

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 476 421**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/26** (2006.01)

**A61K 8/28** (2006.01)

**A61K 8/44** (2006.01)

**A61Q 15/00** (2006.01)

**A61K 8/19** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.02.2006 E 06720706 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.05.2014 EP 1853222**

54 Título: **Composiciones de sales antitranspirantes de aluminio o de aluminio y circonio que contienen sal/es de calcio y betaina de eficacia mejorada**

30 Prioridad:

**18.02.2005 US 654070 P**

**06.02.2006 US 348499**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**14.07.2014**

73 Titular/es:

**COLGATE-PALMOLIVE COMPANY (20.0%)**

**300 Park Avenue**

**New York, NY 10022, US;**

**TANG, XIAOZHONG (20.0%);**

**HOLERCA, MARIAN N. (20.0%);**

**WU, DONGHUI (20.0%) y**

**POPOFF, CHRISTINE (20.0%)**

72 Inventor/es:

**TANG, XIAOZHONG;**

**HOLERCA, MARIAN N.;**

**WU, DONGHUI y**

**POPOFF, CHRISTINE**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

**ES 2 476 421 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Composiciones de sales antitranspirantes de aluminio o de aluminio y circonio que contienen sal/es de calcio y betaína de eficacia mejorada

5

**Antecedentes de la invención**

La eficacia de una sal antitranspirante se puede aumentar, mejorar y/o mantener durante un período más prolongado de tiempo aumentando la cantidad de moléculas pequeñas de la sal activa antitranspirante. Por lo general, cuando se forma una sal antitranspirante de aluminio o aluminio y circonio, esta tiende a polimerizarse en una serie de especies poliméricas. Cada especie polimérica se correlaciona con al menos un pico de HPLC (también denominado pico de GPC en la patente de Estados Unidos N° 6.066.314). En la patente de Estados Unidos N° 6.066.314, las Figuras 1-6 de la misma representan líneas de GPC de los picos 1, 2, 3, 4, 5 y 6. El pico 1 corresponde a una especie polimérica de circonio, correspondiendo los picos 2 a 6 a especies poliméricas de aluminio. El área bajo la curva (AUC) de la posición de cada pico es proporcional a la cantidad de la especie polimérica correspondiente.

Sin el deseo de quedar vinculados a teoría alguna, se cree que el tamaño de las especies poliméricas correspondientes a los picos 5 y 6 es inferior al de las especies poliméricas correspondientes al resto de los picos de aluminio (es decir, los picos 2-4). Una vez más, sin el deseo de quedar vinculados a teoría alguna, se cree que la secuencia de los picos corresponde al tamaño de los polímeros de aluminio correspondientes, de manera que el tamaño del polímero del pico 2 > tamaño del polímero del pico 3 > tamaño del polímero del pico 4 > tamaño del polímero del pico 5 > tamaño del polímero del pico 6.

Se cree además, sin el deseo de quedar vinculados a teoría alguna, que la eficacia antitranspirante de un antitranspirante dado es inversamente proporcional al tamaño del polímero de la especie polimérica pertinente. También sin el deseo de quedar vinculados a teoría alguna, se cree que esto se cumple porque las especies poliméricas antitranspirantes de menor tamaño pueden ocluir más fácilmente un poro lo suficiente para producir el efecto antitranspirante deseado. En resumen, se cree que las especies más pequeñas bloquean los poros sudoríparos más fácil y eficazmente que las especies de mayor tamaño y, por lo tanto, los antitranspirantes que tienen una mayor proporción de especies de menor tamaño serán más eficaces.

Esta teoría es la base para tratar las relaciones de picos descritas en las patentes de Estados Unidos N° 6.066.314 (asignada a Colgate-Palmolive Co.) y 6.245.325 (asignada a Gillette Company). En la patente .325, se trata la relación del AUC del pico 4 con respecto al AUC del pico 3. Esta relación se puede aumentar aumentando la parte de la especie de menor tamaño del pico 4 y/o disminuyendo la parte relativa de la especie de mayor tamaño del pico 3. De este modo, se puede mejorar, aumentar y/o mantener la eficacia del antitranspirante durante un período de tiempo más prolongado. En efecto, el esfuerzo consiste en mejorar la estabilidad de la especie de menor tamaño del pico 4 frente a la especie de mayor tamaño del pico 1, 2 y/o 3.

Para determinar si se ha mejorado la eficacia de un determinado antitranspirante, se puede añadir una serie de ingredientes al antitranspirante, para después medir la relación del AUC del pico 4/AUC del pico 3 de HPLC o GPC como se describe en la patente .314. Así pues, a medida que aumenta la relación del AUC del pico 4/AUC del pico 3, aumenta la proporción de la especie deseable de menor tamaño del pico 4 con respecto a la especie menos deseable de mayor tamaño del pico 3.

Esta relación del AUC del pico 4/AUC del pico 3 también se denomina en el presente documento relación del pico 4/pico 3 o "primera relación". La relación entre el resto de los picos, es decir, la relación del AUC del pico 1/(AUC del pico 2 + AUC del pico 3 + AUC del pico 4 + AUC del pico 5 + AUC del pico 6) se denomina en el presente documento "segunda relación". Además, debido a que los picos 5 y 6 suelen aparecer como un solo pico condensado en el pico 5, esta "segunda relación" también se denomina a veces la relación del AUC del pico 1/(AUC del pico 2 + AUC del pico 3 + AUC del pico 4 + AUC del pico 5), entendiéndose que el AUC del pico 6 es parte del AUC del pico 5.

Además, la "primera relación" es proporcional a un pico de RMN de <sup>27</sup>Al que aparece a 63,5 ppm. Por lo tanto, un aumento en la "primera relación" y un aumento en la intensidad del "pico de RMN de <sup>27</sup>Al que aparece a 63,5 ppm", representan cada uno lo que se considera un aumento de la cantidad de la especie del pico 4 en relación con las cantidades del resto de especies poliméricas de los otros picos 2, 3, 5 y 6. Se ha de tener en cuenta que el pico 1 corresponde a especies de circonio y los picos 2-6 corresponden a especies de aluminio.

Si bien se cree que la teoría anteriormente indicada es una teoría sólida, dicha interpretación se realiza sin el deseo de quedar vinculados a teoría alguna, en el caso de que los cambios medidos en la "primera relación", "segunda relación" y el "pico de RMN de <sup>27</sup>Al que aparece a 63,5 ppm" den lugar a un producto antitranspirante más eficaz debido a algún mecanismo todavía no reconocido.

65

Con los antecedentes anteriormente ofrecidos, existe la necesidad de proporcionar un producto antitranspirante más eficaz. Se cree que es posible proporcionar un producto antitranspirante más eficaz mediante el aumento de su "primera relación", la reducción de su "segunda relación" y/o el aumento de la intensidad del "pico de RMN de <sup>27</sup>Al que aparece a 63,5 ppm".

5 Se desea proporcionar un antitranspirante más eficaz. También se desea proporcionar un antitranspirante con un aumento de la "primera relación" y/o una reducción de la "segunda relación". También se desea proporcionar un antitranspirante que tenga una mayor intensidad del "pico de RMN de <sup>27</sup>Al que aparece a 63,5 ppm".

10 El documento US 2004/228887 desvela procesos de hospedador-huésped y formulaciones para administrar compuestos bioactivos. Los procesos incluyen la formulación de una composición hospedadora que tiene un hospedador capaz de aceptar un huésped, comprendiendo los procesos mezclar: (1) un tensioactivo no iónico; (2) un tensioactivo anfótero; (3) un disolvente para el tensioactivo anfótero; (4) un compuesto aromático; (5) un catión de aluminio; (6) un ácido de Lewis que no es un ácido de Bronsted-Lowry; y (7) un ácido de Bronsted-Lowry.

15 El documento US 6.042.816 desvela sales antitranspirantes estabilizadas con calcio y soluciones acuosas concentradas de dichas sales.

20 El documento US 2005/0036967 desvela composiciones antitranspirantes que contienen estroncio o calcio.

El documento US 2004/0265255 desvela sales antitranspirantes de aluminio y circonio/glicina estabilizadas con betaína.

25 El documento US 2004/0198998 desvela sales antitranspirantes sin glicina y con betaína.

### Sumario de la invención

Se proporciona una composición antitranspirante mejorada o más eficaz de acuerdo con una realización de la invención. De acuerdo con una realización, la composición antitranspirante más eficaz comprende: (a) una sal antitranspirante seleccionada del grupo que consiste en una sal antitranspirante de aluminio, una sal antitranspirante de aluminio y circonio, y una mezcla de las mismas, donde la sal antitranspirante de aluminio es al menos una sal seleccionada de entre clorhidrato de aluminio, diclorhidrato de aluminio, sesquiclorhidrato de aluminio, clorhidrex de aluminio-propilenglicol, diclorohidrex de aluminio-propilenglicol, sesquiclorohidrex de aluminio-propilenglicol, clorohidrex de aluminio-polietilenglicol, diclorohidrex de aluminio-polietilenglicol y sesquiclorohidrex de aluminio-polietilenglicol; (b) un componente de trimetilglicina seleccionado del grupo que consiste en trimetilglicina, clorhidrato de trimetilglicina y una mezcla de los mismos; y (c) una sal de calcio, donde dicho componente (c) de sal de calcio junto con dicho componente (b) de trimetilglicina se proporciona en una cantidad suficiente para aumentar la primera relación de un área del pico 4 con respecto a un área del pico 3 de HPLC, siendo dicho área del pico 4 proporcional a una primera cantidad de un polímero de dicha sal antitranspirante y siendo dicho área del pico 3 proporcional a una segunda cantidad de un polímero de mayor tamaño de dicha sal antitranspirante.

También se contemplan otras realizaciones dentro del alcance de la presente invención como se trata e ilustra a continuación.

### 45 Descripción detallada de las realizaciones de la invención

En primer lugar, cabe señalar que la presente solicitud describe diversas realizaciones y ejemplos de acuerdo con la presente invención. Ninguna parte de la presente solicitud pretende limitar el alcance de la invención reivindicada ya sea en el apartado de Antecedentes de la invención, Sumario de la invención, Ejemplos o Descripción detallada de las realizaciones de la invención. Todas las descripciones de la presente solicitud se han de interpretar como ilustrativas, a modo de ejemplo y no limitantes con respecto al alcance de la invención reivindicada.

A menos que se indique expresamente lo contrario, la/s cantidad/es de cada ingrediente indicado en la presente solicitud se proporciona/n en unidades de "% en peso" en base a la cantidad total de toda la composición antitranspirante expuesta en la/s reivindicación/es.

Una realización ilustrativa de la invención es la composición antitranspirante señalada anteriormente en el Sumario de la invención. Más adelante, se describe cada componente por orden.

60 Los ejemplos adecuados de sales de aluminio, sales de aluminio y circonio o mezclas de las mismas para su uso en relación con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación, sales de aluminio, y sales de aluminio y circonio convencionales, así como sales de aluminio y circonio complejadas con un agente complejante tal como glicoles, como se conocen en la técnica en forma de complejo de clorhidrex de aluminio y circonio-propilenglicol, complejo de clorhidrex de aluminio y circonio-dipropilenglicol, complejo de clorhidrex de aluminio y circonio-tripropilenglicol, y mezclas de cualquiera de los anteriores.

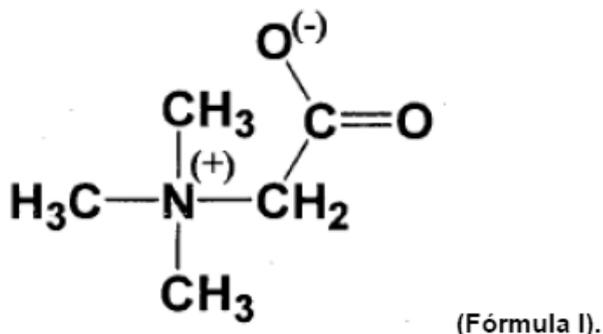
Los ejemplos adecuados de sales de circonio para su uso en relación con la invención reivindicada incluyen (pero sin limitación) hidroxiclорuros de circonilo, oxiclорuros de circonilo, clорuros de aluminio básicos combinados con oxiclорuros de circonilo e hidroxiclорuros, y complejos orgánicos de cada uno de clорuros de aluminio básicos con oxiclорuros e hidroxiclорuros de circonilo y mezclas de cualquiera de los anteriores. En general, los anteriores materiales metálicos activos antitranspirantes son sales metálicas activas antitranspirantes.

Las sales de aluminio adecuadas para su uso en combinación con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación, clorhidrato de aluminio, diclorhidrato de aluminio, sesquiclорhidrato de aluminio, clorohidrex de aluminio-propilenglicol, diclorohidrex de aluminio-propilenglicol, sesquiclорohidrex de aluminio-propilenglicol, clorohidrex de aluminio-polietilenglicol, diclorohidrex de aluminio-polietilenglicol, sesquiclорohidrex de aluminio-polietilenglicol y combinaciones de los mismos. Véanse también las patentes .314 y .325, y las referencias citadas en las mismas, cada una de las cuales se incorpora en el presente documento por referencia en su totalidad (incluyendo las referencias citadas en las mismas) a todos los efectos.

Los ejemplos de cantidades adecuadas del componente (a) antitranspirante usado en combinación con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación: (1) del aproximadamente 5 al aproximadamente 85 % (o del 5 al 85 %); (2) del aproximadamente 5 al aproximadamente 78 % (o del 5 al 78 %); (3) del aproximadamente 10 al aproximadamente 70 % (o del 10 al 70 %); (4) del aproximadamente 10 al aproximadamente 60 % (o del 10 al 60 %); (5) del aproximadamente 12 al aproximadamente 50 % (o del 12 al 50 %); (6) del aproximadamente 13 al aproximadamente 40 % (o del 13 al 40 %); y (7) del aproximadamente 15 al aproximadamente el 35 % (o del 15 al 35 %).

Cabe señalar que cualquiera que sea la cantidad del componente (a) antitranspirante, la cantidad total de la composición antitranspirante final reivindicada (incluyendo cualquier ingrediente opcional u otros ingredientes) no puede superar el 100 %.

La "betaína" citada en las reivindicaciones significa la "betaína" de la Fórmula I:



En la nomenclatura de la IUPAC, la betaína es la sal interna de hidróxido de 1-carboxi-*N,N,N*-trimetilmetanaminio, incluyendo otros nombres alternativos el de carboximetil-trimetil-amonio-betaína o sal interna de hidróxido de (carboximetil)trimetilamonio o glicina-betaína o glicolbetaína o glicilbetaína o trimetilglicina o trimetilglicol. Por conveniencia, en el presente documento, el material de Fórmula I ( $C_5H_{11}NO_2$ ; masa = 117,08 uma; peso molecular = 117,15; análisis como C: 51,26; H: 9,46; N: 11,96; O: 27,32) se denominará "betaína".

Aunque a veces se hace referencia incorrectamente a la betaína como un aminoácido, en realidad, se trata de una sal interna. A efectos de la presente solicitud, la betaína no se considera un aminoácido. La betaína usada en la presente invención es un producto natural que se encuentra en una serie de plantas de la familia *Chenopodiaceae*, y también en el pescado y en determinadas legumbres. También se puede usar su análogo sintético. Con mayor frecuencia, se extrae de la remolacha azucarera (*Beta vulgaris*).

Los ejemplos de cantidades adecuadas del componente (b) betaína usado en combinación con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación: (1) al menos aproximadamente el 0,1 % (o  $\geq 0,1$  %); (2) del aproximadamente 0,5 al aproximadamente 40 % (o del 0,5 al 40 %); (3) del aproximadamente 1,0 al aproximadamente 35 % (o del 1,0 al 35 %); (4) del aproximadamente 2,0 al aproximadamente 30 % (o del 2,0 al 30 %); (5) del aproximadamente 3,0 al aproximadamente 25 % (o del 3,0 al 25 %); (6) del aproximadamente 4,0 al aproximadamente 20 % (o del 4,0 al 20 %); y (7) del aproximadamente 4,5 al aproximadamente 15 % (o del 4,0 al 15 %); y (7) del aproximadamente 15 al aproximadamente el 35 % (o del 15 al 35 %).

Cabe señalar que independientemente de la cantidad del componente (b) betaína, la cantidad total de la composición antitranspirante final reivindicada (incluyendo cualquier ingrediente opcional u otros ingredientes) no puede superar el 100 %.

Los ejemplos adecuados de sales de Ca para su uso en relación con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación, cloruro de calcio, bromuro de calcio, nitrato de calcio, citrato de calcio, formiato de calcio, acetato de calcio, gluconato de calcio, ascorbato de calcio, lactato de calcio, glicinato de calcio, carbonato de calcio, sulfato de calcio, hidróxido de calcio o mezclas de los mismos.

5 Los ejemplos de cantidades adecuadas del componente (c) sal de calcio usado en combinación con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación: (1) al menos aproximadamente el 0,1 % (o  $\geq 0,1$  %); (2) del aproximadamente 0,2 al aproximadamente 80 % (o del 0,2 al 80 %); (3) del aproximadamente 0,3 al aproximadamente 60 % (o del 0,3 al 60 %); (4) del aproximadamente 0,4 al aproximadamente 40 % (o del 0,4 al 40 %); (5) del aproximadamente 0,45 al aproximadamente 20 % (o del 0,45 al 20 %) y (6) del aproximadamente 0,5 al aproximadamente 10 % (o del 0,5 al 10 %).

10 Cabe señalar que independientemente de la cantidad del componente (c) sal de calcio, la cantidad total de la composición antitranspirante final reivindicada (incluyendo cualquier ingrediente opcional u otros ingredientes) no puede superar el 100 %.

15 Después de cualquier ingrediente opcional de la composición antitranspirante reivindicada de la invención reivindicada, el agua comprende el resto de la misma. Cabe señalar que independientemente de la cantidad de todos los ingredientes de la composición antitranspirante final reivindicada (incluyendo cualquier ingrediente opcional u otros ingredientes) no puede superar el 100 %. De hecho, el total de todos los ingredientes de la composición reivindicada (incluyendo cualquier ingrediente opcional presente) debe ascender al 100 %.

20 Un componente opcional a modo de ejemplo de la composición antitranspirante reivindicada puede ser uno o más alcoholes hidrosolubles. Los ejemplos adecuados de alcoholes hidrosolubles para su uso con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación, alcoholes C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>, alcoholes C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>, etanol, glicol (G), propilenglicol (PG), dipropilenglicol (DG), tripropilenglicol (TG) o mezclas de los mismos.

25 Los ejemplos de cantidades adecuadas de alcohol hidrosoluble opcional usado en combinación con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación: (1) del aproximadamente 0 al aproximadamente 40 % (o del 0 al 40 %); (2) del aproximadamente 2 al aproximadamente 35 % (o del 2 al 35 %); (3) del aproximadamente 4 al aproximadamente 30 % (o del 4 al 30 %); (4) del aproximadamente 6 al aproximadamente 25 % (o del 6 al 25 %); (5) del aproximadamente 8 al aproximadamente 20 % (o del 8 al 20 %); y (6) del aproximadamente 10 al aproximadamente 15 % (o del 10 al 15 %).

30 Opcionalmente, se puede incluir glicina en la composición antitranspirante reivindicada. Las cantidades adecuadas a modo de ejemplo de la glicina opcional usada en combinación con la invención reivindicada incluyen, pero sin limitación: (1) del aproximadamente 0 al aproximadamente 40 % (o del 0 al 40 %); (2) del aproximadamente 1 al aproximadamente 30 % (o del 1 al 30 %); (3) del aproximadamente 2 al aproximadamente 20 % (o del 2 al 20 %); y (4) del aproximadamente 4 al aproximadamente 50 % (o del 4 al 50 %); (5) del aproximadamente 6 al aproximadamente 20 % (o del 6 al 20 %); y (6) del aproximadamente 8 al aproximadamente 10 % (o del 8 al 10 %).

35 En la composición antitranspirante reivindicada, se pueden incluir otros ingredientes opcionales tales como perfume/s, color/es, colorante/s, pigmento, etc. Véase "Handbook of Cosmetic Science and Technology", Editores - A. Bard, M. Paye y H. Maibach, Marcel Dekker, Inc., Nueva York (2001); "Antiperspirants and Deodorants", Editores - K. Laden y C. Felger, Cosmetic Science and Technology Series/Volumen 7, Marcel Dekker, Inc., Nueva York (1988); y "Antiperspirants and Deodorants", II Edición, Editor - K. Laden, Cosmetic Science and Technology Series/Volumen 20, Marcel Dekker, Inc., Nueva York (1999), cada una incorporada en el presente documento por referencia en su totalidad a todos los efectos.

40 La composición antitranspirante reivindicada se puede proporcionar en diversas formas incluyendo, pero sin limitación, aerosoles, geles, cremas, barra sólida, barra semisólida, polvo, líquido, emulsión, suspensión, dispersión y similares. Preferentemente, la forma es bien una barra, una barra semisólida, un líquido o un polvo. Más preferentemente, la forma es bien un líquido o un polvo.

45 Además, la forma particular de la composición antitranspirante reivindicada se proporciona preferentemente en un recipiente adecuado tal como una lata de aerosol (aerosol), un tubo o un recipiente con tapa porosa (gel), roll-on o botella (líquido), recipiente con extremo abierto (barra, almohadilla o toallita) y similares – aquel que sea adecuado para la forma ilustrativa en particular. Por supuesto, la invención reivindicada se reivindica como la composición en sí misma, y no es necesario que se dispense o proporcione en un recipiente adecuado para estar dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

50 Dadas las cantidades ilustrativas de los componentes anteriormente enumerados, cabe señalar que la combinación de los ingredientes de la composición antitranspirante reivindicada debería ser suficiente para aumentar la "primera relación" en al menos aproximadamente (1) 0,5; (2) 0,8; (3) 1; (4) 1,5; (5) 2; (6) 2,5; (7) 3; (8) 3,5; (9) 4 o (10) 4,5, respectivamente, en comparación con la de una composición comparable sin los componentes tanto de betaína como de sal de calcio. Asimismo, se desea que los ingredientes de la composición antitranspirante reivindicada

deben ser suficientes para aumentar la "primera relación" (11) del aproximadamente 0,5 al aproximadamente 10; (12) del aproximadamente 0,8 al aproximadamente 8; (13) del aproximadamente 1 al aproximadamente 6; o (14) del aproximadamente 1 al aproximadamente 4, respectivamente, en comparación con la de una composición similar tanto sin el componente de betaína como de sal de calcio.

5 Dadas las cantidades ilustrativas de los componentes anteriormente enumerados, cabe señalar que la combinación de los ingredientes de la composición antitranspirante reivindicada debería ser suficiente para aumentar la "segunda relación" hasta menos de aproximadamente (1) 0,4; (2) 0,35; (3) 0,3; (4) 0,25; (5) 0,2; (6) 0,15; (7) 0,1; (8) 0,05; (9) 0,04; (10) 0,03; (11) 0,02 o (12), 0,01, respectivamente, en comparación con la de una composición similar tanto sin el componente de betaína como de sal de calcio. Preferentemente, de acuerdo con una realización, el antitranspirante reivindicado tiene una "segundo relación" de 0.

15 Dadas las cantidades ilustrativas de los componentes anteriormente enumerados, cabe señalar que la combinación de los ingredientes de la composición antitranspirante reivindicada debería ser suficiente para aumentar la "intensidad del pico de RMN de  $^{27}\text{Al}$  a 63,5 ppm" en al menos aproximadamente (1) 20 % (cabe señalar que la intensidad del pico no está en % en peso); (2) 100 %; (3) 200 %; (4) 300 %; (5) 400 %; (6) 500 %; (7) 600 %; (8) 700 %; (9) 800 o (10) 900, respectivamente, en comparación con la de una composición similar tanto sin el componente de betaína como de sal de calcio.

## 20 Ejemplos adicionales

### Método analítico para los ejemplos

#### 25 a. Cromatografía de exclusión por tamaño ("SEC")

La cromatografía de exclusión por tamaño ("SEC") o cromatografía de permeación por gel ("GPC") son métodos frecuentemente usados para obtener información sobre la distribución de los polímeros en las soluciones de sales antitranspirantes. Con columnas cromatográficas apropiadas, en una ZAG se pueden detectar al menos cinco grupos distintos de especies de polímeros, que aparecen en un cromatograma como los picos 1, 2, 3, 4 y un pico conocido como "5,6". El pico 1 es la especie de circonio de mayor tamaño (superior a 60 Å). Los picos 2 y 3 son las especies de aluminio de mayor tamaño. El pico 4 es la especie de aluminio de menor tamaño (oligómeros de aluminio) y se ha correlacionado con la eficacia mejorada tanto de las sales ACH como ZAG. El pico 5,6 es la especie de aluminio de menor tamaño. El tiempo de retención relativo ("Kd") de cada uno de estos picos depende de las condiciones experimentales. Este método también es aplicable a las sales ZAB (circonio-aluminio-betaína). Los datos de la Tabla A se obtuvieron usando el método SEC descrito en una patente concedida propiedad de la misma compañía que en este caso, la patente de EE.UU. N° 6.066.314, incorporada por referencia como el método de ensayo descrito en la misma.

#### 40 b. Mediciones de RMN: preparación de las muestras:

Las muestras se prepararon por dilución de 0,2 ml del producto en 0,8 ml de D<sub>2</sub>O, proporcionando soluciones a concentraciones del 7,0 %. Se pesaron las muestras y se disolvieron en D<sub>2</sub>O, produciendo soluciones activas al 7,0 %. También se preparó una muestra en blanco, usando el mismo tipo de tubo de RMN y que solo contenía D<sub>2</sub>O, obteniéndose la señal de fondo de la sonda de RMN y los tubos de ensayo. Todas las mediciones de RMN se realizaron inmediatamente después de preparar las muestras.

#### c. Condiciones experimentales de la RMN:

50 Se usó el espectrómetro de RMN Bruker Avance DMX500 con una sonda de 5 mm de banda ancha inversa para todas las mediciones de RMN, funcionando a la frecuencia de 130,323 MHz para  $^{27}\text{Al}$ . Se usó un solo pulso con CYCLOPS durante todos los experimentos con retardo de reciclaje en 3 segundos, y el ancho de pulso de RF en 17  $\mu\text{s}$  a 0 dB de atenuación de RF (que es de 90 grados de pulso). El número total de exploraciones para cada conjunto de datos fue de 1.024, y se adquirieron los puntos de datos de 64 K (correspondientes a un tiempo de adquisición de 1 segundo) por cada conjunto de datos de la FID. La anchura espectral fue de 32.679 Hz, que equivale a 250 ppm. El tiempo de permanencia fue de 20  $\mu\text{s}$ , que es el tiempo de retardo entre el final del impulso de RF y el punto de partida de la adquisición de datos. El campo magnético se bloqueó con agua deuterada en todas las muestras. Todos los experimentos de RMN se llevaron a cabo a temperatura ambiente (21 °C) y sin control de una temperatura específica. También se registró un espectro de RMN en blanco del fondo con exactamente los mismos parámetros.

#### 60 d. Análisis de los datos de RMN:

65 Todos los datos de la FID de RMN se procesaron con los mismos parámetros: el tamaño de los datos de FFT fue de 64 K, y se aplicó una función de ventana exponencial (LB = 5 Hz) antes de la FFT para mejorar la relación señal/ruido. Dado que el espectro en blanco mostró una amplia señal de  $^{27}\text{Al}$  de fondo a 72 ppm, se restó de todos los espectros de muestras reales para producir espectros sin señal de fondo. Las sustracciones se realizaron en el

dominio espectral, donde se usaron exactamente los mismos parámetros de procesamiento para el grupo de datos de las muestras y la señal de fondo, especialmente los parámetros de fase. También se realizaron correcciones automáticas de línea basal en todos los conjuntos de datos después de la corrección de fondo. Como hubo un gran solapamiento de las señales de -20 a 40 ppm, se realizaron las desconvoluciones de las formas lineales en todos los conjuntos de datos, obteniéndose la posición de los picos, el ancho de línea y la integración. Las condiciones iniciales se fijaron con cuatro señales de resonancia en esta región, necesitándose, por lo general, varias series en diferentes condiciones iniciales para obtener buenos resultados de desconvolución. Se usó la función de desconvolución en Bruker X-WinNMR (versión 2.5), usándose una forma lineal mixta de Lorentzian y Gauss (porcentaje bajo) para todos los conjuntos de datos.

## Sales antitranspirantes con betaína y calcio

### Ejemplo 1

Se preparó una solución mediante la mezcla de 4 g de  $\text{CaCl}_2$  y 2 g de betaína anhidra con 20 mg (peso según USP) de ACH en polvo (Reheis CHLORHYDROL®) en agua, hasta un peso total de 100 g. A continuación, se dividió la solución en dos partes: una parte se envejeció a 70 °C durante una noche, y la segunda parte se mantuvo a temperatura ambiente durante el mismo período de tiempo. Tras ello, se analizaron las soluciones de muestra mediante el método SEC descrito anteriormente, así como la solución de ACH como control. Como se muestra en la Tabla 1, una vez envejecida, la muestra de ACH con  $\text{CaCl}_2$  y betaína mostró un aumento significativo de la relación del pico 4/pico 3, especialmente a mayor temperatura.

**Tabla 1. Distribución de picos de la SEC (Detector del RI)**

Muestra	Pico 4/pico 3
ACH (20 %, USP)	0,244
ACH (20 %, USP) + $\text{CaCl}_2$ (4 %) + betaína (2 %) (envejecida a 70 °C, durante una noche)	1,43
ACH (20 %, USP) + $\text{CaCl}_2$ (4 %) + betaína (2 %) (envejecida a TA, durante una noche)	0,65

El análisis de RMN también indicó que la especie del pico 4 creada mezclando ACH,  $\text{CaCl}_2$  y betaína fue muy similar a la de Reach-101, un ACH activado térmicamente con 13-meros de Al en el pico 4. La intensidad del pico de RMN a 63,5 ppm que representa el tetraedro de Al en el centro del 13-mero de Al aumentó de 0,388 hasta 1,0854 tras mezclar el ACH normal con  $\text{CaCl}_2$  y betaína, y luego envejecer, lo que sugiere la mejora de los Al 13-meros mediante este proceso.

**Tabla 2. Intensidad relativa del pico de RMN de  $^{27}\text{Al}$**

Muestra	63,5 ppm
ACH	0,388
ACH activado, Reach-101	1,000
ACH (20 %, USP) + $\text{CaCl}_2$ (4 %) + betaína (2 %) (envejecida a 70 °C, durante una noche)	1,085

### Ejemplo 2

Se preparó una solución mediante la mezcla de 5 g de  $\text{CaCl}_2$  y 2 g de betaína anhidra con 20 mg (peso según USP) de ACH en polvo (Reheis CHLORHYDROL®) en agua, hasta un peso total de 100 g. Se envejeció la solución a temperatura ambiente, y luego se analizó en diferentes períodos de tiempo mediante el método de SEC descrito anteriormente, con la solución de muestra de ACH como control. Como se muestra en la Tabla 2, el pico 4 siguió ascendiendo a lo largo del tiempo según lo indicado por el aumento de la relación del pico 4/pico 3.

**Tabla 2. Distribución de picos de la SEC (Detector del RI)**

Muestra	Pico 4/pico 3
ACH (20 %, USP)	0,24
ACH (20 %, USP) + $\text{CaCl}_2$ (5 %) + betaína (2 %) (envejecida a TA, 1 semana)	1,49
ACH (20 %, USP) + $\text{CaCl}_2$ (5 %) + betaína (2 %) ((envejecida a TA, 1 mes)	1,72
ACH (20 %, USP) + $\text{CaCl}_2$ (5 %) + betaína (2 %) ((envejecida a TA, 2 meses)	2,35

Muestra	Pico 4/pico 3
ACH (20 %, USP) + CaCl <sub>2</sub> (5 %) + betaína (2 %) ((envejecida a TA, 6 meses)	3,09

**Ejemplo 3**

Se añadieron diferentes cantidades de CaCl<sub>2</sub> y betaína anhidra a una solución de AZP-955, un clorhidrex de Al-Zr sin glicina fabricado por Reheis, Inc., formándose cuatro soluciones de muestra con las concentraciones de los ingredientes que se muestran en la Tabla 3. Una semana después, se envejecieron las soluciones de muestra a 45 °C, y luego se verificó mediante SEC el perfil de distribución del tamaño de los polímeros. La Tabla 3 presenta las relaciones del pico 1/(pico 2 + pico 3 + pico 4 + pico 5) y pico 4/pico 3, midiendo la especie polimérica de circonio de gran tamaño y los 13-meros de aluminio, o especie del pico 4, respectivamente.

Como es evidente, se necesitaron tanto la betaína como los iones Ca<sup>++</sup> para impulsar la especie del pico 4, o los 13-meros de aluminio, en las soluciones de muestra: las muestras con ambos ingredientes mostraron un aumento considerable de la relación del pico 4/pico 3, mientras que aquella que solo contenía betaína o CaCl<sub>2</sub> no tuvo ningún cambio positivo en la relación tras su envejecimiento. Además, el efecto de respuesta a la dosis de CaCl<sub>2</sub> se demostró claramente en este ejemplo. La muestra con mayor nivel de Ca<sup>++</sup> (6,54 % de CaCl<sub>2</sub>) presentó una relación del pico 4/pico 3 muy superior a la que tenía un menor nivel de Ca<sup>++</sup> (2,17 % de CaCl<sub>2</sub>).

En este ejemplo, también se demostró el efecto de la betaína en la estabilización de la especie de circonio. Todas las soluciones de muestra con presencia de betaína mostraron una reducción detectable de la relación del pico-1/(pico 2 + pico 3 + pico 4 + pico 5), lo que indicó la estabilización de las especies de circonio de pequeño tamaño.

**Tabla 3. Distribución de picos de la SEC (Detector del RI)**

Muestra	Pico 1/(P2+P3+P4+P5)	Pico 4/pico 3
AZP-955 (18,9 %) como control	0,38	0,29
AZP-955 (18,9 %) + CaCl <sub>2</sub> (2,17 %) + betaína (3,3 %)	0,26	0,85
AZP-955 (18,9 %) + CaCl <sub>2</sub> (6,54 %) + betaína (3,3 %)	0,27	1,55
AZP-955 (18,9 %) + CaCl <sub>2</sub> (0 %) + betaína (3,3 %)	0,23	0,25
AZP-955 (18,9 %) + CaCl <sub>2</sub> (2,17 %) + betaína (0 %)	0,43	0,28

**Ejemplo 4**

Se prepararon muestras añadiendo CaCl<sub>2</sub> y el agua a solución acuosa de ZAB-317321-I o de ZAB-317321-II, la sal antitranspirante activa de clorhidrex de Zr-Al y betaína fabricada por Reheis con una relación molar de betaína/circonio de 0,82 o 1,32, respectivamente, obteniéndose las soluciones de muestra con la concentración de los ingredientes que figura en la Tabla 4. A continuación, se envejecieron las muestras durante un mes a temperatura ambiente.

La Tabla 4 presenta los resultados de la SEC en las relaciones del pico 1/(pico 2 + pico 3 + pico 4 + pico 5) y del pico 4/pico 3, revelando claramente el efecto de la combinación de la betaína y el Ca<sup>++</sup> en los polímeros de circonio y la especie del pico 4, respectivamente. Las muestras con mayor nivel de betaína, betaína/circonio de 1,23, mostraron relaciones inferiores del pico 1/(pico 2 + pico 3 + pico 4 + pico 5), lo que sugiere especies de circonio de pequeño tamaño más estabilizadas.

La tendencia se hizo igualmente evidente en lo que respecta a la especie del pico 4. La muestra con el nivel más elevado tanto de Ca<sup>++</sup> como de betaína, 6,54 % de CaCl<sub>2</sub> y una relación de betaína/circonio de 1,23, mostró la mayor relación del pico 4/pico 3 de 1,73, mientras que, por consiguiente, aquellas de niveles inferiores de betaína y de circonio revelaron relaciones inferiores del pico 4/pico 3.

Además, este ejemplo también demostró que sin Ca<sup>++</sup>, la betaína por sí sola no aumentaría la especie del pico 4. Las dos muestras con diferente nivel de betaína, aunque sin Ca<sup>++</sup>, presentaron idénticas relaciones del pico 4/pico 3.

**Tabla 4. Distribución de picos de la SEC (Detector del RI)**

Muestra	Pico 1/(P2+P3+P4+P5)	Pico 4/pico 3
ZAB-317321-I (betaína/Zr = 0,82) – solución al 19 %	0,17	0,27
ZAB-317321-I (betaína/Zr = 0,82) --solución al 19 % + CaCl <sub>2</sub>	0,17	0,57

Muestra	Pico 1/(P2+P3+P4+P5)	Pico 4/pico 3
(2,17 %)		
ZAB-317321-I (betaína/Zr = 0,82) --solución al 19 % + CaCl <sub>2</sub> (6,54 %)	0,17	0,75
ZAB-317321-II (betaína/Zr = 1,23) --solución al 19 %	0,03	0,27
ZAB-317321-II (betaína/Zr = 1,23) --solución al 19 % + CaCl <sub>2</sub> (2,17 %)	0,03	0,94
ZAB-317321-II (betaína/Zr = 1,23) --solución al 19 % + CaCl <sub>2</sub> (6,54 %)	0,03	1,73

**Ejemplo 5**

5 Se disuelven 19,26 g de ZrOCl<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O y 8,39 g de betaína anhidra en 30 g de agua, preparándose una solución de sal antitranspirante (AP). Una vez disuelto todo, se añade ACH en polvo (22,65 g de Chlorhydrol de Reheis Chemical Co., Berkeley Heights, NJ) y 12 g de CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O a la solución con más agua, de manera que el peso total de la solución alcanza los 100 g. Se remueve y/o se agita la solución hasta que esta se vuelve transparente.

10 Dicha solución de sal al 30 % (base anhidra) tendrá la siguiente composición:

	Al/Zr = 3,5	Metal/Cl = 1,2	betaína/Zr = 1,2	Ca/betaína = 3,2
Al:	5,64 %		0,209 mol	
Zr:	5,45 %		0,0597 mol	
Cl:	7,95 %		0,224 mol	
Betaína:	8,39 %		0,0716 mol	
CaCl <sub>2</sub> :	9,06 %		0,082 mol	

Opcionalmente, se seca por pulverización o se liofiliza la solución, preparándose una muestra en polvo.

**Ejemplo 6**

15 Se disuelven 19,26 g de ZrOCl<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O en 49,6 g de agua, y luego se añaden 5,36 g de betaína anhidra, preparándose una solución de sal AP. Una vez disuelto todo, se añade ACH en polvo (22,65 g de Chlorhydrol de Reheis) y 12 g de CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O a la solución con más agua DI, de manera que el peso total de la solución alcanza los 100 g. Se remueve y/o se agita la solución hasta que esta se vuelve transparente.

20 Dicha solución de sal al 30 % (base anhidra) tendrá la siguiente composición:

	Al/Zr = 3,5	Metal/Cl = 1,2	betaína/Zr = 0,76	Ca/betaína = 5,0
Al:	5,64 %		0,209 mol	
Zr:	5,45 %		0,0597 mol	
Cl:	7,95 %		0,224 mol	
Betaína:	5,36 %		0,0457 mol	
CaCl <sub>2</sub> :	9,06 %		0,082 mol	

25 Opcionalmente, se seca por pulverización o se liofiliza la solución, preparándose una muestra en polvo.

**Ejemplo 7**

30 Se disuelven 19,26 g de ZrOCl<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O en 40 g de agua destilada, y luego se añaden 9,68 g de betaína monohidratada, preparándose una solución de sal AP. Una vez disuelto todo, se añade ACH en polvo (22,65 g de Chlorhydrol de Reheis) y 5 g de CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O a la solución con más agua DI, de manera que el peso total de la solución alcanza los 100 g. Se remueve y/o se agita la solución hasta que se obtiene una solución de sal al 30 % (base anhidra).

35 Dicha solución de sal al 30 % (base anhidra) tendrá la siguiente composición:

	Al/Zr = 3,5	M/Cl = 1,2	betaína/Zr = 1,2	Ca/betaína = 1,32
Al:	5,64 %		0,209 mol	
Zr:	5,45 %		0,0597 mol	
Cl:	7,95 %		0,224 mol	
Betaína:	8,39 %		0,0716 mol	
CaCl <sub>2</sub> :	3,77 %		0,034 mol	

Si es necesario, se seca por pulverización o se liofiliza la solución, preparándose una muestra en polvo.

### **Ejemplo 8**

- 5 Se disuelven 100 g de  $Zr(OH)_2CO_3 \cdot ZrO_2$  en 400 g de agua destilada, y luego se añaden 100 g de clorhidrato de betaína, preparándose una solución de sal AP. Una vez disuelto todo, se añade ACH (226,5 g de Chlorhydrol de Reheis) y 50 g de  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  a la solución, así como algo más de agua, preparándose la solución total de 1.000 g. Se remueve y/o se agita la solución del 24 % (anhidra) hasta que se vuelve transparente. Dicha solución de sal al

10

	<u>Al/Zr = 3,2</u>	<u>Metal/Cl = 1,6</u>	<u>betaína/Zr = 1,9</u>
Al:	5,64 %		2,09
Zr:	5,92 %		0,649
Cl:	6,10 %		1,72
Betaína:	7,63 %		0,65
$CaCl_2$ :	1,36 %		0,123 mol

Si es necesario, se seca por pulverización o se liofiliza la solución, preparándose una muestra en polvo.

### **Ejemplo 9**

15

Se disuelven 60 g de  $Zr(OH)_2CO_3 \cdot ZrO_2$  en 101 g de solución de HCl (37 %) y 400 g de agua destilada, y luego se añaden 100 g de clorhidrato de betaína, preparándose una solución de sal AP. Una vez disuelto todo, se añade ACH (226,5 g de Chlorhydrol de Reheis) y 50 g de  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  a la solución, así como algo de agua, preparándose la solución total de 1.000 g. Se remueve y/o se agita la solución del 26,3 % (anhidra) hasta que se vuelve transparente.

20

Dicha solución de sal al 26,3 % (base anhidra) tendrá la siguiente composición:

	<u>Al/Zr = 5,4</u>	<u>Metal/Cl = 1,2</u>	<u>betaína/Zr = 1,9</u>
Al:	5,64 %		2,09
Zr:	3,55 %		0,389
Cl:	7,32 %		2,06
Betaína:	7,63 %		0,65
$CaCl_2$ :	3,77 %		0,34

Si es necesario, se seca por pulverización o se liofiliza la solución, preparándose una muestra en polvo.

### **Ejemplo 10**

25

Se disuelven 118,1 g de  $ZrOCO_3 \cdot 7,56HO_2$  en 101 g de solución de HCl (37 %) y 400 g de agua destilada, y luego se añaden 100 g de clorhidrato de betaína, preparándose una solución de sal AP. Una vez disuelto todo, se añade ACH (226,5 g de Chlorhydrol de Reheis) y 50 g de  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  a la solución, así como algo de agua, preparándose la solución total de 1.000 g. Se remueve y/o se agita la solución del 26,3 % (anhidra) hasta que se vuelve transparente. Dicha solución de sal al 26,3 % (base anhidra) tendrá la siguiente composición:

30

	<u>Al/Zr = 5,4</u>	<u>Metal/Cl = 1,2</u>	<u>betaína/Zr = 1,9</u>
Al:	5,64 %		2,09
Zr:	3,55 %		0,389
Cl:	7,32 %		2,06
Betaína:	7,63 %		0,65
$CaCl_2$ :	3,77 %		0,34

Si es necesario, se seca por pulverización o se liofiliza la solución, preparándose una muestra en polvo.

35

### **Ejemplo 11**

Se disuelven 118,1 g de  $ZrOCO_3 \cdot 7,56HO_2$  en 73,3 g de solución de HCl (37 %) y 400 g de agua destilada, y luego se añaden 100 g de clorhidrato de betaína. Una vez disuelto todo, se añade ACH (226,5 g de Chlorhydrol de Reheis) y 50 g de  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  a la solución, así como algo de agua, preparándose la solución total de 1.000 g. Se remueve o se agita la solución del 26,3 % (anhidra) hasta que se vuelve transparente. Dicha solución de sal al 26,3 % (base anhidra) tendrá la siguiente composición:

40

	<u>Al/Zr = 5,4</u>	<u>Metal/Cl = 1,4</u>	<u>betaína/Zr = 1,9</u>
Al:	5,64 %		2,09
Zr:	3,55 %		0,389
Cl:	6,27 %		1,77

	Al/Zr = 5,4	Metal/Cl = 1,4	betaína/Zr = 1,9
Betaína:	7,63 %		0,65
CaCl <sub>2</sub> :	3,77 %		0,34

Si es necesario, se seca por pulverización o se liofiliza la solución, preparándose una muestra en polvo.

**Ejemplo 12**

5 Se disuelven 30 g de ADCH en 54 g de agua DI, preparándose una solución de diclorohidrex de aluminio (ADCH, Westchlor 100, 38 %). Tras mezclar la solución y volverse transparente, se añaden 8 g de betaína anhidra y 8 g de CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. Se mezcla la solución a temperatura ambiente hasta que se vuelve transparente. La solución final tendrá una relación molar de betaína/aluminio de 0,61 y una relación de Ca/betaína de 1,41.

10 **Ejemplo 13**

15 Se mezcla una solución al 31 % de oxiclورو de circonio (ZrOCl<sub>2</sub>) con 8 g de betaína anhidra y 12 g de CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O, y se agita a temperatura ambiente hasta que se vuelve transparente. La solución final tendrá una relación molar de betaína/circonio de 0,43, y una relación de Ca/betaína de 2,11, y una relación de circonio/cloruro de 0,50.

**Ejemplo 14**

20 Se preparó una solución acuosa mediante la adición de 1,5 g de CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O, 7,0 g de etanol (prueba 200) y 6,8 g de agua destilada en una solución acuosa de ZAB (clorohidrex de circonio y aluminio con betaína) (anhidra al 29,5 %, betaína/Zr = 1,2, M/Cl = 1,1) preparada por Reheis Co. A continuación, se agitó bien la solución, quedando lista para su uso en todas las fórmulas a base de la solución.

## REIVINDICACIONES

1. Una composición antitranspirante que comprende:

- 5 (a) una sal antitranspirante seleccionada del grupo que consiste en una sal antitranspirante de aluminio, una sal antitranspirante de aluminio y circonio, y una mezcla de las mismas, donde la sal antitranspirante de aluminio es al menos una sal seleccionada de entre clorhidrato de aluminio, sesquiclorhidrato de aluminio, clorhidrex de aluminio-propilenglicol, diclorohidrex de aluminio-propilenglicol, sesquiclorohidrex de aluminio-propilenglicol, clorhidrex de aluminio-polietilenglicol, diclorohidrex de aluminio-polietilenglicol y sesquiclorohidrex de aluminio-polietilenglicol;
- 10 (b) un componente de trimetilglicina seleccionado del grupo que consiste en trimetilglicina, clorhidrato de trimetilglicina y una mezcla de los mismos; y
- (c) una sal de calcio,
- 15 donde dicho componente (c) de sal de calcio junto con dicho componente (b) de trimetilglicina se proporciona en una cantidad suficiente para aumentar la primera relación de un área del pico 4 con respecto a un área del pico 3 de HPLC, siendo dicho área del pico 4 proporcional a una primera cantidad de un polímero de dicha sal antitranspirante y siendo dicho área del pico 3 proporcional a una segunda cantidad de un polímero de mayor tamaño de dicha sal antitranspirante.
- 20 2. La composición de la reivindicación 1, que comprende además agua.
3. La composición de la reivindicación 1, donde dicha primera relación se aumenta hasta al menos 0,5.
4. La composición de la reivindicación 1, donde dicha primera relación se aumenta hasta al menos 1,0.
- 25 5. La composición de la reivindicación 1, donde dicha primera relación se aumenta hasta al menos 2.
6. La composición de la reivindicación 1, donde dicha primera relación se aumenta hasta al menos 3.
- 30 7. La composición antitranspirante de la reivindicación 1, donde dicha primera relación se aumenta hasta al menos 4.
8. La composición de la reivindicación 1, donde dicha sal antitranspirante es dicha sal antitranspirante de aluminio y circonio, donde dicho componente (c) de sal de calcio junto con dicho componente (b) de trimetilglicina se proporciona en una cantidad suficiente para reducir una segunda relación del área del pico 1 de HPLC con respecto a una suma de las áreas de los picos 2, 3, 4 y 5 de HPLC.
- 35 9. La composición de la reivindicación 8, donde dicha segunda relación se reduce hasta menos de 0,4.
- 40 10. La composición de la reivindicación 9, donde dicha segunda relación se reduce hasta menos de 0,3.
11. La composición de la reivindicación 10, donde dicha segunda relación se reduce hasta menos de 0,2.
12. La composición de la reivindicación 11, donde dicha segunda relación se reduce hasta menos de 0,1.
- 45 13. La composición de la reivindicación 12, donde dicha segunda relación es 0.
14. La composición de la reivindicación 1, donde dicho componente (b) se proporciona en una cantidad del 0,5 al 40 % en peso en base al peso total de dicha composición antitranspirante.
- 50 15. La composición de la reivindicación 1, donde dicho componente (c) se proporciona en una cantidad del 0,2 al 80 % en peso en base al peso total de dicha composición antitranspirante.
16. La composición de la reivindicación 1, donde dicha sal de calcio se selecciona del grupo que consiste en cloruro de calcio, bromuro de calcio, nitrato de calcio, citrato de calcio, formiato de calcio, acetato de calcio, gluconato de calcio, ascorbato de calcio, lactato de calcio, glicinato de calcio, carbonato de calcio, sulfato de calcio, hidróxido de calcio y mezclas de los mismos.
- 55 17. La composición de la reivindicación 1, donde dicho componente (a) se proporciona en una cantidad del 5 % en peso al 85 % en peso en base al peso total de dicha composición antitranspirante.
- 60 18. La composición de la reivindicación 1, donde dicho componente (c) de sal de calcio junto con dicho componente (b) de trimetilglicina se proporciona en una cantidad suficiente para aumentar una intensidad del pico de RMN de <sup>27</sup>Al a 63,5 ppm.
- 65

19. La composición de la reivindicación 18 donde dicho aumento en dicha intensidad del pico de RMN de  $^{27}\text{Al}$  es al menos del 20 %.
- 5 20. La composición de la reivindicación 19 donde dicho aumento en dicha intensidad del pico de RMN de  $^{27}\text{Al}$  es al menos del 100 %.
21. La composición de la reivindicación 20 donde dicho aumento en dicha intensidad del pico de RMN de  $^{27}\text{Al}$  es al menos del 300 %.
- 10 22. La composición de la reivindicación 21 donde dicho aumento en dicha intensidad del pico de RMN de  $^{27}\text{Al}$  es al menos del 500 %.
23. La composición de la reivindicación 22 donde dicho aumento en dicha intensidad del pico de RMN de  $^{27}\text{Al}$  es al menos del 700 %.
- 15 24. La composición de la reivindicación 23 donde dicho aumento en dicha intensidad del pico de RMN de  $^{27}\text{Al}$  es al menos del 900 %.
25. La composición de la reivindicación 1, donde la sal antitranspirante está en el intervalo del 10 al 60 % en peso en base al peso total de dicha composición antitranspirante.
- 20 26. La composición de la reivindicación 25, donde la sal antitranspirante está en el intervalo del 15 al 35 % en peso en base al peso total de dicha composición antitranspirante.
- 25 27. La composición de la reivindicación 1, donde el componente (b) de trimetilglicina está presente en una cantidad del al menos 0,1 % en peso en base al peso total de dicha composición.
- 30 28. La composición de la reivindicación 27, donde el componente (b) de trimetilglicina está en el intervalo del 0,5 al 40 % en peso en base al peso total de dicha composición.
- 35 29. La composición de la reivindicación 28, donde el componente (b) de trimetilglicina está en el intervalo del 2,0 al 30 % en peso en base al peso total de dicha composición.
30. La composición de la reivindicación 29, donde el componente (b) de trimetilglicina está en el intervalo del 4,0 al 20 % en peso en base al peso total de dicha composición.
- 40 31. La composición de la reivindicación 1, donde el componente (c) de sal de calcio está presente en una cantidad del al menos 0,1 % en peso en base al peso total de dicha composición.
- 45 32. La composición de la reivindicación 31, donde el componente (c) de sal de calcio está en el intervalo del 0,2 al 80 % en peso en base al peso total de dicha composición.
33. La composición de la reivindicación 32, donde el componente (c) de sal de calcio está en el intervalo del 0,4 al 40 % en peso en base al peso total de dicha composición.
- 50 34. La composición de la reivindicación 33, donde el componente (c) de sal de calcio está en el intervalo del 0,5 al 10 % en peso en base al peso total de dicha composición.
35. La composición de la reivindicación 1, que comprende además un alcohol hidrosoluble.
- 55 36. La composición de la reivindicación 35, donde dicho alcohol hidrosoluble es un alcohol  $\text{C}_2\text{-C}_8$ .
37. La composición antitranspirante de la reivindicación 36, donde dicho alcohol hidrosoluble es el etanol.
- 60 38. La composición de la reivindicación 35, donde dicho alcohol hidrosoluble se selecciona del grupo que consiste en glicol, propilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol y mezclas de los mismos.
39. La composición de la reivindicación 1, que comprende además glicina en una cantidad del 0 al 40 % en peso en base al peso total de dicha composición.
- 65 40. La composición de la reivindicación 39, donde dicha glicina se proporciona en una cantidad del 1 al 30 % en peso en base al peso total de dicha composición.
41. La composición de la reivindicación 40, donde dicha glicina se proporciona en una cantidad del 2 al 20 % en peso en base al peso total de dicha composición.

42. La composición de la reivindicación 41, donde dicha glicina se proporciona en una cantidad del 8 al 10 % en peso en base al peso total de dicha composición.

5 43. La composición de la reivindicación 1, donde la composición está en forma de un polvo, un líquido, un gel o un sólido.