

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **038401**

(13) **B1**

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

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2021.08.23**

(21) Номер заявки  
**201591678**

(22) Дата подачи заявки  
**2014.05.20**

(51) Int. Cl. *A61K 8/26* (2006.01)  
*A61K 8/44* (2006.01)  
*A61Q 15/00* (2006.01)  
*A61K 8/19* (2006.01)  
*C01F 7/56* (2006.01)  
*A61K 8/06* (2006.01)

---

(54) **АНТИПЕРСПИРАНТНАЯ КОМПОЗИЦИЯ**

---

(31) **13168418.5; 13168417.7; 14168831.7**

(32) **2013.05.20; 2013.05.20; 2014.05.19**

(33) **EP**

(43) **2016.05.31**

(86) **PCT/EP2014/060306**

(87) **WO 2014/187802 2014.11.27**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**ЮНИЛЕВЕР АЙПИ ХОЛДИНГС Б.В.**  
**(NL)**

(72) Изобретатель:  
**Фавзи Карим Мохамед Анвар М.,**  
**Франклин Кевин Рональд, Уотерфилд**  
**Филип Кристофер (GB)**

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

(56) US-A1-2011038823  
WO-A2-2008063188  
EP-A2-0405598  
US-A-4435382  
US-A1-2011038902  
EP-A2-0308937  
US-A-4359456  
US-A1-2007286830  
US-A1-2007196303  
WO-A2-0010512  
US-A1-2004115147  
US-A1-2007020211

---

(57) В настоящем изобретении предложена водная антиперспирантная композиция, содержащая соль хлоргидрата алюминия, водорастворимую кальциевую соль и аминокислоту, характеризующаяся тем, что соль хлоргидрата алюминия имеет формулу от  $Al_2OH_{4,7}Cl_{1,3}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , причем указанная композиция представляет собой эмульсию типа масло-в-воде, содержащую эмульгатор, и способ получения таких композиций, обладающих повышенным антиперспирантным эффектом.

---

**B1**

**038401**

**038401**  
**B1**

Настоящее изобретение относится к антиперспирантным композициям и способам их получения. В частности, настоящее изобретение относится к композициям, содержащим активные антиперспирантные вещества на основе хлоргидрата алюминия (в настоящем документе ХГА), а также к их получению.

Композиции согласно настоящему изобретению можно применять в качестве антиперспирантных композиций и/или можно применять для получения высокоэффективных антиперспирантных композиций. Путем применения описанных в настоящем документе способов можно получать особенно эффективные или "активированные" композиции ХГА.

Определенные активированные активные вещества на основе ХГА доступны на рынке и их получение и применение описано в многочисленных публикациях.

Активированные образцы ХГА традиционно получали посредством длительного нагревания растворов ХГА с последующей сушкой распылением; см., например, US 4359456 (Gosling). Образцы, полученные указанным способом, необходимо было готовить в виде по существу безводных композиций, для того чтобы антиперспирант мог сохранять свою высокую активность.

Активированные образцы ХГА также получали с применением водорастворимых кальциевых кислот, главным образом, вместе с дополнительным вспомогательным веществом, таким как аминокислота, гидроксильная кислота или бетаин. Некоторые из указанных образцов могут быть приготовлены в виде водных композиций без потери антиперспирантом всей его повышенной активности.

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

В патенте US 6911195 (Gillette) описаны эмульсионные гели типа вода-в-масле, содержащие антиперспирантные соли алюминия-циркония, активируемые с помощью ионов кальция.

В патенте US 5955065 (Gillette) описаны безводные суспензионные составы, содержащие частицы ХГА и антиперспирантные соли алюминия-циркония, активируемые с помощью ионов кальция.

В патенте US 6942850 (Gillette) описана водная спиртовая композиция, содержащая антиперспирантные соли алюминия-циркония, активируемые с помощью ионов кальция.

В WO 2009/044381 (P&G) описаны эмульсионные карандаши типа вода-в-масле, содержащие ХГА и антиперспирантные соли алюминия-циркония, активируемые с помощью ионов кальция.

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

В патенте US 2011/0038823 (Dial/Henkel) описаны эмульсионные карандаши типа вода-в-масле, содержащие активное вещество антиперспиранта, полученное путем объединения ХГА, хлорида кальция и глицина.

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

В WO 2009/075678, WO 2009/076592, WO 2011/016807, WO 2012/060817, WO 2012/061280, WO 2012/148480 и WO 2012/148481 (Colgate) описано получение активированных антиперспирантных солей путем нейтрализации хлорида алюминия гидроксидом кальция в присутствии глицина.

Настоящее изобретение, в частности, относится к композициям ХГА, содержащим сесквихлоргидрат алюминия (в данном документе СХГА), имеющий химическую формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ . Указанный материал является доступным на рынке, но его приготовление и применение, описанные в настоящем документе, являются новыми и обеспечивают неожиданные преимущества.

В первом аспекте настоящего изобретения предложена водная антиперспирантная композиция, содержащая соль хлоргидрата алюминия, водорастворимую соль кальция и аминокислоту, причем указанная композиция характеризуется тем, что соль хлоргидрата алюминия имеет формулу от  $Al_2OH_{4,7}Cl_{1,3}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , причем указанная композиция представляет собой эмульсию типа масло-в-воде, содержащую эмульгатор.

Во втором аспекте настоящего изобретения предложен способ получения водной антиперспирантной композиции, причем указанный способ включает (i) смешивание соли хлоргидрата алюминия, водорастворимой соли кальция, аминокислоты и воды, (ii) нагревание смеси до температуры по меньшей мере 65°C и (iii) охлаждение смеси до температуры окружающей среды, причем указанный способ характеризуется тем, что применяемая соль хлоргидрата алюминия имеет формулу от  $Al_2OH_{4,7}Cl_{1,3}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , причем указанная композиция представляет собой эмульсию типа масло-в-воде, содержащую эмульгатор.

В третьем аспекте настоящего изобретения предложен способ достижения антиперспирантного эффекта, включающий местное нанесение на поверхность тела человека композиции в соответствии с первым аспектом настоящего изобретения, особенно в случае, когда указанная композиция получена в соответствии со вторым аспектом настоящего изобретения.

Водные композиции в соответствии с первым аспектом настоящего изобретения могут быть применены в способе получения согласно второму аспекту настоящего изобретения. Водные композиции, полученные в результате реализации такого способа, имеют повышенную антиперспирантную производительность.

В контексте настоящего документа термин "активирующая смесь" относится к смеси соли хлоргидрата алюминия, имеющей формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , водорастворимой кальциевой соли, аминокислоты и воды.

Выбор применяемой соли ХГА имеет решающее значение для успешной реализации настоящего изобретения. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что удивительно хорошие результаты получаются при применении солей ХГА, обычно называемых сесквихлоргидрат алюминия (в настоящем документе СХГА), который имеет химическую формулу от  $Al_2OH_{4,4}Cl_{1,6}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ . Большинство коммерческих образцов СХГА имеют химическую формулу от  $Al_2OH_{4,7}Cl_{1,3}$  до  $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$ , и предпочтительно применять соли ХГА указанной формулы.

Неожиданно хорошие результаты, упомянутые в предыдущем параграфе, включают удивительно хорошую антиперспирантную эффективность. Кроме того, композиции, полученные в соответствии с настоящим изобретением, имеют замечательную стабильность при хранении, сохраняя хорошую эффективность в течение многих месяцев.

Неожиданным преимуществом композиций согласно настоящему изобретению является то, что они дают минимальные уровни окрашивания одежды, в частности минимальные желтые следы. Окрашивание одежды, носимой в непосредственной близости от областей тела, на которые наносят продающиеся в настоящее время антиперспирантные композиции, является хорошо известной проблемой. Частичное решение этой проблемы состоит в сокращении количества применяемого антиперспирантного активного вещества; однако это, как правило, оказывает предсказуемый эффект, заключающийся в снижении эффективности антиперспиранта. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что путем применения композиций согласно настоящему изобретению желтые следы могут быть уменьшены/минимизированы без того, чтобы чрезмерно поступиться антиперспирантным эффектом. Действительно, композиции согласно настоящему изобретению могут обеспечивать удивительное сокращение желтых следов при соответствующем антиперспирантном эффекте по сравнению с обычными композициями.

В пятом аспекте настоящего изобретения предложено применение композиции в соответствии с первым аспектом настоящего изобретения для обеспечения превосходного антиперспирантного эффекта и пониженного окрашивания, в частности пониженного пожелтения одежды.

Преимущество уменьшенного окрашивания и, в частности, уменьшенного пожелтения имеет наибольшее значение в отношении одежды, которую носят в непосредственной близости от областей, на которые наносят антиперспирантную композицию, например подмышечных областей или подмышечных впадин. Как полагают, желтое окрашивание, возникает в результате взаимодействия пота на поверхности человеческого тела и нанесенных активных веществ антиперспиранта. Таким образом, уровень окрашивания особенно чувствителен к природе нанесенного активного вещества антиперспиранта. Остается неразрешенным, почему активный антиперспирант, применяемый в композициях согласно настоящему изобретению, дает преимущества в отношении низкого/уменьшенного окрашивания/желтых следов.

Преимущество уменьшенного (желтого) окрашивания наблюдают у одежды, которую носили в непосредственной близости от областей человеческого тела, на которые была нанесена антиперспирантная композиция, но указанное преимущество может быть продемонстрировано с помощью непосредственного нанесения антиперспирантных композиций на ткань, причем этот способ просто исключает непосредственное участие кожи в передаче антиперспиранта из композиции на ткань. При применении этого способа целесообразно также рассматривать ткань с человеческим потом или ее искусственный вариант, чтобы лучше показать совокупное воздействие пота и антиперспиранта на ткань.

Также существуют сенсорные преимущества, в частности преимущество "уменьшенной липкости" при применении композиций согласно настоящему изобретению. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что посредством применения композиций согласно настоящему изобретению ощущение липкости во время и/или после нанесения может быть уменьшено/минимизировано без того, чтобы чрезмерно поступиться антиперспирантным эффектом. Действительно, композиции согласно настоящему изобретению могут обеспечивать удивительное уменьшение липкости при соответствующем антиперспирантном действии по сравнению с обычными композициями.

Липкость кожи во время и/или после применения водных шариковых антиперспирантных композиций является хорошо известной проблемой. Она соотносится к высыханию таких композиций на поверхности человеческого тела, в частности, когда композицию наносят на подмышечные области или подмышечные впадины. Применяемая активная система антиперспиранта представляет собой один из многих факторов, которые могут повлиять на воспринимаемую липкость.

В шестом аспекте настоящего изобретения предложено применение композиции в соответствии с первым аспектом настоящего изобретения для обеспечения превосходного антиперспирантного действия и уменьшения липкости.

Соль ХГА, применяемая в настоящем изобретении, имеет молярное отношение алюминия к хлориду от 1,25:1 до 1,82:1, предпочтительно от 1,54:1 до 1,82:1.

Для того чтобы антиперспирант активировался, важно, чтобы кальций присутствовал в достаточном количестве по отношению к количеству присутствующего алюминия. Молярное отношение кальция к алюминию составляет обычно по меньшей мере 1:40, предпочтительно по меньшей мере 1:30 и более

предпочтительно по меньшей мере 1:20. Невыгодно, чтобы концентрация кальция превышала концентрацию алюминия, в действительности предпочтительно, когда концентрация кальция составляет не более половины от концентрации алюминия, и более предпочтительно, когда концентрация кальция составляет не более чем пятую часть указанной концентрации алюминия. Для предпочтительных молярных отношений кальция к алюминию, по меньшей мере 1:40 и по меньшей мере 1:20, независимо предпочтительно, чтобы это отношение составляло не более чем 1:2, и более предпочтительно, чтобы оно не было более чем 1:5.

В особенно предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения молярное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:15 и предпочтительно не более чем 1:5, а в особенно предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения оно составляет по меньшей мере 1:10 и предпочтительно не более чем 1:5.

Предпочтительной водорастворимой солью кальция для применения в настоящем изобретении является хлорид кальция.

В настоящем документе ссылки на молярные количества и соотношения "алюминия" рассчитываются на основе мономерного алюминия, но включают алюминий, присутствующий в многоядерных соединениях; действительно, большинство алюминия в значимых солях присутствует в многоядерных соединениях.

Для того чтобы антиперспирант активировался, важно, чтобы аминокислота присутствовала в достаточном количестве по отношению к количеству присутствующего алюминия. Молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:20, более предпочтительно по меньшей мере 1:10 и наиболее предпочтительно по меньшей мере 1:5. Невыгодно иметь концентрацию аминокислоты больше концентрации алюминия; следовательно, молярное 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 настоящего изобретения молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:4 и предпочтительно не более чем 1:1, а в особенно предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения оно составляет по меньшей мере 1:3 и предпочтительно не более чем 1:1.

Присутствие как кальция, так и аминокислоты является существенным для успешного осуществления настоящего изобретения. В предпочтительных вариантах реализации молярное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:40 и молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:20. В других предпочтительных вариантах реализации молярное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:20 и молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:10. В особенно предпочтительных вариантах реализации молярное отношение кальция к алюминию составляет от 1:20 до 1:5, а молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет от 1:10 до 1:1.

В некоторых особенно предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения молярное отношение кальция к алюминию составляет от 1:15 до 1:5, а молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет от 1:4 до 1:1. В этих особенно предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения образцовая производительность достигается, когда молярное отношение кальция к алюминию составляет от 1:10 до 1:5, а молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет от 1:3 до 1:1.

Вышеуказанные предпочтения для молярного отношения кальция к алюминию и/или молярного отношения аминокислоты к алюминию приводят к композициям с высоким содержанием полосы III (смотри ниже) и, в целом, к более высокой антиперспирантной производительности. Следует отметить, что высокое содержание полосы III обычно указывает на более высокую антиперспирантную производительность.

Следует отметить, что аминокислота должна быть применена для того, чтобы активировать антиперспирантную соль. Было установлено, что комбинация водорастворимой кальциевой соли и гидроксикислоты, как описано в патенте EP 1104282 (Gillette), является неудачной (смотри ниже). Предпочтительными аминокислотами, применяемыми в настоящем изобретении, являются глицин, аланин, валин и пролин. Особенно предпочтительной аминокислотой для применения в настоящем изобретении является глицин.

Способ активации обычно дает смесь соединений алюминия, имеющих относительно высокое содержание того, что обычно называют материалом полосы III, как определено анализом ГПХ (гель-проникающей хроматографии). Применяемая методика ГПХ хорошо известна в данной области техники и более подробно описана в патенте US 4359456 (Gosling). Полоса ГПХ, обычно называемая полосой III, в патенте EP 1104282 B1 обозначена Gillette как "Пик 4".

В контексте настоящего документа термин "содержание полосы III" относится к интегрированной площади в области полосы III ГПХ-хроматографа по отношению к общей интегрированной площади во всех областях, соответствующих алюминиевым соединениям; а именно, полосам 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%, более предпочтительно по меньшей мере 50% и наиболее предпочтительно по меньшей мере 60%.

В способе активации и способе получения, описанных в настоящем документе, предпочтительно, чтобы активационную смесь нагревали в течение времени, достаточного для того, чтобы содержание алюминиевых соединений полосы III становилось по меньшей мере 30%, более предпочтительно по меньшей мере 40% и наиболее предпочтительно по меньшей мере 50%.

В способе активации и способе получения, описанных в настоящем документе, активационную смесь нагревают по меньшей мере до 65°C, предпочтительно до по меньшей мере 75°C и более предпочтительно до по меньшей мере 85°C.

В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения способ активации и способ получения использует "ультра-высокотемпературную" (УВТ) обработку, которая обычно применяется при пастеризации и стерилизации молока. Такая обработка включает нагревание активационной смеси до температуры более чем 100°C при давлении выше 1 бар (100000 Па). С помощью этого способа авторы настоящего изобретения обнаружили, что СХГА может быть активирован в гораздо более короткий период времени; следовательно, предпочтительное время нагревания будет составлять менее 1 ч, более предпочтительно менее 30 мин и наиболее предпочтительно менее 10 мин.

В предпочтительном способе УВТ активационную смесь нагревают до температуры, превышающей 110°C, при давлении выше 2 бар (200000 Па). Это может сделать возможной активацию СХГА в течение нескольких минут или секунд, поэтому предпочтительное время нагревания будет составлять менее 1 ч, более предпочтительно менее 30 мин и наиболее предпочтительно менее 10 мин.

Неожиданно было обнаружено, что антиперспирантные композиции, полученные с применением способа УВТ, не требуют особенно высокого содержания материала полосы III, чтобы дать отличную антиперспирантную производительность (см. ниже). Действительно, антиперспирантные композиции, полученные с помощью этого способа, могут содержать полосу III 30% или более.

В предпочтительных способах получения, в частности, УВТ способах, концентрация алюминия, применяемого в способе, предпочтительно составляет от 0,5 до 5 моль/дм<sup>3</sup> и более предпочтительно от 1,4 до 5 моль/дм<sup>3</sup>. В некоторых особенно предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения концентрация алюминия может быть более 3 моль/дм<sup>3</sup>, в частности от 3 до 4,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Описанными в настоящем документе способами получают водный раствор активированной антиперспирантной соли. Следует понимать, однако, что такие растворы могут быть высушены с помощью методик, известных в данной области техники, в частности, посредством распылительной сушки, чтобы получить высушенную антиперспирантную соль. Такие высушенные антиперспирантные соли могут быть применены в различных композициях, включая аэрозоли, карандаши и твердые антиперспиранты с мягкой консистенцией. Такие композиции также следует рассматривать в качестве антиперспирантных композиций согласно настоящему изобретению. Следует понимать, что такие композиции могут быть по существу безводными, имеющими менее 1% по массе свободной воды или могут быть безводными, имеющими менее 0,1% по массе свободной воды.

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

В настоящем документе композиции согласно настоящему изобретению, предназначенные для применения в качестве антиперспирантных композиций, называют "антиперспирантными композициями".

Другие компоненты также могут быть включены в антиперспирантные композиции согласно настоящему изобретению.

В настоящем документе количества и концентрации ингредиентов представляют собой процентные содержания по массе от общей массы композиции, если не указано иное, и отношения представляют собой отношения по массе.

Предпочтительным дополнительным компонентом композиций согласно настоящему изобретению является масло.

В настоящем документе термин "масло" означает нерастворимый в воде органический материал, который является жидким при 20°C. Любой материал, имеющий растворимость менее 0,1 г/100 г при 20°C, считается нерастворимым.

В настоящем документе "водные композиции" представляют собой композиции, имеющие непрерывную фазу, которая представляет собой преимущественно воду; а именно более 50% воды.

Предпочтительным маслом для применения в соответствии с настоящим изобретением является ароматическое масло, иногда в качестве альтернативы называемое парфюмерным маслом. Ароматические масла могут содержать одно ароматизирующее вещество или компонент, чаще множество ароматизирующих компонентов. В настоящем документе ароматические масла придают композиции аромат, предпочтительно приятный запах. Предпочтительно ароматические масла придают композиции, наноси-

мой на человеческое тело, приятный запах на поверхности человеческого тела.

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

Общее количество масла в композиции составляет предпочтительно от 0,1 до 20%, более предпочтительно от 0,5 до 10% и наиболее предпочтительно от 2 до 8% по массе от общей массы композиции. В некоторых предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения, особенно тех, где также содержится антиперспирантное активное вещество, содержащее алюминий и/или цирконий, масло присутствует в количестве более 2,5% и менее 6% по массе от общей массы композиции.

В некоторых вариантах реализации предпочтительно включать масло, отличное от ароматического масла, причем такое масло имеет относительно низкую вязкость, под которой подразумевается значение вязкости меньше 250 сСт (мм<sup>2</sup>/с). Такие масла могут улучшить органолептические свойства композиции при нанесении и могут привести к другим преимуществам, таким как смягчение.

Подходящие масла могут быть выбраны из алкильных эфирных масел, имеющих температуру кипения выше 100°C и, в частности, выше 150°C, включая простые алкильные эфиры полиалкиленгликоля. Такие простые эфиры желателно содержат от 10 до 20 этиленгликольных или пропиленгликольных фрагментов, а алкильная группа обычно содержит от 4 до 20 атомов углерода. Предпочтительные эфирные масла включают алкильные эфиры полипропиленгликоля, такие как ППГ-14-бутиловый эфир и ППГ-15-стеариловый эфир.

Подходящие масла могут включать одно или более триглицеридных масел. Триглицеридные масла обычно содержат алкильные остатки алифатических C<sub>7</sub>-C<sub>20</sub> спиртов, общее количество атомов углерода выбирают в сочетании со степенью олефиновой ненасыщенности и/или разветвления для того, чтобы триглицерид был жидким при 20°C. Одним из примеров является масло жожоба. Особенно предпочтительно, если в триглицеридном масле алкильные остатки представляют собой линейные группы C<sub>18</sub>, содержащие одну, две или три олефиновые степени ненасыщенности, две или три из которых необязательно являются сопряженными, многие из которых извлекают из растений (или их синтетических аналогов), включая триглицериды олеиновой кислоты, линолевой кислоты, сопряженных линолевых кислот, линоленовой кислоты, петроселеновой кислоты, рицинолеиновой кислоты, линоленэлаидиновой кислоты, транс-7-октадеценовой кислоты, паринаровой кислоты, пиноленовой кислоты, гранатовой кислоты, петроселиновой кислоты и стеарионовой кислоты.

Подходящие масла могут включать те, которые получены из ненасыщенных кислот C<sub>18</sub>, включая масло семян кориандра, масло семян бальзамина (*impatiens balsimina*), жирное масло косточек *Parinarium laurinarium*, масло семян *Sabastiana brasiliensis*, дегидратированное касторовое масло, масло семян бурачника, масло энотеры, масло водосборного колокольчика обыкновенного (*Aquilegia vulgaris*), масло (семян) подсолнечника и сафлоровое масло. Другие подходящие масла могут быть получены из конопли и масла семян кукурузы. Особенно предпочтительным маслом в силу своих характеристик является масло (семян) подсолнечника.

Другие пригодные масла, которые также могут быть смягчающими маслами, включают алкильные или алкил-арильные сложноэфирные масла, имеющие температуру кипения выше 150°C (и температуру плавления ниже 20°C). Такие сложноэфирные масла включают масла, содержащие одну или две алкильные группы длиной в 12-24 атома углерода, включая изопропилмирилат, изопропилпальмитат и миристилпальмитат. Другие нелетучие сложноэфирные масла включают алкил или арил бензоаты, такие как C<sub>12-15</sub> алкил бензоат, например Finsolv TN™ или Finsolv Sun™.

Еще один класс подходящих масел включает нелетучие диметиконы, часто содержащие фениловое или дифениленовое замещение, например Dow Corning 200 350cps или Dow Corning 556.

Предпочтительным компонентом многих антиперспирантных композиций, в частности, водных антиперспирантных композиций в соответствии с настоящим изобретением является эмульгатор. Эмульгаторы особенно предпочтительны в водных системах, дополнительно содержащих ароматическое масло и/или другое масло.

Предпочтительными композициями согласно настоящему изобретению являются эмульсии типа масло-в-воде, содержащие эмульгатор, причем такие композиции дают особенно эффективный антиперспирантный эффект, особенно когда молярное отношение кальция к алюминию и/или аминокислоты к алюминию находится в пределах предпочтительных диапазонов, указанных выше (см. выше).

Предпочтительно, чтобы эмульгаторы, применяемые в водных антиперспирантных композициях согласно настоящему изобретению, образовывали смесь эмульгатора с ламеллярной фазой в композиции. Такие системы могут быть легко идентифицированы с помощью оптической микроскопии. Такие системы приводят к хорошей стабильности эмульсии в композициях в соответствии с настоящим изобретением.

Предпочтительно, чтобы водные антиперспирантные композиции согласно настоящему изобретению содержали неионную эмульгирующую систему. Такая эмульгирующая система в целях удобства имеет среднее значение ГЛБ в диапазоне от примерно 5 до примерно 12 и, в частности, от 6 до примерно 10. В предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения, указанных в пункте непосредст-

венно выше, особенно желательное среднее значение ГЛБ от 6 до 9. Такое среднее значение ГЛБ может быть обеспечено путем выбора эмульгатора, имеющего такую величину ГЛБ, или, более предпочтительно, путем использования комбинации по меньшей мере двух эмульгаторов, причем первый (нижний) ГЛБ эмульгатор, имеющий значение ГЛБ в диапазоне от 2 до 6,5, такое как, в частности, от 4 до 6, а второй (верхний) ГЛБ эмульгатор, имеющий значение ГЛБ в диапазоне от примерно 6,5 до 18 и особенно от примерно 12 до примерно 18. Когда используется комбинация эмульгаторов, среднее значение ГЛБ можно вычислить как средневзвешенное значение ГЛБ эмульгаторов, составляющих такую комбинацию.

Смеси эмульгатора с ламеллярной фазой предпочтительно содержат два неионных поверхностно-активных вещества, необязательно выбранных в соответствии с пунктом непосредственно выше. В конкретном варианте реализации первый эмульгатор представляет собой жирный спирт, такой как цетиловый и/или стеариловый спирт, а второй эмульгатор является значительно более гидрофильным, имеющим ГЛБ от примерно 6,5 до 18 и особенно от примерно 12 до примерно 18.

Особенно желательное множество эмульгаторов включает гидрофильный фрагмент, обеспечиваемый полиалкиленоксидом (полигликолем), и гидрофобный фрагмент, обеспечиваемый алифатическим углеводородом, предпочтительно содержащим по меньшей мере 10 атомов углерода и обычно линейным. Гидрофобные и гидрофильные фрагменты могут быть связаны с помощью сложноэфирной или простой эфирной связи, возможно посредством промежуточного полиола, такого как глицерин. Предпочтительное множество эмульгаторов включает простые полиэтиленгликолевые эфиры.

Предпочтительно гидрофобный алифатический заместитель содержит по меньшей мере 12 атомов углерода и может быть получен из лаурилового, пальмитилового, цетилового, стеарилового и бегенилового спиртов, и в особенности цетилового, стеарилового или смеси цетилового и стеарилового спиртов, или соответствующих карбоновых кислот.

Полиалкиленоксид часто выбирают из полиэтиленоксида и полипропиленоксида или сополимера этиленоксида, и он, в частности, включает полиэтиленоксид. Число алкиленоксидных и, в особенности, этоксилатных фрагментов в составе пригодных эмульгаторов часто выбирают в диапазоне от 2 до 100. Эмульгаторы со средним числом этоксилатных фрагментов в области 2 могут обеспечивать более низкое значение ГЛБ, ниже 6,5, и эмульгаторы, содержащие по меньшей мере 4 таких фрагмента, дают более высокое значение ГЛБ, выше 6,5, и особенно те, которые содержат по меньшей мере 10 этоксилатных фрагментов, обеспечивают значение ГЛБ выше 10. Предпочтительная комбинация включает смесь этоксилата, содержащего 2 фрагмента, и этоксилата, содержащего от 10 до 40 фрагментов, например от 15 до 30 или предпочтительно от 20 до 25. Особенно удобно, когда комбинация эмульгаторов включает эмульгатор стеарет-2 и эмульгатор, выбранный из ряда от стеарет-15 до стеарет-30.

Желательно использовать смесь этоксилированных спиртовых эмульгаторов в массовом отношении эмульгатора, имеющего более низкое значение ГЛБ, менее 6,5, к эмульгатору, имеющему более высокое значение ГЛБ, более 8, от 2:1 до 6:1 и, в частности, от 4:1 до 6:1.

Общий удельный вес эмульгаторов в композиции, как правило, составляет по меньшей мере 1% и, в частности, по меньшей мере 2% по массе. Обычно эмульгаторы не присутствуют в количестве более 10%, часто не более 7% по массе и во многих предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения - до 6% по массе. Особенно желательный диапазон концентраций для эмульгаторов составляет от 2,5 до 5% по массе.

Другие компоненты, которые могут присутствовать, включают короткоцепочечные (C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>) спирты и особенно полиолы, такие как глицерин, этилен гликоль, пропиленгликоль и их полимеры, в частности поли(этиленгликоль) и поли(пропиленгликоль). Предпочтительным компонентом является поли(этиленгликоль) со средней молекулярной массой от 200 до 600. Такие компоненты могут усилить сенсорные свойства композиции и, если они включены, то, как правило, присутствуют в количестве от 0,5 до 10% от общей массы композиции.

Водные композиции согласно настоящему изобретению хорошо подходят для дозирования с помощью шарикового дозатора, например любого вертикального дозатора, как описано в EP 1175165, или перевернутого дозатора, как описано в US6511243 или в WO05/007377. Перевернутость означает, что дозатор со своим дозирующим шариком стабильно находится ниже резервуара с составом. При применении таких дозаторов композицию наносят путем прокатывания шарика дозатора по поверхности кожи, что оставляет слой жидкости на коже. Обычно дозатором проводят по поверхности кожи 4-10 раз. Обычно от 0,2 до 0,5 г композиции остается в каждой подмышке в результате одного нанесения.

Способ достижения антиперспирантного преимущества, описанного в третьем аспекте настоящего изобретения (см. выше), может включать прямое или опосредованное местное нанесение на композиционную поверхность человеческого тела. В родственном способе композиция, содержащая соль антиперспиранта, полученную путем высушивания раствора антиперспиранта, полученного в соответствии со вторым аспектом настоящего изобретения, может быть нанесена местно на поверхность тела человека, прямо или опосредованно. В каждом из способов, описанных в этом пункте, композицию предпочтительно наносят на подмышечные области человеческого тела.

#### Примеры

В приведенных ниже примерах все проценты даны по массе, если не указано иное.

Раствор Chlorohydrol 50 представлял собой водный раствор, содержащий примерно 50% по массе хлоргидрата алюминия (ХГА), и его получали от SummitReheis. Авторы настоящего изобретения измеряли содержание алюминия в этом растворе при 12,9% по массе. ХГА имеет примерную общую формулу  $Al_2(OH)_5Cl$ , и отношение Al:Cl составляет примерно 2:1.

Порошок Reach 301 составлял примерно 100% СХГА, и его получали от SummitReheis. Авторы настоящего изобретения измеряли в нем содержание алюминия при 24,1% по массе. СХГА имеет примерную общую формулу  $Al_2(OH)_{4,8}Cl_{1,2}$ , и отношение Al:Cl составляет примерно 1,67:1.

Раствор Aloxicoll 31L представлял собой водный раствор, содержащий примерно 50% по массе СХГА, и его получали от ВК Giulini GmbH. Авторы настоящего изобретения измеряли содержание алюминия в этом растворе при 11,9% по массе. СХГА имеет примерную общую формулу  $Al_2(OH)_{4,8}Cl_{1,2}$ , и отношение Al:Cl составляет примерно 1,67:1.

Безводный хлорид кальция и глицин были получены от Sigma-Aldrich.

Ряд солевых растворов антиперспиранта (АП) (1-12) получали следующим образом.

Раствор 1

30 частей раствора Chlorohydrol 50 объединяли с 63,8 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор имел содержание полосы III 15%.

Раствор 2

15 частей порошка Reach 301 растворяли в 78,9 частях воды при комнатной температуре. Полученный раствор имел содержание полосы III 27%.

Раствор 3

30 частей раствора Chlorohydrol 50, 1,5 частей безводного хлорида кальция и 4,7 частей глицина объединяли с 57,6 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали при 85°C в течение 18 ч в закрытом стеклянном сосуде, а затем давали остыть до температуры окружающей среды. Полученный раствор имел содержание полосы III 55%.

Раствор 4

15 частей порошка Reach 301, 1,5 частей безводного хлорида кальция и 4,7 частей глицина объединяли с 72,6 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали при 85°C в течение 18 ч в закрытом стеклянном сосуде, а затем давали остыть до температуры окружающей среды. Полученный раствор имел содержание полосы III 62%.

Раствор 5

7,5 частей порошка Reach 301, 0,75 частей безводного хлорида кальция и 2,35 частей глицина объединяли с 83,2 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали при 85°C в течение 18 ч в закрытом стеклянном сосуде, а затем давали остыть до температуры окружающей среды. Полученный раствор имел содержание полосы III 63%.

Раствор 6

15 частей порошка Reach 301, 0,9 частей безводного хлорида кальция и 2,0 частей глицина объединяли с 75,9 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали при 85°C в течение 18 ч в закрытом стеклянном сосуде, а затем давали остыть до температуры окружающей среды. Полученный раствор имел содержание полосы III 42%.

Раствор 7

5 частей порошка Reach 301, 0,3 частей безводного хлорида кальция и 0,67 частей глицина объединяли с 87,83 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали при 85°C в течение 18 ч в закрытом стеклянном сосуде, а затем давали остыть до температуры окружающей среды.

Раствор 8

15 частей порошка Reach 301, 1,5 частей безводного хлорида кальция и 4,7 частей глицина объединяли с 72,6 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали до 115°C в течение 50 с и выдерживали при этой температуре в течение еще 194 с в установке для УВТ обработки при давлении от 3 до 7 бар, а затем охлаждали в течение 56 с. Полученный раствор имел содержание полосы III 52%.

Раствор 9

30 частей порошка Reach 301, 3,0 частей безводного хлорида кальция и 9,4 частей глицина объединяли с 57,6 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали при 85°C в течение 18 ч в закрытом стеклянном сосуде. Полученный раствор имел содержание полосы III 69%.

Раствор 10

30 частей Aloxicoll 31L, 0,9 частей безводного хлорида кальция и 2,0 частей глицина объединяли с 2,6 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали до 135°C в течение 99 с и выдерживали при этой температуре в течение 389 с в установке для УВТ обработки при давлении от 3 до 7 бар, а затем охлаждали более 200 с. Полученный раствор имел содержание полосы III 31%.

Раствор 11

60 частей раствора Chlorohydrol 50 объединяли с 40 частями воды при комнатной температуре.



## Раствор 12

30 частей порошка Reach 301, 3,0 частей безводного хлорида кальция (Sigma-Aldrich), 5,4 частей глицина (Sigma-Aldrich) смешивали с 57,6 частями воды при комнатной температуре. Полученный раствор нагревали при 85°C в течение 18 ч в закрытом стеклянном сосуде.

Каждый из растворов 1-8 применяли при получении антиперспирантной шариковой композиции, как указано в табл. 1. Каждый из растворов 9 и 10 применяли при получении антиперспирантной шариковой композиции, как указано в табл. 2. Каждый из растворов 11 и 12 применяли при получении антиперспирантной кремовой композиции, как указано в табл. 4.

Шариковые композиции табл. 1 получали в количестве 1,5 кг. Раствор соли АП помещали в большой стеклянный сосуд. Этот раствор нагревали до 52°C при перемешивании в смесителе фирмы Silver-son (головка 2 дюйма (~ 5 см), квадратная сетка, сито с большим усилием сдвига) при 1500 об/мин. Затем добавляли стеарет 20 к раствору соли АП и оставляли для растворения. В отдельном сосуде смешивали масло семян подсолнечника и Steareth 2 и нагревали до 65°C при осторожном перемешивании. Скорость перемешивания в смесителе фирмы Silver-son в главном сосуде увеличивали до 2500 об/мин, и смесь масла семян подсолнечника и Steareth 2 добавляли в течение 9 мин при поддержании температуры на уровне 52°C. Температуру снижали до 42°C и добавляли ароматизирующее вещество. Скорость Silver-son увеличивали до 7500 об/мин в течение 3 мин, а затем полученную эмульсионную смесь распределяли в стандартные шариковые упаковки.

Таблица 1: Антиперспирантная шариковая композиция

Компонент:	% масса/масса
Раствор соли АП 1-8	93,8
Стеарет 20 (1)	0,9
Стеарет 2 (2)	2,3
Масло семян подсолнечника (3)	2,0
Ароматизирующее вещество	1,0

1. Volpol S20, от Croda.
2. Volpol S2A, от Croda.
3. Akosun, от AAK Karlshmans.

Шариковые композиции табл. 2 получали точно таким же образом, как и в табл. 1, за исключением того, что раствор соли АП предварительно разбавляли дополнительным количеством воды, как указано.

Таблица 2

Компонент:	% масса/масса	
Пример:	6	7
Раствор соли АП 9	50	--
Раствор соли АП 10	--	35,5
Вода	43,8	58,3
Стеарет 20 (1)	0,9	0,9
Стеарет 2 (2)	2,3	2,3
Масло семян подсолнечника (3)	2,0	2,0
Ароматизирующее вещество	1,0	1,0

Шариковые композиции, описанные в двух таблицах, приведенных выше, обобщены в табл. 3.

Таблица 3

Пример	Раствор соли АП	АП соль композиции (Примерный %)	Молярное отношение Са : Аl	Молярное отношение Глицин : Аl
А	1	15	0	0
В	2	15	0	0
С	3	15	1 : 10,6	1 : 2,3
1	4	15	1 : 9,9	1 : 2,1
2	5	7,5	1 : 9,9	1 : 2,1
3	6	15	1 : 16,5	1 : 5,0
4	7	5	1 : 16,5	1 : 5,0
5	8	15	1 : 9,9	1 : 2,1
6	9	15	1 : 9,9	1 : 2,1
7	10	15	1 : 16,3	1 : 5,0

Результаты "снижения массы пота" СМП получали применением каждого из составов с использованием группы исследуемых, состоящей из 30 женщин-добровольцев. Операторы исследования наносили сравнительный пример А (0,30 г) на одну подмышечную область и 0,30 г неантиперспирантного дезодорантного спрея для тела на другую подмышечную область каждого члена группы. Это делали один раз в день в течение трех дней. После третьего нанесения членов группы попросили не мыть подмышки в течение следующих 24 часа.

Через 24 ч после третьего и заключительного нанесения продукта членов группы заставляли пропотеть в горячей комнате при 40°C ( $\pm 2^\circ\text{C}$ ) и 40% ( $\pm 5\%$ ) относительной влажности в течение 40 мин. После этого промежутка времени члены группы покинули горячую комнату и их подмышечные области тщательно вытерли насухо. Затем наносили предварительно взвешенные ватные подушечки на каждую подмышечную область каждого члена группы, и члены группы повторно заходили в горячую комнату еще на 20 мин. После этого промежутка времени подушечки удаляли и повторно взвешивали, чтобы дать возможность рассчитать массу образовавшегося пота.

Снижение массы пота (СМП) для каждого члена группы рассчитывали как процент (% СМП), и среднее значение СМП рассчитывали в соответствии со способом, описанным Murphy и Levine в "Analysis of Antiperspirant Efficacy Results", J. Soc. Cosmetic Chemists, 1991 (May), 42, 167-197.

Для сравнительных примеров В и С и примеров 1-7 описанную выше процедуру повторяли, за исключением того, что продукт, с которым сравнивали исследуемый образец, представлял собой сравнительный пример А.

Сравнительный пример А, композиция ХГА, не содержащая хлорида кальция и глицина, давала СМП 41%. Сравнительный пример В, композиция СХГА, также не содержащая хлорида кальция и глицина, также давала СМП 41%. Сравнительный пример С, композиция ХГА, содержащая хлорид кальция и глицин, давала несколько больший СМП - 48%.

Пример 1, композиция СХГА, содержащая хлорид кальция и глицин, давала значительно большее СМП, чем СМП в сравнительном примере А. Удивительно, что пример 2, содержащий только половину от уровня АП соли примера 1, также давал значительно большее СМП, чем СМП в сравнительном примере А.

Пример 1 исследовали после того, как образец хранили в течение 12 недель при 45°C. СМП в этом последнем случае существенно не отличалось от предыдущего результата, демонстрируя превосходную стабильность примеров в соответствии с настоящим изобретением.

Примеры 3 и 4 получали с применением гораздо более низких отношений кальция к алюминию и глицина к алюминию по сравнению с примерами 1 и 2. Тем не менее, пример 3 давал отличное СМП и пример 4 мог соответствовать производительности сравнительных примеров А и В, несмотря на то, что содержал только третий уровень присутствующей АП соли.

Кремовые композиции, указанные в табл. 4, получали с применением растворов 11 и 12 (см. выше) в количестве 1,5 кг. Воду и глицерин смешивали и нагревали до 80°C в главном сосуде при осторожном перемешивании (низкоскоростным скребково-лопастным смесителем). Во втором сосуде глицерилстеарат, вазелиновое масло, цетеариловый спирт и Polawax GP200 смешивали и нагревали до 80°C при осторожном перемешивании (магнитной мешалкой). Поддерживая температуру 80°C, затем медленно добавляли содержимое второго сосуда в главный сосуд. Скорость скребково-лопастного смесителя регулировали в процессе добавления для того, чтобы обеспечить хорошее перемешивание в течение всего времени. Сохраняя температуру и перемешивая, затем добавляли и диспергировали диоксид титана. Температуру уменьшали до 50°C и добавляли раствор соли АП. Температуру уменьшали до 40°C и добавляли ароматизирующее вещество. После полного смешивания состав помещали в подходящий дозатор.

Таблица 4

Компонент:	% масса/масса
Раствор соли АП 11-12	50
Вода	32,6
Глицерилстеарат	7,5
Вазелиновое масло (4)	1,0
Глицерин (5)	1,5
Диоксид титана (6)	0,2
Цетеариловый спирт (7)	1,0
Цетеариловый спирт, ПЭГ-20 стеарат (8)	5,0
Ароматизирующее вещество	1,2

4. Вазелиновое масло (Blanol, от Evonik Degussa).

5. Глицерин (Pricerine 9091, от Croda).

6. Диоксид титана (Tiona AG, от Aston Chemicals).

7. Цетеариловый спирт (Laurex CS, от Huntsman).

8. Polawax GP200, от Croda.

Кремовые композиции, описанные в приведенной выше таблице, обобщены в табл. 5.

Таблица 5

Пример	Раствор соли АП	АП соль в композиции (Примерный %)	Молярное отношение Са : Al	Молярное отношение Глицин : Al
D	11	15	0	0
8	12	15	1 : 12,4	1 : 4,7

Результаты СМП получали с применением того же способа, как описано непосредственно после табл. 3, сравнительный пример D и пример 8, каждый сравнивали с неантиперспирантным дезодорантным спреем для тела. Пример 8 давал значительно лучшую цифру СМП, чем у сравнительного примера D.

В дополнительных сериях экспериментов получали антиперспирантные солевые растворы, аналогичные раствору 4, как описано выше. Процедура получения раствора 4R была точно такой же, как и для раствора 4. Для раствора 4LA, процедура была точно такой же, за исключением того, что 4,7 частей глицина заменяли 4,7 частями молочной кислоты. Для раствора 4GA процедура была точно такой же, за исключением того, что 4,7 частей глицина заменяли 4,7 частями гликолевой кислоты. После получения растворы анализировали с применением ГПХ способом, основанным на способе, описанном в патенте US 4359456 от Gosling. Результаты приведены ниже.

Таблица 6

Раствор	Содержание полосы III
4R	70%
4LA	27%
4GA	23%

Результаты показывают, что аминокислота глицин является более эффективной при активации СХГА, чем любая из гидроксикислот.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Водная антиперспирантная композиция, содержащая соль хлоргидрата алюминия, водорастворимую кальциевую соль и аминокислоту, характеризующаяся тем, что соль хлоргидрата алюминия имеет формулу от  $Al_2(OH)_{4,7}Cl_{1,3}$  до  $Al_2(OH)_{4,9}Cl_{1,1}$ , причем указанная композиция представляет собой эмульсию типа масло-в-воде, содержащую эмульгатор.

2. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что молярное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:20 и молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:10.

3. Композиция по п.2, отличающаяся тем, что молярное отношение кальция к алюминию составляет по меньшей мере 1:15 и молярное отношение аминокислоты к алюминию составляет по меньшей мере 1:4.

4. Композиция по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что водорастворимая соль кальция представляет собой хлорид кальция и аминокислота представляет собой глицин.

5. Композиция по любому из предшествующих пунктов, отличающаяся тем, что хлоргидрат алюминия имеет содержание полосы III, измеренное посредством ГПХ, превышающее 30%.

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

7. Способ получения водной антиперспирантной композиции, включающий этапы: (i) смешивания соли хлоргидрата алюминия, водорастворимой соли кальция, аминокислоты и воды, (ii) нагревания смеси до температуры по меньшей мере 65°C и (iii) охлаждения смеси до температуры окружающей среды, характеризующийся тем, что применяемая соль хлоргидрата алюминия имеет формулу от  $Al_2(OH)_{4,7}Cl_{1,3}$  до  $Al_2(OH)_{4,9}Cl_{1,1}$ , причем указанная композиция представляет собой эмульсию типа масло-в-воде, содержащую эмульгатор.

8. Способ по п.7, отличающийся тем, что смесь нагревают до температуры выше 100°C при давлении выше 1 бар (100000 Па).

9. Способ по п.8, отличающийся тем, что смесь нагревают до температуры выше 110°C при давлении выше 2 бар (200000 Па).

10. Способ по п.8 или 9, отличающийся тем, что смесь нагревают и повышают давление до указанных температуры и давления в течение менее чем 30 мин.

11. Способ по любому из пп.7-10, отличающийся тем, что смесь нагревают в течение времени, достаточного для того, чтобы хлоргидрат алюминия имел содержание полосы III, измеренное посредством ГПХ, более чем 50%.

