

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **036768**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2020.12.18**

(21) Номер заявки  
**201891207**

(22) Дата подачи заявки  
**2016.12.07**

(51) Int. Cl. *A61K 8/26* (2006.01)  
*A61K 8/44* (2006.01)  
*A61Q 15/00* (2006.01)  
*A61K 8/894* (2006.01)  
*A61K 8/19* (2006.01)  
*A61K 8/06* (2006.01)

---

(54) **АНТИПЕРСПИРАНТНЫЕ КОМПОЗИЦИИ**

---

(31) **16150417.0**

(32) **2016.01.07**

(33) **EP**

(43) **2019.01.31**

(86) **PCT/EP2016/080034**

(87) **WO 2017/118507 2017.07.13**

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

(72) Изобретатель:  
**Здравкова Анелия Николова (GB)**

(74) Представитель:  
**Нилова М.И. (RU)**

(56) WO-A1-2014187685  
US-A1-2011038902  
WO-A1-2014187684

---

(57) Предложены антиперспирантные композиции в виде эмульсии типа вода-в-масле и способ их получения, где соль, представляющую собой основной хлорид алюминия, имеющую формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , активируют нагреванием с водорастворимой солью кальция и аминокислотой и полученный раствор эмульгируют в масляной дисперсионной среде.

**B1**

**036768**

**036768**

**B1**

Настоящее изобретение относится к антиперспирантным композициям и способам их получения. В частности, изобретение относится к композициям в виде эмульсии типа вода-в-масле, содержащим активированные антиперспирантные активные вещества на основе основного хлорида алюминия (в настоящем документе ВАС (англ. basic aluminium chloride)), и их получению.

Некоторые активированные кальцием активные вещества на основе ВАС являются коммерчески доступными, и их получение и применение описано в многочисленных публикациях.

Образцы активированных ВАС также получают с применением водорастворимых кальциевых солей кислот, в частности, вместе с дополнительным вспомогательным веществом, таким как аминокислота, гидроксикислота или бетаин. Некоторые из указанных образцов могут быть приготовлены в виде водных композиций, для которых не наблюдается полное снижение повышенной активности антиперспиранта.

В документе EP 1104282 (Gillette) описаны средства получения образцов активированных ВАС с применением водорастворимой соли кальция и аминокислоты или гидроксикислоты.

В документе US 6911195 (Gillette) описаны гели на основе эмульсии типа вода-в-масле, содержащие антиперспирантные соли алюминия-циркония, активируемые при применении ионов кальция.

В документе US 5955065 (Gillette) описаны безводные составы в виде суспензии, содержащие частицы ВАС и антиперспирантные соли алюминия-циркония, активируемые при применении ионов кальция.

В документе US 6942850 (Gillette) описана водно-спиртовая композиция, содержащая антиперспирантные соли алюминия-циркония, активируемые при применении ионов кальция.

В документе WO 2009/044381 (P&G) описаны карандаши на основе эмульсии типа вода-в-масле, содержащие ВАС и антиперспирантные соли алюминия-циркония, активируемые при применении ионов кальция.

В документе US 7704531 (Colgate) описаны композиции, содержащие систему активных веществ, полученную путем объединения соли алюминия или алюминия-циркония, соли кальция и бетаина.

В документах US 2011/038823 и US 2011/038902 (Dial/Henkel) описаны карандаши на основе эмульсии типа вода-в-масле, содержащие активное антиперспирантное вещество, полученное путем объединения ВАС, хлорида кальция и глицина.

В каждом из документов US 2007/196303, US 2007/0020211, WO 2008/063188, US 2008/0131354 и US 7087220 (Summit and Reheis) описаны способы получения антиперспирантных солей, активируемых кальцием.

В документах WO 2014/187685 и WO 2014/187802 (Unilever) описаны композиции, содержащие сесквихлоридат алюминия, активируемый кальцием и глицином, и способы их получения.

Настоящее изобретение, в частности, относится к композициям ВАС, содержащим сесквихлоридат алюминия (в настоящем документе ASCH (англ. aluminium sesquichlorohydrate)), имеющий химическую формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ . Указанное вещество является коммерчески доступным, но состав на его основе и его применение, описанные в настоящем документе, являются новыми и обеспечивают неожиданные преимущества.

В первом аспекте настоящего изобретения предложена антиперспирантная композиция в виде эмульсии типа вода-в-масле, содержащая соль, представляющую собой основной хлорид алюминия, водорастворимую соль кальция и аминокислоту, характеризующаяся тем, что соль, представляющая собой основной хлорид алюминия, имеет формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , и композицию активируют нагреванием указанной соли с водорастворимой солью кальция и аминокислотой, при этом мольное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:20, и мольное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:10 как при активации нагреванием основной соли алюминия, так и в конечной композиции.

Во втором аспекте настоящего изобретения предложен способ получения антиперспирантной композиции в соответствии с первым аспектом настоящего изобретения.

В третьем аспекте настоящего изобретения предложен способ обеспечения антиперспирантного эффекта, включающий местное нанесение на поверхность тела человека композиции согласно первому аспекту настоящего изобретения, в частности, полученной в соответствии со вторым аспектом настоящего изобретения.

Композиции согласно настоящему изобретению представляют собой косметические композиции, и их применение для борьбы с потоотделением является косметическим применением, а не терапевтическим.

Термин "активационная смесь", применяемый в настоящей заявке, относится к смеси соли, представляющей собой основной хлорид алюминия формулы от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , водорастворимой соли кальция, аминокислоты и воды.

Выбор применяемой соли ВАС имеет важное значение для успешной реализации настоящего изобретения. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что неожиданно хорошие результаты достигаются в случае применения солей ВАС, известных как сесквихлоридаты алюминия (в настоящем документе ASCH), имеющих химическую формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ . Большинство коммерче-

ских образцов ASCH имеют химическую формулу от  $\text{Al}_2\text{OH}_{4,7}\text{Cl}_{1,3}$  до  $\text{Al}_2\text{OH}_{4,9}\text{Cl}_{1,1}$ , и предпочтительно использовать соли ВАС указанной формулы.

Неожиданно хорошие результаты, упомянутые в представленном выше абзаце, включают неожиданно хорошую антиперспирантную эффективность. Кроме того, композиции, получаемые согласно настоящему изобретению, обладают превосходной стабильностью при хранении, что обеспечивает их хорошую эффективность в течение многих месяцев.

Усиление антиперспирантной эффективности, наблюдаемое при применении активированных ВАС, описанных в настоящей заявке, в антиперспирантных композициях в виде эмульсии типа вода-в-масле, является неожиданно существенным. Как известно, получение антиперспирантных композиций в виде эмульсии типа вода-в-масле, обладающих хорошей антиперспирантной эффективностью, является затруднительным, и настоящее изобретение решает указанную проблему.

Соль ВАС, применяемая в настоящем изобретении, имеет мольное отношение алюминия хлориду от 1,25:1 до 1,82:1 и предпочтительно от 1,54:1 до 1,82:1.

Для активирования антиперспирантного вещества важно достаточное содержание кальция по отношению к количеству содержащегося алюминия. Мольное отношение кальция к алюминию обычно составляет по меньшей мере 1:40, предпочтительно по меньшей мере 1:30 и более предпочтительно по меньшей мере 1:20. Концентрация кальция, превышающая концентрацию алюминия, является нецелесообразной, при этом действительно предпочтительно, чтобы концентрация кальция составляла не более половины концентрации алюминия, и более предпочтительно не более одной пятой указанной концентрации. Для предпочтительных мольных отношений кальция к алюминию, составляющих по меньшей мере 1:40 и по меньшей мере 1:20, независимо предпочтительно, чтобы указанные отношения составляли не более 1:2 и более предпочтительно не более 1:5.

В особенно предпочтительных вариантах реализации мольное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:15 и предпочтительно не более 1:5, и в наиболее предпочтительных вариантах реализации оно составляет по меньшей мере 1:10 и предпочтительно не более 1:5.

Предпочтительная водорастворимая соль кальция для применения в настоящем изобретении представляет собой хлорид кальция.

В настоящем документе ссылки на мольные содержания и отношения "алюминия" рассчитывают на основе мономерного соединения алюминия, но они включают алюминий, который содержится в многоатомных соединениях; действительно, большая часть алюминия в солях соответствует содержанию в многоатомных соединениях.

Для активирования антиперспирантного вещества важно достаточное содержание аминокислоты по отношению к количеству содержащегося алюминия. Мольное отношение аминокислоты к алюминию предпочтительно составляет по меньшей мере 1:20, более предпочтительно по меньшей мере 1:10 и наиболее предпочтительно по меньшей мере 1:5. Концентрация аминокислоты, превышающая концентрацию алюминия, является нецелесообразной; следовательно, мольное отношение аминокислоты к алюминию предпочтительно составляет от 1:20 до 1:1, более предпочтительно от 1:10 до 1:1 и наиболее предпочтительно от 1:5 до 1:1.

В особенно предпочтительных вариантах реализации мольное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:4 и предпочтительно не более 1:1, и в наиболее предпочтительных вариантах реализации оно составляет по меньшей мере 1:3 и предпочтительно не более 1:1.

Присутствие и кальция и аминокислоты имеет важное значение для успешной реализации настоящего изобретения. В предпочтительных вариантах реализации мольное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:40, и мольное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:20. В других предпочтительных вариантах реализации мольное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:20, и мольное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:10. В особенно предпочтительных вариантах реализации мольное отношение кальция к алюминию составляет от 1:20 до 1:5, и мольное отношение аминокислоты к алюминию составляет от 1:10 до 1:1.

Указанные выше предпочтительные варианты для мольного отношения кальция к алюминию и/или мольного отношения аминокислоты к алюминию позволяют получать композиции с более высоким содержанием полосы III (см. ниже) и, в целом, более высокой антиперспирантной эффективностью. Следует отметить, что более высокое содержание полосы III обычно указывает на более высокую антиперспирантную эффективность.

Предпочтительные аминокислоты для применения в настоящем изобретении представляют собой глицин, аланин, валин и пролин. Особенно предпочтительная аминокислота для применения в настоящем изобретении представляет собой глицин.

В процессе активации обычно получают смесь соединений алюминия, имеющих относительно высокое содержание материала, который обычно называют материалом, соответствующим полосе III, как определено анализом методом ГПХ (гель-проницающей хроматографии). Применяемая методика ГПХ хорошо известна в данной области техники и более подробно описана в документе US 4359456 (Gosling). Полоса ГПХ, обычно называемая полосой III, в документе EP 1104282 B1, Gillette, обозначена как "пик 4".

В настоящей заявке термин "содержание полосы III" относится к интегралу площади в области полосы III хроматограммы ГПХ относительно интеграла общей площади во всех областях, соответствующих соединениям алюминия, а именно, полосах I, II, III и IV.

В конкретных вариантах реализации настоящего изобретения композиции согласно настоящему изобретению, предназначенные для применения в качестве антиперспирантных композиций, предпочтительно имеют содержание полосы III по меньшей мере 30% и более предпочтительно по меньшей мере 50%.

При активации нагреванием соли ВАС, как описано в настоящей заявке, предпочтительно нагревание активационной смеси в течение времени, достаточного для обеспечения содержания полосы III соединений алюминия по меньшей мере 30% и более предпочтительно по меньшей мере 50%.

При активации нагреванием соли ВАС, как описано в настоящей заявке, активационную смесь нагревают до по меньшей мере 65°C, предпочтительно до по меньшей мере 75°C и более предпочтительно до по меньшей мере 85°C. Активацию нагреванием обычно проводят в течение по меньшей мере одного часа.

В настоящем документе термин "свободная вода" исключает любую гидратационную воду, связанную с антиперспирантной солью или другим компонентом, добавленным к конкретной композиции, но включает всю остальную присутствующую воду.

В настоящей заявке количества и концентрации ингредиентов представляют собой массовые проценты в расчете на общую массу композиции, если не указано иное, и отношения представляют собой массовые отношения.

В настоящей заявке термин "масло" обозначает нерастворимый в воде органический материал, который является жидким при 20°C. Нерастворимым считают любой материал, имеющий растворимость менее 0,1 г / 100 г при 20°C.

Композиции в виде эмульсии типа вода-в-масле согласно настоящему изобретению предпочтительно характеризуются отношением водной фазы к масляной фазе более 1:1, т.е. предпочтительно, чтобы дисперсная фаза имела большую общую массу, чем дисперсионная среда. Отношение водной фазы к масляной фазе особенно предпочтительно составляет от более 50:50 до 82:18, особенно от 70:30 до 82:18 и наиболее предпочтительно от 72:28 до 80:20.

Существенным компонентом согласно настоящему изобретению является масляная дисперсионная среда, в которой суспендирована водная фаза. Предпочтительно, чтобы масляная дисперсионная среда содержала силиконовое масло, и особенно предпочтительно, чтобы силиконовое масло или масла составляли большую часть, т.е. более 50 мас.%, от масел, содержащихся в композиции. Особенно предпочтительно, чтобы силиконовое масло составляло более 90 мас.% от масел, содержащихся в композиции.

Предпочтительные силиконовые масла представляют собой линейные и циклические диметиконовые масла. Особенно предпочтительными являются циклические диметиконы, такие как, например, циклопентасилокеан. Другие силиконовые масла, которые можно включать в композицию, представляют собой диметиконы, замещенные фенилом или дифениленом, например, Dow Corning 200 350 сПз или Dow Corning 556.

Предпочтительно, чтобы антиперспирантные композиции типа вода-в-масле согласно настоящему изобретению содержали неионогенную эмульгаторную систему, в частности, неионогенную эмульгаторную систему, содержащую силиконовый эмульгатор (особенно, когда масляная фаза содержит силиконовое масло). Такая эмульгаторная система обычно имеет среднее значение ГЛБ в диапазоне от примерно 3 до примерно 8 и особенно от примерно 4 до примерно 6. Такое среднее значение ГЛБ предпочтительно получают путем выбора двух различных силиконовых эмульгаторов, один из которых имеет более высокое значение ГЛБ, а другой имеет более низкое значение ГЛБ. Особенно предпочтительно, чтобы значения ГЛБ двух эмульгаторов различались не более чем на 2 единицы. Такие предпочтительные эмульгаторные системы могут обеспечивать как высокую антиперспирантную эффективность, так и превосходную стабильность при хранении, особенно при высоких температурах.

В настоящей заявке средние значения ГЛБ рассчитывают как средневзвешенные значения.

Особенно подходящие силиконовые эмульгаторы представляют собой этоксилированные и/или пропоксилированные простые силиконовые эфиры, необязательно с концевыми алкильными группами. Предпочтительные эмульгаторные системы содержат два различных эмульгатора, описанных в предыдущем предложении, особенно, когда один из них содержит концевую алкильную группу, а другой не содержит концевую алкильную группу. Было установлено, что такие эмульгаторные системы обеспечивают как высокую антиперспирантную эффективность, так и превосходную стабильность при хранении, особенно при высоких температурах.

Общая доля эмульгаторов в композиции обычно составляет по меньшей мере 1 мас.% и особенно по меньшей мере 1,5 мас.%. Как правило, эмульгаторы содержатся в количестве не более 10 мас.%, обычно не более 7 мас.% и во многих предпочтительных вариантах реализации в количестве до 6 масс.%. Особенно желательный диапазон концентраций для эмульгаторов составляет от 1,5 до 5 мас.%.

Дополнительным необязательным компонентом для применения согласно настоящему изобретению

является ароматическое масло, иногда альтернативно называемое парфюмерным маслом. Ароматическое масло может содержать одну ароматическую добавку или компонент, но чаще содержит множество ароматических компонентов. В настоящей заявке ароматические масла придают композиции аромат, предпочтительно приятный аромат. Предпочтительно ароматическое масло придает поверхности тела человека приятный аромат наносимой композиции.

Количество ароматического масла в композиции обычно составляет до 3%, предпочтительно по меньшей мере 0,5% и особенно от 0,8 до 2%.

В некоторых вариантах реализации предпочтительно добавлять масло, отличное от ароматического масла или силиконового масла, которое имеет относительно низкую вязкость, под которой подразумевают вязкость менее 250 сСт ( $\text{мм}^2/\text{с}$ ). Такие масла могут улучшить органолептические свойства композиции при нанесении и могут обеспечивать другие эффекты, такие как смягчающий эффект.

Подходящие масла можно выбрать из масел, представляющих собой простые алкиловые эфиры, с температурой кипения выше  $100^\circ\text{C}$  и, в частности, выше  $150^\circ\text{C}$ , включающих простые алкиловые эфиры полиалкиленгликоля. Такие простые эфиры желательно содержат от 10 до 20 этиленгликольных или пропиленгликольных звеньев, а алкильная группа обычно содержит от 4 до 20 атомов углерода. Предпочтительные масла, представляющие собой простые эфиры, включают простые алкиловые эфиры полипропиленгликоля (PPG), такие как PPG-14-бутиловый эфир и PPG-15-стеариловый эфир.

Подходящие масла могут включать одно или более триглицеридных масел. Триглицеридные масла обычно содержат алкильные остатки алифатических  $\text{C}_7$ - $\text{C}_{20}$  спиртов, при этом общее количество атомов углерода выбирают в сочетании со степенью олефиновой ненасыщенности и/или разветвления таким образом, чтобы триглицерид был жидким при  $20^\circ\text{C}$ . Одним из примеров является масло жожоба. Особенно предпочтительно, если в триглицеридном масле алкильные остатки представляют собой линейные группы  $\text{C}_{18}$ , содержащие одну, две или три олефиновые степени ненасыщенности, две или три из которых необязательно являются сопряженными, при этом многие из таких масел извлекают из растений (или являются их синтетическими аналогами), в том числе триглицериды олеиновой кислоты, линолевой кислоты, сопряженных линолевых кислот, линоленовой кислоты, петроселиновой кислоты, рицинолевой кислоты, линоленэлаидиновой кислоты, транс-7-октадеценовой кислоты, паринаровой кислоты, пиноленовой кислоты, гранатовой кислоты, петроселиновой кислоты и стеариновой кислоты.

Подходящие масла могут включать масла, полученные из ненасыщенных кислот  $\text{C}_{18}$ , включая масло семян кориандра, масло семян бальзамина садового (*impatiens balsamina*), жирное масло косточек *Parinarium laurinarium*, масло семян *Sabastianabrasilinsis*, дегидратированное касторовое масло, масло семян бурачника, масло вечерней примулы, масло водосбора обыкновенного (*Aquilegia vulgaris*), масло (семян) подсолнечника и сафлоровое масло. Другие подходящие масла можно получить из конопли и масла семян кукурузы. Особенно предпочтительным маслом является масло (семян) подсолнечника.

Другие подходящие масла, которые также могут представлять собой смягчающие масла, включают масла, представляющие собой алкиловые или алкил-арилловые сложные эфиры, с температурой кипения выше  $150^\circ\text{C}$  (и температурой плавления ниже  $20^\circ\text{C}$ ). Такие масла, представляющие собой сложные эфиры, включают масла, содержащие одну или две алкильные группы длиной от 12 до 24 атома углерода, в том числе изопропилмирилат, изопропилпальмитат и миристилпальмитат. Другие нелетучие масла, представляющие собой сложные эфиры, включают алкил- или арилбензоаты, такие как  $\text{C}_{12-15}$  алкилбензоат, например, Finsolv TN™ или Finsolv Sun™.

Другие компоненты, которые могут присутствовать, включают короткоцепочечные ( $\text{C}_2$ - $\text{C}_4$ ) спирты и особенно многоатомные спирты, такие как глицерин, этиленгликоль, пропиленгликоль и их полимеры, в частности, полиэтиленгликоль и полипропиленгликоль. Полиэтиленгликоль со средней молекулярной массой от 200 до 600 является предпочтительным компонентом. Такие компоненты можно добавлять для регулирования органолептических свойств композиции, и, в случае применения, их содержание обычно составляет от 0,5 до 10% в расчете на общую массу композиции.

Композиции согласно настоящему изобретению подходят для дозирования через шариковый дозатор, т.е. они способны течь. Шариковые дозаторы, подходящие для применения с композициями согласно настоящему изобретению, включают вертикальные дозаторы, такие как описанные в документе EP 1175165, или дозаторы перевернутого типа, такие как описанные в документах US6511243 или WO05/007377. При применении таких дозаторов композицию наносят путем прокатывания шарика дозатора по поверхности кожи с образованием пленки жидкости на коже.

Вязкость композиций согласно настоящему изобретению предпочтительно составляет 10000 мПа·с или менее, более предпочтительно 8000 мПа·с или менее и наиболее предпочтительно 7000 мПа·с или менее, и такие значения вязкости обеспечивают повышение свойства текучести композиций.

Также было признано желательным поддерживать определенную минимальную вязкость, поскольку это может повысить стабильность, особенно при высоких температурах, например,  $50^\circ\text{C}$ . Таким образом, предпочтительно, чтобы композиция имела предпочтительную вязкость, составляющую по меньшей мере 1000 мПа·с, более предпочтительную вязкость, составляющую по меньшей мере 2000 мПа·с, или наиболее предпочтительную вязкость, составляющую по меньшей мере 4000 мПа·с.

Для достижения как хороших свойств текучести, так и хорошей стабильности, композиции согласно настоящему изобретению имеют вязкость, которая предпочтительно составляет от 1000 до 10000 мПа·с, более предпочтительно от 2000 до 8000 мПа·с и наиболее предпочтительно от 4000 мПа·с до 7000 мПа·с.

В настоящей заявке указанные значения вязкости измеряли при 10 об/мин при температуре окружающей среды.

В некоторых вариантах реализации антиперспирантные эмульсии типа вода-в-масле, описанные в настоящей заявке, можно смешивать с летучим газом-вытеснителем и применять в качестве аэрозольного продукта, распыляемого из обычного аэрозольного дозатора. Такие антиперспирантные аэрозольные композиции содержат антиперспирантную композицию в виде эмульсии типа вода-в-масле, описанную в первом аспекте настоящего изобретения, и летучий газ-вытеснитель.

В настоящей заявке летучий газ-вытеснитель представляет собой газ-вытеснитель с температурой кипения ниже 10°C и особенно газ-вытеснитель с температурой кипения ниже 0°C. Такие материалы обычно находятся в сжиженном виде под давлением внутри емкости, из которой их дозируют.

Подходящие летучие газы-вытеснители включают трихлорфторметан, трихлортрифторэтан, дифторэтан, пропан, бутан, изобутан или их комбинации. Особенно предпочтительно использовать сжиженные газообразные углеводороды и особенно C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> углеводороды, включая пропан, бутан, изобутан, пентан, изопентан и смеси двух или более указанных соединений. Среди них особенно предпочтительными газами-вытеснителями являются изобутан, смесь изобутан/пропан, смесь бутан/пропан, при этом смеси пропана, изобутана и бутана являются наиболее предпочтительными. Применяемое количество обычно составляет от 5 до 95 мас.% и предпочтительно от 30 до 90 мас.% от общей массы композиции.

Обычный способ получения композиций согласно настоящему изобретению включает стадии нагревания до по меньшей мере 65°C водного раствора соли, представляющей собой основной хлорид алюминия, имеющей формулу от Al<sub>2</sub>OH<sub>4,4</sub>Cl<sub>1,6</sub> до Al<sub>2</sub>OH<sub>4,9</sub>Cl<sub>1,1</sub>, с водорастворимой солью кальция и аминокислотой, при этом мольное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:20, и мольное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:10, и эмульгирования полученного раствора в масляной дисперсионной среде.

Первая стадия способа получения, описанного в приведенном выше абзаце, приводит к "активации нагреванием" соли, представляющей собой основной хлорид алюминия, при помощи водорастворимой соли кальция и аминокислоты. Полученный активированный нагреванием раствор обычно охлаждают перед эмульгированием в масляной дисперсионной среде и предпочтительно его также разбавляют дополнительным количеством воды до или во время эмульгирования.

Предпочтительные варианты, описанные выше в отношении композиций согласно настоящему изобретению, применимы, если это уместно, к обычному способу получения таких композиций, описанному в двух приведенных выше абзацах.

Способ обеспечения антиперспирантного эффекта, описанный в качестве третьего аспекта изобретения (см. выше), может включать прямое или не прямое местное нанесение композиции на поверхность тела человека. В каждом из способов, описанных в данном абзаце, композицию предпочтительно наносят на подмышечные области тела человека.

### Примеры

Если не указано иное, в следующих примерах все процентные значения, части и отношения являются массовыми.

Раствор хлоргидрата 50 представлял собой водный раствор, содержащий примерно 50 мас.% гидратированного хлоргидрата алюминия (ACH), соответствующего примерно 40 мас.% безводного ACH, и его получали из SummitReheis. Измеряли в нем содержание Al, которое составило 12,9 мас.%. ACH имел примерную общую формулу Al<sub>2</sub>(OH)<sub>5</sub>Cl, и отношение Al:Cl составляло примерно 2:1.

Раствор Reach 301L содержал примерно 40% ASCH (в расчете на безводные твердые вещества), и его получали из Summit-Reheis. ASCH имел примерную общую формулу Al<sub>2</sub>(OH)<sub>4,8</sub>Cl<sub>1,2</sub>, и отношение Al:Cl составляло примерно 1,67:1.

Дигидрат хлорида кальция и глицин получали из Sigma-Aldrich. Циклопентасилоксан представлял собой PMX-0245 производства Xiameter. Глицерин представлял собой Pricerine 9091 производства Croda.

"SSO" представляло собой масло семян подсолнечника или масло семян подсолнечника однолетнего (Helianthis Annum) производства Aarhus Karlshamn.

Abil EM97 представлял собой смесь 85:15 бис-ПЭГ/PPG-14/14 диметикона и циклопентасилоксана производства Evonik.

Abil EM90 представлял собой цетил-ПЭГ/PPG-10/1 диметикон производства Evonik.

Два активированных нагреванием раствора соли ВАС получали следующим образом.

51,07 частей воды, 40,00 частей раствора Reach 301L, 2,65 части дигидрата хлорида кальция и 6,27 частей глицина взвешивали и вносили в емкость и раствор перемешивали, пока он не становился прозрачным. Полученный раствор грели при 85°C в течение 18 ч в закрытом стеклянном сосуде, а затем быстро охлаждали до примерно 35°C и оставляли охлаждаться до комнатной температуры с получением

раствора 1.

Раствор 2 получали точно таким же способом, как описано для раствора 1, за исключением того, что раствор грели при 85°C в течение 5 ч.

Растворы 1 и 2 применяли для получения антиперспирантных композиций для шарикового дозатора, указанных в таблице. ASCH, CaCl<sub>2</sub> и глицин поступали исключительно из активированного нагреванием раствора ВАС, и указанные количества соответствуют количествам в конечной композиции. Раствор ВАС, применяемый в примере сравнения А, представлял собой раствор хлоргидрола 50 (40% безводный АСН).

Композиции для шарикового дозатора, указанные в таблице, получали в объеме 1 л с применением следующего способа.

В первом мерном стакане Abil EM90, Abil EM97 и циклопентасилоксан перемешивали до однородности. Во втором мерном стакане глицерин, раствор соли ВАС и любое дополнительное количество воды перемешивали до однородности.

Водную фазу медленно добавляли в масляную фазу при постоянном перемешивании с применением мешалки Heidolph и при увеличении значения об/мин от 200 до 450, перемешивание продолжали при 450 об/мин в течение 5 мин после завершения добавления водной фазы.

С применением гомогенизатора Silverston эмульсию перемешивали при 5000 об/мин в течение 10 секунд до достижения значения вязкости от 10000 до 12000 мПа·с (при 10 об/мин).

Эмульсию возвращали в мешалку Heidolph и перемешивали при 300 об/мин в процессе добавления масла семян подсолнечника, а затем ароматической добавки с получением конечного продукта, который загружали в обычные шариковые аппликаторы.

Таблица. Антиперспирантная композиция для шарикового дозатора

Пример:	1	2	3	4	А
	масс./масс. %				
Раствор 1	50,00	--	--	--	--
Раствор 2	--	50,00	69,00	69,00	--
АССН	8	8	11	11	--
CaCl <sub>2</sub>	1,33	1,33	1,82	1,82	--
Глицин	3,13	3,13	4,31	4,31	--
Раствор АСН	--	--	--	--	30
Циклопентасилоксан	20	20	20	20	20
Глицерин	4	4	4	4	4
SSO	4	4	0,5	4	4
Abil EM97	2	1	1	1	1,75
Abil EM90	--	1	1	1	1,75
Ароматическая добавка	1	1	1	1	1
Вода	До 100	До 100	До 100	--	До 100
Вязкость	4020	5930	6170	6050	3500

В таблице также указаны вязкости (в мПа·с) конечных продуктов. Все вязкости измеряли реометром Brookfield (шпиндель RV4) при 10 об/мин.

Результаты "снижение количества пота" (SWR) получали для некоторых из композиций при помощи контрольной группы из 30 женщин-добровольцев. Испытатели наносили исследуемую композицию (0,30 г) на одну подмышечную область и 0,30 г аэрозольного дезодоранта для тела без антиперспирантного эффекта наносили на вторую подмышечную область каждого участника контрольной группы. Указанную процедуру проводили один раз в день в течение трех дней. После третьего нанесения участникам контрольной группы предписывалось не мыть подмышки в течение следующих 24 ч.

Через 24 ч после третьего и конечного нанесения продукта у участников контрольной группы вызвали потоотделение в нагретой комнате при 40°C (±2°C) и 40% (±5%) относительной влажности в течение 40 мин. После указанного времени участники контрольной группы покидали нагретую комнату и их подмышечные области тщательно вытирали. Затем к каждой из подмышечных областей каждого из участников контрольной группы прикладывали предварительно взвешенные хлопковые салфетки, и участники контрольной группы повторно входили в нагретую комнату на дополнительные 20 мин. После указанного времени салфетки удаляли и повторно взвешивали для расчета массы образовавшегося пота.

Снижение количества пота (SWR) для каждого из участников контрольной группы рассчитывали как процентное отношение (% SWR), и среднее значение % SWR рассчитывали в соответствии со способом, описанным Мерфи (Murphy) и Левином (Levine) в "Analysis of Antiperspirant Efficacy Results", J. Soc. Cosmetic Chemists, 1991(May), 42, 167-197.

Результаты SWR, полученные для примеров 1 и 2, составляли 42% и 33%, соответственно. Результат SWR для примера сравнения А был намного хуже и составил всего 8%, несмотря на то, что эта композиция имела более высокое процентное содержание антиперспирантного активного вещества (12% в расчете на безводный АСН), чем примеры согласно настоящему изобретению.

Также на композициях, приведенных в таблице, проводили испытания на термостойкость. Образцы хранили в герметичных сосудах при 50°C и наблюдали за их внешним видом.

Несмотря на хорошее значение SWR и хорошую стабильность при температуре окружающей среды, пример 1 являлся не очень стабильным при 50°C и начинал разделяться на фазы через 8 ч. Пример 2, содержащий двойную эмульгаторную систему на основе Abil EM97 и Abil EM90, являлся стабильным в течение 21 дня при 50°C.

Оба из примеров 3 и 4, содержащих Abil EM97 и Abil EM90, демонстрировали хорошую стабильность при 50°C. Пример 3 являлся стабильным в течение 56 дней, и пример 4 являлся стабильным в течение 21 дня, при этом улучшенная стабильность первого обусловлена высоким содержанием силиконового масла по сравнению другими маслами.

Также исследовали увлажняющие качества композиций из примеров 1, 3 и 4. Было установлено, что каждый из примеров обеспечивает значительное улучшение показателей увлажнения кожи по сравнению с ведущим увлажняющим шариковым антиперспирантом из тех, что представлены на рынке.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Антиперспирантная композиция в виде эмульсии типа вода-в-масле, содержащая соль, представляющую собой основной хлорид алюминия, хлорид кальция и глицин, характеризующаяся тем, что соль, представляющая собой основной хлорид алюминия, имеет формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , и композицию активируют нагреванием указанной соли с хлоридом кальция и глицином, при этом мольное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:20 и мольное отношение глицина к алюминию составляет по меньшей мере 1:10 как при активации нагреванием основной соли алюминия, так и в конечной композиции, причем композиция содержит неионогенную эмульгаторную систему, содержащую два разных этоксилированных и/или пропоксилированных простых силиконовых эфира, один из которых содержит концевую алкильную группу, а другой не содержит концевую алкильную группу.

2. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что соль, представляющая собой основной хлорид алюминия, имеет формулу от  $Al_2OH_{4,7}Cl_{1,3}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ .

3. Композиция по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что в основном хлориде алюминия содержание полосы III, измеренное методом гель-проникающей хроматографии (ГПХ), составляет более 30%.

4. Композиция по любому из предшествующих пунктов, которая способна течь и подходит для дозирования через шариковый дозатор.

5. Композиция по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что силиконовое масло или масла составляют более 50 мас.% от масел, содержащихся в масляной дисперсионной среде.

6. Способ получения антиперспирантной композиции в виде эмульсии типа вода-в-масле по п.1, включающий стадии:

нагревание до по меньшей мере 65°C водного раствора соли, представляющей собой основной хлорид алюминия, имеющей формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , хлорида кальция и глицина, при этом мольное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:20 и мольное отношение глицина к алюминию составляет по меньшей мере 1:10, и

эмульгирование полученного раствора в масляной дисперсионной среде путем применения неионогенной эмульгаторной системы, содержащей два разных этоксилированных и/или пропоксилированных простых силиконовых эфира, один из которых содержит концевую алкильную группу, а другой не содержит концевую алкильную группу.

7. Способ по п.6, отличающийся тем, что активированный нагреванием раствор охлаждают перед эмульгированием в масляной дисперсионной среде и разбавляют дополнительным количеством воды до или во время эмульгирования.

8. Способ обеспечения антиперспирантного эффекта, включающий местное нанесение на поверхность тела человека композиции по любому из пп.1-5.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

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