,55 и кажущийся показатель преломления за 0,001.

Водорастворимая соль кальция, используемая согласно настоящему изобретению, предпочтительно представляет собой хлорид кальция, но в других вариантах осуществления хлорид-ион может быть заменен полностью или частично бромидом, иодидом или нитратом. Следует понимать, что ссылка на хлорид кальция в настоящем описании в целом означает указанный возможно замещенный материал, как описано выше.

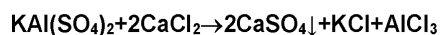
Предпочтительно хлорид кальция представляет собой высушенный порошок (см. выше). Очень желательно, чтобы хлорид кальция имел содержание воды 25% или менее. Подходящие соли хлорида кальция для таких композиций включают дигидрат хлорида кальция и безводный хлорид кальция, при этом безводный хлорид кальция предпочтительнее. Следует отметить, однако, что безводный хлорид кальция в том виде, в котором он поступает от некоторых поставщиков, может содержать вплоть до приблизительно 14 мас.% гидратационной воды.

Хлорид кальция, используемый по настоящему изобретению, обычно размалывают для уменьшения размера частиц. В предпочтительных вариантах осуществления распределение размеров частиц хлорида кальция является таким, что его D50 составляет менее 100 мкм, более предпочтительно менее 75 мкм и наиболее предпочтительно менее 50 мкм. Распределение размеров частиц хлорида кальция предпочтительно такое, что менее 5% и более предпочтительно менее 1 мас.% частиц имеют размер частиц более 120 мкм.

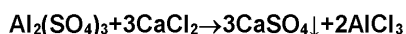
Распределение размеров частиц квасцовой соли предпочтительно можно измерять при помощи способа рассеяния света на установке Malvern Mastersizer 2000. Порошок диспергируют в силиконовой жидкости (DC245), результаты анализируют, принимая показатель преломления частиц за 1,55 и кажущийся показатель преломления за 0,001.

Центральным моментом настоящего изобретения является своевременный запуск следующей хи-

мической реакции:



или



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

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

Согласно стехиометрии вышеуказанных уравнений на один моль квасцов требуется два моля хлорида кальция в первом уравнении и один моль квасцов на три моля хлорида кальция во втором уравнении. Эти уравнения задают требования относительно предпочтительных соотношений этих компонентов в композициях по изобретению. В таких композициях предпочтительно, чтобы молярное количество хлорида кальция превышало молярное количество квасцовой соли. Также предпочтительно, чтобы количество хлорида кальция по отношению к количеству и типу присутствующих квасцов по меньшей мере совпадало с количеством, стехиометрически требуемым в вышеуказанных уравнениях. Это означает, что предпочтительно, чтобы молярное соотношение хлорида кальция к квасцовой соли составляло по меньшей мере 2:1.

В композициях, содержащих хлорид кальция и натриевые, калиевые или аммониевые квасцы в качестве главной присутствующей квасцовой соли, молярное соотношение хлорида кальция к квасцовой соли 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 главной присутствующей квасцовой соли, молярное соотношение хлорида кальция к квасцовой соли составляет предпочтительно от 2:1 до 6:1, более предпочтительно, от 5:2 до 4:1 и наиболее предпочтительно приблизительно 3:1.

Для настоящего изобретения важно, чтобы реакция, указанная выше, происходила только до минимальной степени до того, как компоненты будут доставлены к поверхности кожи человека. Преждевременная реакция приводит к такому агрегатному состоянию вещества, при котором возможно, что желаемые преимущества не будут обеспечены; действительно, обычно необычайно трудно даже просто нанести указанное вещество на желаемый участок.

Химическая реакция, вовлеченная в настоящее изобретение, может происходить только в том случае, если ионы, из которых состоят участвующие в реакции вещества, обладают достаточной подвижностью. В определенных предпочтительных вариантах осуществления настоящего изобретения эта подвижность обычно 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 состоять из масел, имеющих HSP 18,02 (МПа)^{0,5} или менее. Предпочтительно жидкий материал-носитель содержит 70% или более таких масел, более предпочтительно 80% или более. Кроме того, жидкий материал-носитель должен содержать 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 HSP 18,25 (МПа)^{0,5} или более; 20% или менее жидкостей, имеющих HSP 18,61 (МПа)^{0,5} или более; и 10% или менее жидкостей, имеющих HSP 23,20 (МПа)^{0,5} или более.

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

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

Значения HSP для многих косметических жидкостей приведены в литературе, например в С. D.

Vaughan, J. Soc. Cosmet. Chem. (1985), 36, 319-333 или в табл. 1 в США 2010/0047296 (Henkel). Если значения HSP для жидкостей не приведены в литературе, то их можно рассчитать с использованием способов, описанных в вышеуказанном документе, или способов, описанных S. W. van Krevelen в Properties of Polymers, p200-225, Elsevier, (1990).

Подходящими маслами, имеющими $HSP\ 18,02\ (МПа)^{0,5}$ или менее, являются триэтилгексаноин, миристат изопропила, пальмитат изопропила, адипат диизопропила, гексадекан, C_{12-15} 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.

Подходящими маслами, имеющими $HSP\ 16,36\ (МПа)^{0,5}$ или менее, являются гексадекан, C_{12-15} 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 мас.% или более масел, выбранных из этого списка.

Масла, имеющие HSP более $18,02\ (МПа)^{0,5}$, которые можно включать в состав жидкого материала-носителя, включают эфиры, такие как PPG-14 бутиловый эфир, и жирные спирты, такие как октилдодеканоил и изоцетиловый спирт.

Предпочтительные компоненты жидкого материала-носителя также выполняют дополнительную функцию, особенно предпочтительно функцию 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 мас.% свободной воды.

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

Масла, имеющие $HSP\ 18,02\ (МПа)^{0,5}$ или менее, предпочтительно включают в композицию в количестве от 1 до 90%, более предпочтительно от 10 до 80% и наиболее предпочтительно от 20 до 70 мас.% 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 включенных в композицию активных веществ-антиперспирантов, включая дегидратированную квасцовую соль и хлорид кальция, предпочтительно составляет 0,5-50%, в частности от 1 до 30% и особенно от 2 до 26 мас.% композиции.

Активные вещества-антиперспиранты, используемые в дополнение к комбинации квасцовой соли 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, а также галогенгидратные соли, такие как хлоргидраты.

Подходящие галогенгидраты алюминия определены общей формулой $Al_2(OH)_xQ_y \cdot wH_2O$, 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.

Подходящие 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 выражения $2n-nz$ положительное или равно нулю, n представляет собой валентность B и B выбран из группы, состоящей из хлорида, другого галогенида, сульфата, сульфата и их смесей.

Можно применять антиперспирантные комплексы на основе указанных выше вяжущих солей алюминия и/или циркония. В указанных комплексах часто применяют соединение с аминокислотой, такой как глицин.

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

Можно включать также дополнительные активные дезодорирующие вещества. При их применении, содержание составляет предпочтительно от 0,01 до 3% и, более предпочтительно, от 0,03 до 0,5 мас.%. Предпочтительными активными дезодорирующими веществами являются вещества с большей эффективностью, чем простые спирты, такие как этанол. Примеры включают соединения четверичного аммония, подобные солям цетилтриметиламмония; хлоргексидин и его соли; и монокапрат диглицерина, мо-

нолаурат диглицерина, монолаурат глицерина и сходные материалы, как описано в "Deodorant Ingredients", S.A. Makin and M.R. Lowty, и в "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-гидроксифениловый эфир (триклозан); и 3,7,11-триметилдодека-2,6,10-триенол (фарнезол).

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

Композиции стика или твердого вещества с мягкой консистенцией обычно содержат один или несколько структурообразователей или гелеобразующих средств, служащих для загущения композиции. Такие загустители, также называемые системами структурообразователей, могут быть выбраны из систем, известных в данной области для такой цели. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что выбор структурообразователей особенно важен в случае, когда квасцовая соль и хлорид кальция включены в одну и ту же композицию. Было обнаружено, что особенно подходящие системы структурообразователей для таких композиций 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 гидрогенизированного касторового масла.

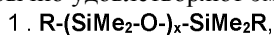
Структурообразователь и гелеобразующие средства, подходящие для применения в композициях согласно настоящему изобретению, в целом можно классифицировать как воски или гелеобразующие средства, образующие неполимерные волокна.

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

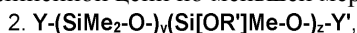
Примеры углеводородных восков включают парафиновый воск, озокерит, микрокристаллический воск и полиэтиленовый воск, при этом последний из названных желателен имеет среднюю молекулярную массу от 300 до 600 и преимущественно от 350 до 525.

Линейные жирные спирты обычно 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 обычно 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 $SiMe_2-O$, Y' $SiMe_2$, R' представляет собой алкил, содержащий по меньшей мере 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, что более удобно, синтезированы из соответствующего алифатического спирта и карбоновой кислоты.

"Гелеобразующие средства, образующие неполимерные волокна" способны к растворению в не смешиваемой с водой смеси масел при повышенной температуре и к осаждению при охлаждении с формированием сети очень тонких цепей, обычно имеющих ширину не более нескольких молекул. Одна из особенно эффективных категорий таких загустителей содержит амиды N-ациламино кислот и, в частности, линейные и разветвленные диалкиламиды N-ацилглутаминовой кислоты, такие как, в частности, ди-н-бутиламид N-лауроилглутаминовой кислоты и ди-н-бутиламид N-этилгексаноилглутаминовой кислоты и особенно их смеси. Такие амидные гелеобразующие средства можно использовать в безводных композициях согласно настоящему изобретению, при необходимости с 12-гидроксистеариновой кислотой.

Другие такие гелеобразующие средства, образующие неполимерные волокна, содержат 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 подходящие структурирующие системы, содержащие гелеобразующие средства этого типа, образующие неполимерные волокна, описаны в патентах США №№ 6410003, 7332153, 6410001, 6321841 и 6248312.

Структурообразователь или гелеобразующее средство часто используют в композиции стика или твердого вещества с мягкой консистенцией в концентрации от 1,5 до 30%. Когда гелеобразующие средства, образующие неполимерные волокна, используют в качестве основного компонента структурирующей системы, их концентрация обычно лежит в диапазоне от 1,5 до 7,5 мас.% для амидных гелеобра-

зующих 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 мас.%, и в частности от 12 до 24 мас.%.

Альтернативно, можно использовать структурообразователи или гелеобразующие средства других типов, описанные в предшествующей области техники.

Аэрозольные композиции состоят из пропеллента и базы. Под аэрозольной "базовой" композицией подразумеваются все компоненты аэрозольной композиции минус пропеллент.

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

Обычно 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 углеводородные газы, 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 обычно является основным компонентом аэрозольных композиций, часто составляющим от 30 до 99 мас.% и предпочтительно составляющим от 50 до 95 мас.%.

В конкретных предпочтительных вариантах осуществления аэрозольные композиции могут также содержать суспендирующее вещество, например, гидрофобно модифицированную глину, такую как гекторит дистеарилдиметиламмония (Bentone 38V), например Elementis, обычно в количестве от 0,1 до 1,5 мас.%.

Пропиленкарбонат также можно преимущественно использовать в аэрозольных композициях, используемых согласно настоящему изобретению, обычно в количестве от 0,001 до 0,1 мас.%.

Роликовые композиции, подходящие для применения согласно изобретению, обычно представляют собой суспензионные продукты, в частности суспензии в одном или нескольких безводных жидких материалах-носителях (см. выше), при этом предпочтительны гидрофобные жидкие материалы-носители.

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

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

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

Во многих вариантах осуществления настоящего изобретения желательным дополнительным компонентом является отдушка. Подходящие материалы включают общепринятые парфюмерные средства, такие как парфюмерные масла, а также включают так называемые дезодорирующие парфюмерные средства, как описано, например, в EP 545556. Уровни содержания предпочтительно составляют вплоть до 5 мас.%, в частности от 0,1 до 3,5 мас.% и особенно от 0,5 до 2,5 мас.%. Отдушку можно добавлять также в инкапсулированной форме, где высвобождение запускается после нанесения посредством гидролиза или механического воздействия на поверхности тела человека.

Следующие дополнительные компоненты, которые также можно включать, представляют собой красители и консерванты в общепринятых количествах, например C₁-C₃алкилпарабены.

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

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

Примеры

Следующие примеры иллюстрируют определенные варианты осуществления изобретения и не ограничивают объем изобретения. Примеры согласно изобретению обозначены номерами, 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) C₁₂₋₁₅ 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) Миристант изопропила, Crodamol IPM-LQ, например, Croda. [HSP=16,40 (МПа)^{0,5}].
- (8) Триэтилгексаноин, Crodamol GTEH-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 частиц размера (D50) 38-45 мкм.
- (15) Калиевые квасцы, например, Sigma-Aldrich, высушенные при 200°C [до 3% H₂O] и размолотые на молотковой дробилке с получением частиц размера (D50) 17 мкм.
- (16) Безводный хлорид кальция - менее 4% воды (по массе), например, Sigma-Aldrich, размолотый на струйной мельнице с получением частиц размера (D50) 24 мкм.
- (17) Безводный хлорид кальция - 7% воды (по массе), например, Sigma-Aldrich, размолотый на струйной мельнице с получением частиц размера (D50) 20-35 мкм.
- (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 мкм, содержание воды менее 1,5 мас.%.
- (22) Дигидрат хлорида кальция, например от Sigma-Aldrich, у которого, как обнаружено оптической микроскопией после переработки, преобладающий размер частиц составляет менее 100 мкм.

В первой серии экспериментов композиции согласно общей формуле, указанной в табл. 1, получали с использованием жидкостей, перечисленных в табл. 2. В табл. 2 приведены также подробности характеристик, описывающих пригодность 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	Миристант изопропила (7)	16,40	Сложно
6	Триэтилгексаноин (8)	18,02	Сложно
A	Октилдодеканоил (9)	18,25	Невозможно
B	PPG-14 бутиловый эфир (3)	18,61	Невозможно
C	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 плотный 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, для разламывания затвердевшего порошка было необходимо продленное встряхивание; однако в конце концов, в результате получали суспензию тонко помолотых твердых веществ.

Во второй серии экспериментов композиции согласно общей формуле, указанной в табл. 1, получали с использованием смесей масел (составляющих 66% общей композиции), как указано в табл. 3. В табл. 3 приведены также подробные характеристики, описывающие способность к повторному диспер-

гированию 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

Эти результаты показывают, что в смесях циклопентасилоксана (1), C₁₂₋₁₅алкилбензоата (2) и три-этилгексаноина (8) квасцы и хлорид кальция можно было полностью повторно диспергировать. Полное повторное диспергирование являлось возможным также в тех случаях, когда в композицию 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, приведенные в табл. 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 растирании. Затем добавляли соли, выбранные из компонентов (14)-(17), как указано (сначала хлорид кальция) и тщательно диспергировали в смеси. Затем полученные базовые композиции оценивали по консистенции и стабильности.

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

Сравнительный пример F, содержащий 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, содержащий жидкий носитель, содержащий 25% PEG-8, также был неудачным; композиции разделялись, и нижний слой становился липкой массой, которую невозможно было ресуспендировать.

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

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

Таблица 4. Аэрозольные базовые композиции

Пример:	F	11	12	13	14	15	G	16
Компонент:								
Масло (1)	до 100	до 100	до 100	до 100	до 100	до 100	до 100	до 100
Масло (2)	—	—	—	15,38	15,38	—	—	—
Масло (3)	15,38	—	—	—	—	—	—	—
Масло (8)	—	—	—	—	—	14,91	—	—
Масло (9)	—	—	—	—	—	—	—	14,91
Масло (10)	—	—	—	—	—	—	14,91	—
Пропиленкарбонат (20)	0,08	0,08	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	4,62	4,62
Квасцы (14)	18,0	18,0	—	18,0	—	18,0	18,0	18,0
Квасцы (15)	—	—	14,92	—	14,92	—	—	—
CaCl ₂ (16)	12,77	12,77	12,77	12,77	12,77	—	—	—
CaCl ₂ (17)	—	—	—	—	—	13,77	13,77	13,77
Суспендирующее средство (18)	3,85	3,85	3,85	3,85	3,85	3,85	3,85	3,85

Антиперспирантная эффективность аэрозольной композиции, полученной из композиции примера 13, сравнивали с эффективностью контрольного спрея для тела, не являющегося антиперспирантом. Испытатели наносили тестируемую композицию (распыление в течение 2 с - эквивалент нанесения приблизительно 2 г) в одну подмышечную впадину и сходное количество контрольного спрея для тела в другую подмышечную впадину каждого участника. Это действие выполняли один раз в сутки в течение трех суток. После третьего нанесения от участников требовали не мыть подмышки в течение следующих 24 ч.

Через 24 ч после третьего и последнего нанесения продукта у участников индуцировали потоотделение в теплом помещении при 40°C (±2°C) и относительной влажности 40% (±5%) в течение 40 мин. После этого периода времени участники покидали теплую комнату, их подмышечные впадины тщательно вытирали досуха. Затем предварительно взвешенные ватные диски накладывали на каждую подмышечную впадину каждого участника, и участники снова входили в теплую комнату на дополнительные 20 мин. После этого периода времени ватные диски 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 и Levine в "Analysis of Antiperspirant Efficacy".

Results", J. Soc. Cosmetic Chemists, 1991 (May), 42, 167-197. В этом тесте обнаружено, что для примера 3 получено SWR на 23% большее, чем для контроля.

Следующие аэрозольные базовые композиции антиперспиранта, приведенные в табл. 5, получали таким же способом, как композиции в табл. 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 композиция содержала низкие уровни жидких материалов-носителей, имеющих HSP более 18,02 (МПа)^{0,5}. Пример 20 является примечательным: 12,6% жидкого материала-носителя этой композиции составляет октилдодеканоил (9) (масло, имеющее HSP 18,25 (МПа)^{0,5}).

Пример 22 также является примечательным: 6,3% жидкого материала-носителя данной композиции составляет PEG 8 (10) (жидкость, имеющая HSP 23,2 (МПа)^{0,5}). Эта композиция была зернистой, но приемлемой, что позволяет предположить, что несколько более высокий уровень PEG 8 был бы неприемлем. 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	до 100	до 100	до 100	до 100	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 стика, приведенные в табл. 6, получали следующим образом. Масла [компоненты (1), (2), (3) и (8)] смешивали при 90°C и в них при перемешивании расплавляли воски [компоненты (11)-(13)]. Когда воски полностью расплавились, 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 стиков.

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

Таблица 6. Композиции стика

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	—

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

При экспериментах в крупных масштабах было выявлено, что композиции примеров 23 и 24 были хуже по качеству, чем композиции примеров 25-28, т.к. они менее устойчивы к условиям переработки. Композиции примеров 23 и 24 становились неприемлемо мягкими при изготовлении в крупном (3 кг) масштабе и были неустойчивы к переработке при 80°C или выше в течение длительного периода времени. Доказательство того, что композиции примеров 25-28 по качеству превосходят варианты композиций примеров 23 и 24, перерабатываемых при 85°C в течение 2 ч (помечены как 23А и 24А, соответственно), приведено в табл. 7 в виде пенетрометрических значений. Можно видеть, что композиции примеров 23А и 24А были очень мягкими и имели пенетрометрические значения более 15 мм. В отличие от этого для каждой из композиций примеров 25-28 (которые также были обработаны при 85°C в течение 2 ч), пенетрометрические значения были приемлемыми и составляли 7,3-9,6 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 табл. 7, представлял собой лабораторную установку пенетрометра PNT, 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 измеряли сопротивление вдавливанию, давая возможность игле с ее держателем опускаться под объединенной массой иглы и держателя (50 г) в течение периода времени, составляющего пять секунд. Тест проводили в шести точках каждого образца, затем результаты усредняли.

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

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

Таблица 8. Дополнительные композиции стиков

Пример:	30	31	32	33	34	35
Компонент:						
Масло (1)	до 100	до 100	до 100	до 100	до 100	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, содержащая менее 2 мас.% свободной воды, содержащая от 16 до 34% антиперспирантных активных агентов, включая дегидратированную квасцовую соль, представляющую собой сульфат алюминия или двойной сульфат алюминия и калия, натрия или аммония, хлорид кальция и

от 66 до 84% жидкого материала-носителя, содержащего:

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

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

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

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

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

2. Композиция антиперспиранта по п.1, где квасцовая соль представляет собой сульфат калия-алюминия.

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

4. Композиция антиперспиранта по любому из предшествующих пунктов, где квасцовая соль имеет содержание воды менее 35 мас.%, предпочтительно менее 28 мас.% и более предпочтительно менее 20 мас.%.

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

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

7. Композиция антиперспиранта по п.6, где жидкий материал-носитель содержит 80 мас.% или более масел, имеющих параметр растворимости Гильдебранда $18,02 (\text{МПа})^{0,5}$ или менее.

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

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

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

11. Способ изготовления композиции антиперспиранта по любому из пп.1-9, включающий уменьшение содержания воды в указанной дегидратированной квасцовой соли и объединение полученной дегидратированной соли с хлоридом кальция и жидким материалом-носителем, определенным в п.1.

12. Способ по п.11, где содержание воды в дегидратированной соли уменьшено до менее 28 мас.% до ее объединения с хлоридом кальция и жидким материалом-носителем.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2
