

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 632 517**

51 Int. Cl.:

A61K 8/33	(2006.01)
A61K 8/37	(2006.01)
A61K 8/58	(2006.01)
A61K 8/65	(2006.01)
A61K 8/73	(2006.01)
A61K 8/92	(2006.01)
A61K 8/02	(2006.01)
A61K 8/11	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.10.2009 PCT/EP2009/062901**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.05.2010 WO10049236**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.10.2009 E 09744099 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.04.2017 EP 2340009**

54 Título: **Composiciones antitranspirantes**

30 Prioridad:

27.10.2008 EP 08167668

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

13.09.2017

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**CROPPER, MARTIN PETER;
FRANKLIN, KEVIN RONALD y
ROBERTS, LOUISE JANNETTE**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 632 517 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 antitranspirantes

La presente invención se refiere a composiciones antitranspirantes y más particularmente a composiciones antitranspirantes anhidras que emiten una fragancia de liberación retardada.

5 Las composiciones antitranspirantes que comprenden fragancia encapsulada son conocidas en la técnica. La mayoría de estas composiciones comprenden encapsulados sensibles a la humedad, tales como aquéllos a base de goma arábica o goma de acacia, almidón o ciertos almidones modificados, en lugar de los encapsulados sensibles al cizallamiento, insolubles en agua, empleados en la presente invención.

10 El documento WO2006/056096 (Givaudan SA) desvela encapsulados sensibles al cizallamiento, enfocándose mayormente en su uso en composiciones acondicionadoras de telas. Entre los ejemplos de acondicionadores de telas, también se divulga como Ejemplo 9 una composición antitranspirante anhidra, que comprende cápsulas de gelatina que contienen 20 % de fragancia. Esta técnica anterior no dice nada concerniente a composiciones antitranspirantes que comprenden cápsulas que tienen mayores niveles de fragancia encapsulada y menores niveles de cubierta encapsulante.

15 Una clase de materiales que ha sido propuesta para encapsular fragancias es insoluble en agua y es sensible al cizallamiento, la cual también puede ser descrita como sensible a la fricción o sensible a la presión. La fragancia es liberada por los encapsulados que son frotados, o erosionados, posiblemente de manera bastante vigorosa. Esta clase de materiales encapsulantes ha sido contemplado previamente principalmente para su uso en composiciones para el cuidado del hogar y especialmente composiciones suavizantes de tejidos que son acuosas y se diluyen mediante la introducción en un agua de enjuague, aprovechando de esta manera la resistencia de la cubierta de encapsulado hecha a partir de tales materiales en condiciones acuosas.

20 Se ha encontrado durante el curso de la investigación que conduce a la presente invención que encapsulados sensibles al cizallamiento en polvo de una fragancia pueden ser incorporados en composiciones antitranspirantes anhidras, en las cuales un líquido vehículo hidrófobo, el cual en el presente documento puede ser descrito de forma alternativa como inmiscible en agua, y que se conoce habitualmente como un aceite, suspende el material activo antitranspirante particulado, siendo gelificado o espesado opcionalmente por un gelificante o espesante. Sin embargo, se ha encontrado también que debido a que el material encapsulante orgánico de tales encapsulados es insoluble en agua por sí mismo y el líquido vehículo en el cual las cápsulas de fragancia son suspendidas es inmiscible en agua, los dos materiales son compatibles ya que existe un riesgo significativo de lixiviación de la fragancia fuera de las cápsulas durante el almacenamiento de la composición antes de su uso por el consumidor.

25 La lixiviación prematura es potencialmente seria por varias razones. Primero, la pérdida de fragancia de las cápsulas durante el almacenamiento significa que existe inherentemente menos fragancia retenida para liberación en el momento deseado por contacto por fricción. Así, con el tiempo, el beneficio de liberación retardada de incorporar una fragancia encapsulada disminuye. Un producto antitranspirante normalmente se usa, es decir, se almacena, durante un periodo prolongado de tiempo, medido en semanas o meses en lugar de días, y es deseable que el producto exhiba intensidad de fragancia similar a lo largo de su periodo de uso. Además, un producto antitranspirante puede llevar almacenado semanas o incluso meses antes de que lo compre el consumidor y también puede transcurrir un periodo significativo desde que lo compra el consumidor y comienza su uso. En segundo lugar, los componentes de perfume individuales pueden lixiviar del encapsulado a diferentes velocidades durante el almacenamiento, cambiando por ello el olor detectable con el tiempo. De manera manifiesta, es deseable que una fragancia huelga igual para el usuario durante un periodo normal. En tercer lugar, una fragancia encapsulada puede ser usada ventajosamente junto con una fragancia no encapsulada, con el fin de combinar una explosión instantánea de fragancia cuando el antitranspirante es aplicado primero con liberación disparada, retardada, de fragancia posteriormente. Cuando la fragancia ha sido liberada de manera prematura del encapsulado durante el almacenamiento, no solo altera el equilibrio entre las fragancias, sino que también probablemente altera las características reales de la fragancia no encapsulada.

30 Un objeto de la presente invención es mejorar la pérdida de fragancia de las fragancias encapsuladas sensibles a la fricción, insolubles en agua, durante el almacenamiento cuando las fragancias encapsuladas son incorporadas dentro de composiciones antitranspirantes anhidras que comprenden aceite inmiscible en agua.

35 De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición antitranspirante anhidra de acuerdo con la reivindicación 1.

Mediante la selección de tales aceites inmiscibles en agua como los aceites vehículos para las cápsulas sensibles a la fricción de la fragancia de perfume referidas de manera alternativa en el presente documento como perfume, es posible reducir significativamente la velocidad y grado de lixiviación de los componentes de fragancia en el aceite.

40 Mediante el empleo de tales cápsulas de particulado seco, insolubles en agua, de perfume, es posible depositar sobre la piel una fracción residual de cápsulas sensibles al cizallamiento de partículas de perfume que pueden romperse mediante movimientos normales del brazo en la vida diaria, dando como resultado el paso a través de una

prenda a través de la superficie de la piel o mediante el movimiento de la piel alrededor de una parte del cuerpo en relación a otra, tal como en la axila, en el momento cuando la sudoración está o no está ocurriendo o independientemente de si ha ocurrido sudoración. De acuerdo con esto la ventaja reside en la sensibilidad de tal partícula seca sobre la superficie de la piel a romperse mediante movimientos relativos de la prenda o la piel con la piel. Esto permite un enmascaramiento mejorado del mal olor y una percepción intensificada de fragancia durante un periodo prolongado.

Aunque es posible que algunas cápsulas tengan características fuera de los rangos preferidos identificados en el presente documento para ofrecer alguna actividad de liberación de fragancia residual como se contempla en el presente documento, la selección de cápsulas que satisface esos rangos combina la capacidad de fabricación en las condiciones para fabricar composiciones antitranspirantes anhidras con mayor disponibilidad de fragancia liberable en la axila.

De acuerdo con un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona el uso de una composición de acuerdo con el primer aspecto simultáneamente para prevenir o reducir la sudoración localizada mediante aplicación tópica de una composición de acuerdo con el primer aspecto y para prolongar la percepción de un perfume, posiblemente, incluso cuando la sudoración no está ocurriendo o independientemente de si la sudoración ha ocurrido.

Mediante el empleo de una composición de acuerdo con la presente invención, el perfume puede ser liberado durante un periodo de tiempo prolongado aún en la ausencia de sudoración que puede actuar como un desencadenante para la liberación de perfume de algunos materiales que contienen perfume desvelados antes.

La presente invención se refiere a la selección de aceites inmiscibles en agua junto con cápsulas de fragancia sensibles al cizallamiento en composiciones anhidras. Tales composiciones pueden ser aplicadas con aplicadores, algunas veces llamados de manera alternativa dispensadores, que son aplicadores de contacto o aplicadores no de contacto. De manera alternativa, la composición si está en la forma de una barra, puede aplicarse como una barra de jabón, o si está en la forma de una crema o líquido almacenado en un tarro, es aplicada usando los dedos o un aplicador especial, tal como un cepillo, o absorbida en o adsorbida sobre una hoja de aplicador tejido o no tejido.

Una película de composición es dispensada mediante aplicadores de contacto al ser transferida directamente sobre la piel del aplicador próximo, mientras que los aplicadores no de contacto son posicionados a una distancia significativa lejos de la piel, tal como desde 10 hasta 20 cm y se dirige una atomización de composición hacia la piel.

El término "sensible al cizallamiento" o "sensible a la fricción" o "sensible a la presión" en el presente documento, en relación a cápsulas de fragancia, las cuales en el presente documento son sinónimas a microcápsulas, indica que la cápsula es capaz de liberar sus contenidos de perfume al frotar el antebrazo a través de la pared torácica próxima o mediante impacto del antebrazo sobre la pared torácica próxima, haciéndose el contacto piel con piel o piel con ropa usada en el brazo y/o tórax.

El material encapsulante usado para formar las cubiertas de las cápsulas sensibles al cizallamiento en el presente documento es insoluble en agua. Esto significa que las cápsulas de perfume no se rompen simplemente al estar en la presencia de agua, es decir, no son sensibles al agua. Las cápsulas de perfume sensibles al agua o a la humedad han sido previamente usadas en productos para la axila, sucediendo la liberación de perfume cuando la axila se humedece como un resultado de la sudoración. La presente invención no requiere que la axila se humedezca para liberar el perfume de las cápsulas. Esto es particularmente útil en composiciones antitranspirantes, ya que tales composiciones están diseñadas para evitar la producción de sudor en las axilas.

El material encapsulante usado para formar las cubiertas de las cápsulas sensibles al cizallamiento en el presente documento es una gelatina reticulada. Un procedimiento de encapsulación adecuado para formar cápsulas sensibles al cizallamiento es llamado frecuentemente coacervación compleja, el cual se ha descrito en, por ejemplo, el documento USP6045835. En tal procedimiento, se forma una solución acuosa de un polímero catiónico, comúnmente gelatina o un polímero catiónico estrechamente relacionado, a una temperatura elevada que es suficientemente alta para disolver la gelatina, comúnmente al menos 40 °C y en muchos casos no es necesario exceder 70 °C. Un rango de 40 a 60 °C es muy conveniente. Ya sea antes o después de la disolución de la gelatina, se forma una emulsión aceite-en-agua mediante la introducción de un aceite de perfume. Se introduce un polianión o polímero negativamente cargado similar, incluyendo en particular goma arábica o una carboximetil celulosa, y la composición es diluida hasta un pH por debajo de pH 5 y en particular se alcanza un pH 4 a pH 4,5, de manera que se forma un coacervado complejo alrededor de las gotitas de aceite de perfume dispersas. La cubierta resultante es reticulada posteriormente con un di-aldehído alifático de cadena corta, por ejemplo, C₄ a C₆, incluyendo en particular glutaraldehído. La etapa de reticulación se lleva a cabo comúnmente a una temperatura por debajo de la temperatura ambiente, tal como desde 5 hasta 15 °C y en particular en la región de 10 °C.

Un segundo procedimiento de encapsulación que es adecuado para formar perfumes encapsulados comprende variaciones del procedimiento anterior contemplado en el documento WO2006/056096. En tales variaciones, las microcápsulas que comprenden una cubierta de hidrogel de blanco se forman primero en un estado seco y se ponen en contacto con una mezcla acuosa o acuosa/alcohólica de un compuesto de fragancia, comúnmente diluido con un

- aceite diluyente. El compuesto de fragancia es transportado a través de la cubierta de hidrogel mediante difusión acuosa y es retenido dentro. Las microcápsulas que contienen la fragancia resultantes son secadas a continuación hasta obtener un polvo, el cual para fines prácticos es anhidro. Aunque la selección de la proporción entre aceite de fragancia y aceite diluyente está a la discreción del productor y puede variarse sobre un amplio rango, la proporción frecuentemente se selecciona del rango desde 1:2 hasta 1:1 y en particular 3:4 a 1:1, fragancia: aceites diluyentes.
- 5 Los procedimientos señalados en el presente documento son perfectamente adecuados para producir cápsulas que tienen un tamaño de partícula promedio en volumen en el rango desde 30 hasta 100 μm , en particular hasta 75 μm y en especial 40 hasta 60 μm .
- 10 La proporción entre material de cubierta y aceite de perfume del núcleo está a la discreción del productor y se puede obtener variando apropiadamente las proporciones de los ingredientes en la emulsión. Es deseable que el material de la cubierta constituya desde 10 hasta 80 % de las cápsulas, en particular desde 10 hasta 40 % y en especial desde 12 hasta 25 % en peso de las cápsulas. Al variar las proporciones de la cubierta y núcleo, se puede variar la resistencia física de la cubierta (para cápsulas del mismo tamaño de partícula promedio en volumen). De acuerdo con esto, se pueden seleccionar las cápsulas que tienen la combinación deseada de características.
- 15 En algunas realizaciones preferidas de la presente invención, el aceite de fragancia constituye desde 70 hasta 85 % en peso de los encapsulados y en tales realizaciones, el equilibrio es provisto por la cubierta.
- 20 En otras realizaciones preferidas, el aceite de fragancia está presente junto con un diluyente de aceite, por ejemplo, proporcionando desde 25 hasta 75 % en peso de la mezcla de aceite contenida dentro de la cubierta, y en especial desde 40 hasta 60 % en peso. De manera deseable, en tales realizaciones, la cubierta constituye desde 12 hasta 25 % en peso de los encapsulados. En ciertas de tales realizaciones preferidas, la fragancia constituye desde 35 hasta 50 % en peso de los encapsulados y es complementada por 35 a 50 % en peso del aceite diluyente. Si se desea, todavía en otras realizaciones, la composición contiene algunos de los encapsulados que contienen aceite de diluyente y otros no, siendo seleccionada la proporción en peso de los dos conjuntos de encapsulados en el rango desde 25:1 hasta 1:25 a la discreción del productor.
- 25 Se prefiere que el tamaño de partícula promedio en volumen de las cápsulas de la presente invención sea al menos 40 μm y en muchas realizaciones deseables es hasta 60 μm de diámetro. En el presente documento, a menos que se indique de otra manera, el diámetro de partícula de las cápsulas ($D[4,3]$) se mide usando un Malvern Mastersizer, siendo dispersadas las cápsulas en ciclopentasiloxano (DC245) usando una velocidad de mezclador de módulo de dispersión de 2100 rpm. Los cálculos se hicieron usando el modelo de Propósito general, asumiendo una forma de
- 30 partícula esférica y a una sensibilidad de cálculo normal.
- 35 Las cápsulas en la presente invención tienen deseablemente un espesor de cubierta promedio en el rango desde 0,25 hasta 10 μm y una proporción entre el diámetro de partícula promedio en el rango desde 1:7 hasta 1:100. En algunas realizaciones preferidas, al menos 95 % en volumen de las cápsulas tienen un espesor de la cubierta de hasta 2,5 μm y comúnmente en las mismas u otras realizaciones preferidas al menos 95 % en volumen de las cápsulas tienen un espesor de cubierta de al menos 0,25 μm , tales espesores en el presente documento son medidos deseablemente como se describe en el presente documento. En algunas cápsulas particularmente preferidas, su espesor de cubierta promedio está en el rango desde 0,4 hasta 1,5 μm y/o la proporción entre diámetro de cápsula promedio y espesor promedio es al menos 10:1 y frecuentemente al menos 30:1 o 40:1, a 80:1.
- 40 Los cálculos se hacen adecuadamente usando un modelo de Propósito general, asumiendo una forma de partícula esférica y con una Sensibilidad de cálculo normal. El espesor de la cubierta puede medirse al solidificar una dispersión de las cápsulas en un aceite translúcido, cortando una rebanada delgada de la masa sólida y usando un microscopio electrónico de barrido para obtener una imagen de cápsulas individuales cortadas transversalmente, revelando así ello el perfil exterior e interior de su cubierta anular y, por tanto, su espesor.
- 45 Es deseable que las cápsulas exhiban una dureza Hysitron en el rango desde 0,5 MPa hasta 50 MPa y las cápsulas preferidas exhiben tal dureza en el rango desde 5 hasta 25 MPa. También es deseable que las cápsulas tengan un "Módulo elástico reducido aparente" en el rango desde 20 hasta 30 MPa. La medición de tales parámetros es descrita posteriormente para encapsulados ejemplificados.
- 50 El encapsulado o mezcla de encapsulados sensibles al cizallamiento puede emplearse en las composiciones antitranspirantes en una cantidad a la discreción del fabricante. Comúnmente, la cantidad es al menos 0,05 %, en muchos casos al menos 0,1 % y frecuentemente al menos 0,3 % en peso de la composición. Habitualmente, la cantidad es hasta 5 %, deseablemente hasta 4 % y en muchos casos es hasta 3 % en peso de la composición. Un rango conveniente es desde 0,5 hasta 2,5 % en peso de la composición. De acuerdo con esto, las composiciones de base antes de la introducción del propelente contienen una proporción proporcionalmente mayor del encapsulado.
- 55 El aceite de perfume utilizable en el presente documento puede ser seleccionado como convencional para conseguir el resultado estético deseado y comprende usualmente una mezcla de al menos 5 componentes y frecuentemente al menos 20 componentes. Los componentes pueden ser extracciones sintéticas o naturales, y en el caso de aceites naturales o aceites producidos para imitar aceites naturales, frecuentemente son mezclas de compuestos de

perfume individuales. El aceite de perfume puede comprender, *inter alia*, cualquier compuesto o mezcla de cualquiera de dos o más de tales compuestos codificados como un olor (2) en la Compilation of Odor and Taste Threshold Values Data editada por F A Fazzalari y publicada por la American Society for Testing and Materials en 1978.

5 Frecuentemente, aunque no de manera exclusiva, los compuestos de perfume que actúan como componentes o ingredientes de perfume en mezclas tienen un ClogP (coeficiente de partición de octanol/agua) de al menos 0,5 y muchos un ClogP de al menos 1. Muchos de los componentes de perfume que son utilizables en el presente documento pueden comprender compuestos orgánicos que tienen un olor que es discernible por humanos que son seleccionados dentro de las clases químicas de aldehídos, cetonas, alcoholes, ésteres, terpenos, nitrilos y pirazinas.

10 Las mezclas de compuestos dentro de las clases o de más de una clase pueden mezclarse juntos para lograr el efecto de fragancia deseado, empleando la habilidad y experiencia del perfumista. Como es bien sabido, dentro de la misma clase, aquéllos compuestos que tienen un peso molecular menor, frecuentemente hasta aproximadamente 200, tienden a tener un punto de ebullición menor y serán clasificados como “notas superiores”, mientras que aquellos que tienen un peso molecular mayor tienden a tener un mayor punto de ebullición y serán clasificados como

15 de notas base o medias. La distinción, sin embargo, es en algún grado una simplificación arbitraria, debido a que los aceites de fragancia forman una continuidad y sus características no son significativamente diferentes cerca de en cualquier lado de un límite arbitrario, tal como un punto de ebullición de 250 °C o 275 °C. En el presente documento el perfume puede comprender cualquier mezcla de aceites que ebullean por debajo de 250 °C (tal como en el rango de 1 a 99 % o de 4 a 96 %, 10 a 90 % o 25 a 60 %) siendo el equilibrio proporcionado por compuestos que tienen un punto de ebullición superior a 250 °C (tal como en el rango de 1 a 99 % o de 4 a 96 %, 10 a 90 % o 25 a 60 %) siendo el equilibrio proporcionado por compuestos que tienen un punto de ebullición superior a 250 °C. El perfumista reconoce que los compuestos de ebullición menor tienden a evaporarse más rápidamente después de la exposición, mientras que los compuestos de punto de ebullición mayor tienden a evaporarse más lentamente, de manera que el efecto estético deseado puede lograrse al seleccionar las proporciones de los compuestos más rápidos y más lentos

20 – proporcionado el más rápido un “golpe” instantáneo mientras que el más lento proporciona un impacto duradero más largo. También se reconocerá que un término tal como alto impacto ha sido usado para describir compuestos de perfume de bajo punto de ebullición. Las propiedades del compuesto permanecen iguales sin importar si son llamados ingredientes de nota superior o alto impacto.

Una característica adicional de un compuesto de perfume es su umbral de detección de olor (ODT). Algunos aceites de perfume son detectados mucho más fácilmente por la nariz humana que otros, pero es una medición muy subjetiva y varía considerablemente dependiendo de la manera en que se realice la prueba, las condiciones predominantes y la constitución del panel, por ejemplo, edad, género y etnicidad. Como un medio cualitativo de diferenciación entre los atributos estéticos de compuestos y que permite al perfumista elegir ingredientes que son detectados de manera relativamente fácil, el ODT representa una guía útil, pero cuantitativamente es más dudoso.

35 Algunas de tales materias primas de perfume tienen un punto de ebullición menor que o igual a, 250 °C, incluyendo algunas de las cuales son generalmente conocidas por tener un umbral de detección de olor bajo. Otras dentro de dicha lista de materias primas de perfume tienen un punto de ebullición de más de 250 °C, algunas de las cuales son también generalmente conocidas por tener un umbral de detección de olor bajo.

40 De manera alternativa o adicional, la fragancia incorporada en las cápsulas puede comprender una o una mezcla de aceites esenciales de perfume, ya sea mezclados unos con otros y/o con análogos sintéticos y/o uno o más compuestos de perfume individuales, posiblemente extraídos de flores, hojas, semillas, frutos u otro material vegetal. Los aceites, los cuales son contemplados en el presente documento, incluyen aceites de: bergamota, cedro del Atlas, madera de cedro, clavo, geranio, madera de guayaco, jazmín, lavanda, citronela, lirio del valle, lima, nerolí, almizcle, flor de naranja, pachulí, flor de melocotón, petotgrain, pimienta, rosa, romero y tomillo.

45 Si se desea, la composición puede incluir uno más ingredientes de perfume que proporcionan una función adicional más allá de oler de manera atractiva. Esta función adicional puede comprender desodorancia. Varios aceites esenciales e ingredientes de perfume, por ejemplo, aquellos que pasan una prueba de valor de desodorante como se describe en el documento US 4278658 proporcionan desodorancia así como enmascaramiento de mal olor.

50 Durante muchos años, las composiciones antitranspirantes han liberado el compuesto activo antitranspirante de una composición que también comprende aceite de silicona volátil, tales aceites tienen excelentes beneficios sensoriales. Sin embargo, los presentes inventores han encontrado que tales aceites fomentan la lixiviación de aceites de perfume de las cápsulas sensibles al cizallamiento, insolubles en agua. De acuerdo con esto, en composiciones de acuerdo con la invención que comprenden aceite de silicona volátil, es particularmente importante que el vehículo líquido en el cual las cápsulas (y el compuesto antitranspirante) están presentes, comprenda un

55 aceite de éster inmiscible en agua y/o un aceite de éter inmiscible en agua o una mezcla de los mismos.

En el presente documento, el vehículo líquido y el aceite inmiscible en agua comprendido en el mismo es considerado que excluye cualquier aceite de fragancia.

El vehículo líquido normalmente comprende otra cosa que el aceite inmiscible en agua.

El vehículo líquido y el aceite inmiscible en agua son normalmente líquidos a 20 °C. "Inmiscible en agua" debería entenderse que significa que se separa del agua cuando se mezcla con ella a 20 °C, en la ausencia de cualquier especie emulsionante.

5 El aceite inmiscible en agua es preferentemente una mezcla de más de un aceite. Por ejemplo, el aceite inmiscible en agua comprende preferentemente una silicona volátil así como un aceite de éster inmiscible en agua y/o un aceite de éter inmiscible en agua o una mezcla de los mismos.

10 Los aceites de ésteres pueden ser alifáticos o aromáticos. Los aceites de ésteres alifáticos adecuados comprenden al menos un residuo que contiene desde 10 hasta 26 átomos de carbono y un segundo residuo de al menos 3 átomos de carbono hasta 26 átomos de carbono. Los ésteres pueden ser mono o diésteres y estos últimos pueden ser derivados de un diol C3 a C8 o ácido dicarboxílico. Ejemplos de tales aceites incluyen miristato de isopropilo, palmitato de isopropilo y miristato de miristilo.

Es especialmente deseable emplear un éster aromático, incluyendo en especial ésteres de benzoato. Los ésteres de benzoato preferidos satisfacen la fórmula Ph-CO-O-R en la cual R es:

15 un grupo alifático que contiene al menos 8 carbonos y en particular desde 10 hasta 20 carbonos, tal como desde 12 hasta 15, incluyendo una mezcla de los mismos, o un grupo aromático de fórmula -A-Y-Ph, en la cual A representa un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene desde 1 hasta 4 carbonos e Y representa un átomo de oxígeno o grupo carboxilo opcional. En particular, preferiblemente el éster aromático comprende benzoato de alquilo C₁₂₋₁₅.

20 El aceite de éter comprende preferiblemente un alquil éter de cadena corta de un polipropilenglicol (PPG), comprendiendo el grupo alquilo desde C2 hasta C6, en especial C4 y la porción de PPG comprendiendo desde 10 hasta 20 y en particular 14 a 18 unidades de propilenglicol. Un aceite de éter especialmente preferido tiene la denominación INCI PPG14-butyl éter.

25 Los aceites de éster y éter del presente documento se seleccionan de modo que tengan un punto de ebullición superior a 100 °C. Esto les permite ser empleados con todos los sistemas de cera para solidificar el aceite vehículo que normalmente se funde a no más de 95 °C y comúnmente entre 65 y 85 °C. Para las barras fabricadas usando agentes gelificantes de molécula pequeña, es preferible seleccionar aceites que tengan un punto de ebullición superior a 150 °C y naturalmente también son adecuados conjuntamente con sistemas de cera.

30 El aceite vehículo no necesita consistir totalmente en aceite de éster o éter o una mezcla del aceite de éster y aceite de éter. Los aceites de éster y éter pueden estar presentes en la composición en una proporción en peso entre sí desde 1:0 hasta 0:1, y en algunas realizaciones desde 10:1 hasta 1:10. En efecto, aunque tales aceites tienen una variedad de otras propiedades beneficiosas, tales como por ejemplo, reducir el grado al cual la formulación antitranspirante es visible después de la aplicación sobre la piel, las composiciones en las cuales la mezcla de aceites contiene solo una proporción menor, comparada con una proporción mayor de tales aceites de éter y éster, tienden a exhibir atributos sensoriales preferidos por muchos consumidores. En la práctica, es necesario que más del 5 % en peso de la mezcla oleosa, especialmente más del 10 % y en especial más del 15 % en peso de la mezcla de aceites sea provista con los aceites de éster y éter. El peso combinado de los dos aceites es preferiblemente menos del 60 %, en particular menos del 50 % y en especial menos del 40 % del peso de la mezcla de aceites.

40 Aunque se ha encontrado que los aceites de fragancia lixivian comparativamente de manera rápida y a un grado comparativamente grande en aceites de silicona volátiles solos, se ha encontrado que cuando un aceite de éster y/o un aceite de éter está presente en la mezcla de aceite, la reducción en la velocidad y grado de lixiviación se aproxima o incluso excede aquél que es obtenido por el aceite de éter/éster solo. De acuerdo con esto, es altamente deseable que las mezclas de aceites empleadas en composiciones antitranspirantes anhidras de acuerdo con la presente invención, incluyan una fracción de aceite de silicona volátil, por ejemplo en una proporción en peso entre el peso combinado de aceite de éster y éter desde 6.5:1 hasta 1:6.5, y en muchas realizaciones desde 6:1 hasta 1:1, considerando no solo la reducción beneficiosa de la lixiviación de la fragancia provocada al incluir los aceites de éster y éter, sino también por los efectos sensoriales beneficiosos logrados al incorporar una fracción significativa de aceites de silicona volátiles. En muchas realizaciones deseables, la proporción en peso entre el aceite de silicona volátil en la mezcla de aceites es mayor que 5 %, en especial mayor que 10 % y en particular mayor que 20 %. Comúnmente, la proporción en peso es menor que 87,5 %, en muchos casos menor que 80 % p/p y en ocasiones menor que 65 % p/p.

55 En el presente documento, un aceite de silicona volátil es un poliorgano-siloxano líquido que tiene una presión de vapor medible a 25 °C de al menos 1 Pa y normalmente en un rango desde 1 o 10 Pa a 2 kPa. Los poliorganosiloxanos volátiles pueden ser lineales o cíclicos o mezclas de los mismos. Los siloxanos cíclicos preferidos, frecuentemente referidos de otra manera como ciclometiconas, incluyen polidimetilsiloxanos y en particular aquellos que contienen desde 3 hasta 9 átomos de silicio, preferentemente al menos 4 y en especial al menos 5 átomos de silicio. Las ciclometiconas preferidas contienen no más de 7 átomos de silicio y muy preferentemente hasta 6 átomos de silicio. Los aceites de silicona volátiles del presente documento contienen deseablemente en promedio en peso desde 4,5 hasta 5,9 átomos de silicona y en especial al menos 4,9.

Los poliorganosiloxanos lineales preferidos incluyen polidimetilsiloxanos que contienen desde 3 hasta 9 átomos de silicio. Los propios siloxanos volátiles normalmente exhiben viscosidades por debajo de 10^{-5} m²/seg (10 centistokes) y en particular por encima de 10^{-7} m²/seg (0,1 centistokes), los siloxanos lineales normalmente exhiben una viscosidad por debajo de 5×10^{-6} m²/seg (5 centistokes). Las siliconas volátiles también pueden comprender siloxanos lineales o cíclicos tales como los siloxanos lineales o cíclicos antes mencionados sustituidos por uno o más grupos laterales $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$, conteniendo los compuestos resultantes de manera deseable no más de 7 átomos de silicio. Ejemplos de aceites de silicona comercialmente disponibles incluyen aceites que tienen designaciones de grado 344, 345, 244, 245 y 246 de Dow Corning Corporation; Silicone 7207 y Silicone 7158 de Union Carbide Corporation y SF1202 de General Electric.

La mezcla de aceite vehículo puede comprender adicionalmente uno o más de otros aceites inmiscibles en agua que tienen un punto de fusión por debajo de 20 °C y un punto de ebullición por encima de 100 °C y preferentemente por encima de 150 °C, incluyendo aceites de hidrocarburos, incluyendo preferentemente aceites de hidrocarburo no volátiles, aceites de silicona no volátiles y alcoholes monohídricos alifáticos. Tales aceites inmiscibles en agua, no volátiles, algunas veces referidos como aceites emolientes, pueden ser incluidos deseablemente para alterar los atributos sensoriales de las composiciones que contienen, tal como para suavizar la piel o ayudar a enmascarar la visibilidad de materiales particulados depositados sobre la piel. Sin embargo, es deseable restringir la proporción de tales aceites no volátiles a menos de 30 % en peso de la mezcla de aceites y en muchas composiciones de acuerdo con la presente solicitud, la proporción total de tales aceites es desde 5 hasta 20 % en peso.

Ejemplos de aceites de hidrocarburo no volátiles adecuados incluyen poliisobuteno y polideceno hidrogenado. Ejemplos de aceites de silicona no volátiles adecuados incluyen dimeticonas y alquilarilsiloxanos lineales. Las dimeticonas normalmente tienen una longitud de cadena intermedia, tal como desde 20 hasta 100 átomos de silicio. Los alquilarilsiloxanos son en particular aquellos que contienen desde 2 hasta 4 átomos de silicio y al menos un sustituyente de fenilo por átomo de silicio, o al menos un grupo difenileno. El alcohol alifático deseablemente es un alcohol monohídrico de cadena ramificada que contiene desde 12 hasta 40 átomos de carbono, y frecuentemente desde 14 hasta 30 átomos de carbono, tal como alcohol isoestearílico.

Una clase adicional de aceites de ésteres que pueden constituir una fracción de los aceites de ésteres contemplados en las composiciones de la invención comprenden aceites vegetales naturales, que contienen comúnmente ésteres de glicéridos y en particular los triésteres de glicéridos de ácidos carboxílicos alifáticos C18 insaturados, tales como ácido linoleico, ácido linoléico o ácido ricinoleico, incluyendo isómeros tales como ácido linolenelaídico, ácido trans 7-octadecenoico, ácido parinárico, ácido pinoléico, ácido punílico, ácido petroselénico, ácido columbínico y ácido estearidónico. Ejemplos de tales aceites naturales beneficiosos incluyen aceite de ricino, aceite de semilla de cilantro, aceite de semilla de Impatiens balsamina, grasa de semilla de Parinairum laurinarium, aceite de semilla de Sabastiana brasilinensis, aceite de semilla de borraja, aceite de onagra, aceite de Aquilegia vulgaris y aceite de girasol y aceite de cártamo. Tales aceites pueden comprender deseablemente desde 1 hasta 10 % en peso de la mezcla de aceites.

Las composiciones de la invención también comprenden un componente activo antitranspirante. Los componentes activos antitranspirantes son incorporados preferentemente en una cantidad desde 0,5-50 %, en particular desde 5 hasta 30 % y en especial desde 10 % hasta 26 % del peso de la composición. Frecuentemente se considera que el beneficio principal de incorporar hasta 5 % de un componente activo antitranspirante en una composición de barra se manifiesta al reducir el olor corporal y que conforme la proporción de componente activo antitranspirante aumenta, la eficacia de esa composición para controlar la transpiración aumenta.

Los componentes activos antitranspirantes para su uso en el presente documento se seleccionan frecuentemente de sales de componentes activos astringentes, incluyendo en particular sales de aluminio, circonio y aluminio/circonio mezcladas, incluyendo ambas sales inorgánicas, sales con aniones orgánicos y complejos. Las sales astringentes preferidas incluyen haluros de aluminio, circonio y aluminio/circonio y sales de halohidrato, tales como clorhidratos.

Los halohidratos de aluminio son usualmente definidos por la fórmula general $\text{Al}_2(\text{OH})_x\text{Q}_y \cdot w\text{H}_2\text{O}$, en la cual Q representa cloro, bromo o yodo, x es variable de 2 a 5 y $x + y = 6$, mientras que $w\text{H}_2\text{O}$ representa una cantidad variable de hidratación. Sales de halohidrato de aluminio especialmente efectivas, conocidas como clorhidratos de aluminio activados, son descritas en el documento EP-A-6739 (Unilever NV et al), estando el contenido de dicha memoria descriptiva incorporado en el presente documento por referencia. Tales clorhidratos de aluminio activados se fabrican mediante un procedimiento en el cual la concentración de peso de los compuestos de aluminio en la solución es controlada dentro de los límites especificados y simultáneamente la temperatura de esa solución es controlada dentro de un rango de temperatura elevado especificado, formándose especies de aluminio poliméricas, y las condiciones de secado son controladas estrictamente como se describe en dicho documento EP-A-6739. Algunas sales activadas no retienen su actividad intensificada en la presencia de agua pero son útiles en formulaciones substancialmente anhidras, es decir, formulaciones que no contienen una fase acuosa distinta.

Los componentes activos de circonio pueden ser representados usualmente por la fórmula general empírica: $\text{ZrO}(\text{O})_{2n-nz} \cdot \text{B}_z \cdot w\text{H}_2\text{O}$, en la cual z es una variable en el rango desde 0,9 hasta 2,0 de manera que el valor $2n-nz$ es cero o positivo, n es la valencia de B y B se selecciona del grupo que consiste en cloro, otro haluro, sulfamato, sulfato y mezclas de los mismos. La posible hidratación hasta un grado variable es representada por $w\text{H}_2\text{O}$. Es

preferible que B represente cloruro y la variable z esté en el rango de 1,5 a 1,87. En la práctica, tales sales de circonio usualmente no son empleadas tal cual, sino como un componente de un antitranspirante a base de aluminio y circonio combinado.

5 Las sales de aluminio y circonio anteriores pueden tener agua co-ordinada y/o unida en varias cantidades y/o puede estar presente como especies poliméricas, mezclas o complejos. En particular, las sales de hidróxido de circonio frecuentemente representan un rango de sales que tienen varias cantidades del grupo hidróxido. El clorhidrato de circonio aluminio puede ser particularmente preferido.

10 Se pueden utilizar complejos antitranspirantes a base de las sales de aluminio y/o circonio astringentes antes mencionadas. El complejo frecuentemente emplea un compuesto con un grupo carboxilato, y ventajosamente este es un aminoácido. Ejemplos de aminoácidos adecuados incluyen dl-triptófano, dl-β-fenilalanina, dl-valina, dl-metionina y β-alanina y preferentemente glicina, la cual tiene la fórmula $\text{CH}_2(\text{NH}_2)\text{COOH}$.

15 Es muy deseable emplear complejos de una combinación de halohidratos de aluminio y clorhidratos de circonio junto con aminoácidos tales como glicina, los cuales son desvelados en el documento US-A-3792068 (Luedders et al). Algunos de esos complejos de Al/Zr son llamados comúnmente ZAG en la bibliografía. Los componentes activos de ZAG generalmente contienen aluminio, circonio y cloruro con una proporción de Al/Zr en un rango desde 2 hasta 10, especialmente 2 hasta 6, una proporción de Al/Cl desde 2,1 hasta 0,9 y una cantidad variable de glicina. Los componentes activos de este tipo preferido están disponibles en B K Giulini, en Summit y en Reheis, aunque con distribuciones de tamaño de partícula diferentes.

20 Muchas sales antitranspirantes astringentes que contienen aluminio y/o circonio empleadas en el presente documento tienen una proporción molar de metal:cloruro en el rango de 1,3:1 a 1,5:1. Otras que tienen una proporción molar de metal:cloruro menor, tal como de 1:1 a 1,25:1 tienden a generar pH menores cuando se aplican a la piel y así tienden a ser más irritantes.

25 La proporción de sal antitranspirante sólida en una composición de suspensión normalmente incluye el peso de cualquier agua de hidratación y cualquier agente de formación de complejos que puede estar también presente en el componente activo sólido.

Muchos antitranspirantes particulados empleados en la presente invención tienen un índice de refracción (RI) de al menos 1,49 y no mayor que 1,57. Los componentes activos, los cuales están libres de circonio tienden a tener un RI desde 1,49 hasta 1,54, dependiendo de su fórmula y al menos en parte de su contenido de agua residual. De igual manera, los componentes activos que contienen circonio tienden a tener un RI desde 1,52 a 1,57.

30 La selección del material activo antitranspirante tiene en cuenta deseablemente el tipo de aplicador a partir del cual es dispensado. Así, en muchas realizaciones particularmente preferidas en las cuales la composición es dispensada mediante un aplicador de contacto, por ejemplo, usando un dispensador de barra, crema (sólido blando) o roll-on, el componente activo antitranspirante comprende un componente activo de aluminio-circonio, tal como AZAG. Sin embargo, en otras realizaciones muy preferidas en las cuales la composición es dispensada como una atomización, como cuando se usa un dispensador de aerosol, el componente activo antitranspirante muy deseable es un clorhidrato de aluminio (ACH) o un clorhidrato de aluminio activado (AACH).

35 El componente activo antitranspirante empleado en el presente documento comprende pequeñas partículas, seleccionándose comúnmente su tamaño de partícula promedio y distribución de acuerdo con la naturaleza del aplicador a partir de la cual la composición es dispensada.

40 Para la incorporación de composiciones de acuerdo con la presente invención, deseablemente al menos 90 %, preferentemente al menos 95 % y en especial al menos 99 % en peso de las partículas tienen un diámetro en el rango desde 0,1 μm hasta 100 μm. Para la incorporación en aplicadores de contacto, tales como dispensadores de barra, sólido blando o roll-on, las partículas antitranspirantes usualmente tienen un diámetro de partícula promedio de al menos 1 μm y especialmente por debajo de 20 μm. En algunas composiciones de contacto muy deseables, las partículas en peso tienen un tamaño de partícula promedio de al menos 2 μm y en particular por debajo de 10 μm, tal como en el rango desde 3 hasta 8 μm.

45 Para la incorporación en aplicadores no de contacto y en especial en aerosoles en los cuales la composición es expulsada del dispensador por un gas propelente, posiblemente aumentado por medios de propulsión mecánica o electromecánica, es especialmente deseable que menos de 5 % en peso, en particular menos de 1 % en peso y ventajosamente ninguna de las partículas tenga un diámetro por debajo de 10 μm. Preferentemente para la inclusión en composiciones de aerosol, las partículas tienen un diámetro por debajo de 75 μm. En muchas composiciones de aerosol preferidas, el antitranspirante tiene un diámetro de partícula promedio (D_{50}) en el rango desde 15 hasta 25 μm. El tamaño de partícula del componente activo antitranspirante o mezcla de componentes activos puede medirse usando un Malvern Mastersizer, de manera similar a la medición del tamaño de microcápsulas de perfume, como se ha mencionado antes en el presente documento.

55 Un procedimiento que tiene como objetivo minimizar la blancura visible emplea material activo antitranspirante que está libre o sustancialmente libre de partículas huecas. En este contexto, sustancialmente libre indica un contenido

de menos de 10 % en peso de esferas huecas, y preferentemente menos de 5 % en peso. Algunas técnicas de secado, por ejemplo, secado por aspersión, pueden producir materiales los cuales contienen mayor proporción que esa de esferas huecas, la proporción puede ser reducida triturando el material particulado, tal como mediante molienda de bolas u oscilante.

5 Las composiciones de la invención pueden incluir, si se desea, uno o más espesantes o gelificantes (algunas veces llamados agentes estructurantes o solidificantes) para incrementar la viscosidad de o solidificar la mezcla de aceites, en la cual los materiales particulados son suspendidos como es apropiado para la aplicación respectivamente mediante dispensadores roll-on, dispensadores de sólido blando (crema anhidra) o dispensadores de barra. Tales espesantes o gelificantes son seleccionados por el experto y se incorpora una cantidad suficiente de los mismos para alcanzar la viscosidad o dureza deseadas de la composición de roll-on, loción o sólido blando resultante, teniendo en cuenta la cantidad real empleada la capacidad espesante o gelificante inherente del material o combinación de materiales elegidos y su capacidad para formar tal forma física.

10 En realizaciones alternativas, para aplicación mediante un dispensador de aerosol presurizado, la composición anhidra, considerada como una composición de base y que deseablemente comprende un adyuvante de suspensión, se mezcla con un propelente.

15 Para aplicación mediante un roll-on, se introduce suficiente espesante para incrementar la viscosidad de la composición resultante hasta dentro del rango, normalmente, desde 1000 hasta 7000 mPa.s y en particular dentro de 2500 a 5500 mPa.s. Las viscosidades del presente documento son medidas en un viscosímetro Brookfield RVT equipado con un agitador TA y Hellipath, girando a 20 rpm a 25 °C.

20 En el presente documento, el espesante para una formulación de roll-on puede seleccionarse de agentes de suspensión que pueden emplearse para particulados en suspensión en una composición de base que comprende la mezcla oleosa inmisible en agua, tal como sílice particulado, especialmente sílice ahumado y arcilla de montmorillonita o bentonita particulada, opcionalmente tratada superficialmente con un compuesto orgánico hidrófobo. Ejemplos adecuados están disponibles con los nombres comerciales respectivamente Cab-O-sil y Bentone. Otros espesantes pueden comprender petrolato o ceras solubles en aceite, tales como las ceras descritas más adelante en el presente documento con respecto al sólido blando y/o barras. Se considera que las ceras normalmente se funden a una temperatura superior a 40 °C y en particular entre 55 y 95 °C. Tales ceras pueden incluir ceras de éster, incluyendo alcoholes grasos lineales de C12 a C24, las ceras obtenidas de animales o plantas, frecuentemente después de hidrogenación, elastómeros de silicona y ceras de silicona. El sistema espesante puede comprender una mezcla de espesantes particulados, una mezcla de ceras o una mezcla de materiales de ambos. La proporción de espesante o mezcla de espesantes se selecciona frecuentemente en el rango desde 1:30 hasta 1:12,5 partes por partes en peso de la mezcla oleosa. La viscosidad también puede ser incrementada al seleccionar como parte de la mezcla del aceite vehículo, por ejemplo desde 10 hasta 20 % p/p, aceites de dimeticona no volátiles relativamente viscosos y/o polideceno hidrogenado.

35 Para su uso como un sólido blando, se introduce suficiente espesante para incrementar la viscosidad de la composición resultante hasta una dureza desde 0,003 hasta 0,5 Newton/mm² y comúnmente desde 0,003 o 0,01 hasta 0,1 Newton/mm². La dureza puede ser medida usando un analizador de textura Stable Micro Systems TA.XT2i. Una esfera de metal, de 9,5 mm de diámetro, se une a la parte inferior de su celda de carga de 5 kg y se coloca justo por arriba de la superficie de muestra. Bajo el control del software *Expert Exceed*TM, la esfera es mellada en la muestra a una velocidad de mellado de 0,05 mm/s en una distancia de 7 mm y se invierte para retirar la esfera de la muestra a la misma velocidad. Los datos correspondientes al tiempo (s), distancia (mm) y fuerza (N) son adquiridos a una tasa de 25 Hz. La dureza H a una penetración de 4,76 mm es calculada usando la fórmula

$$H = F/A$$

45 en la cual H se expresa en N.mm⁻², F es la carga a la misma distancia recorrida en N y A es el área proyectada de la penetración en mm².

En ciertas realizaciones de la presente invención, el aceite inmisible en agua es solidificado, dando composiciones llamadas "composiciones de barra" en el presente documento. Tales composiciones preferentemente comprenden tanto un aceite de éster inmisible en agua como un aceite de éter inmisible en agua, como se describe en el presente documento, especialmente cuando también está presente un aceite de silicona volátil.

50 Las composiciones de barra del presente documento deseablemente tienen una dureza como se mide en una prueba de penetración convencional de menos de 30 mm, preferentemente menos de 20 mm y en particular deseablemente menos de 15 mm. Muchas tienen una penetración desde 7,5 hasta 12,5 mm. La prueba de penetración convencional empleada en el presente documento, utiliza un penetrómetro PNT de planta de laboratorio equipado con una aguja de cera Seta (peso 2,5 gramos), que tiene un ángulo de cono en el punto de la aguja especificado de 9°10' +/- 15'. Se usa una muestra de la composición con una superficie superior plana. La aguja se hace descender sobre la superficie de la composición y a continuación se realiza una medición de la dureza de penetración dejando que la aguja con su soporte caiga bajo el peso combinado de la aguja y el soporte de 50 gramos durante un periodo de cinco segundos, después de lo cual se anota la profundidad de penetración.

Deseablemente, la prueba se realiza en a seis puntos en cada muestra y los resultados son promediados.

- 5 Los gelificantes para formar composiciones de barra en el presente documento se seleccionan usualmente de una o más de dos clases, agentes gelificantes de molécula pequeña, no poliméricos, formadores de fibras viz (viz SMGA) y ceras, opcionalmente complementadas si se desea mediante incorporación de una sílice particulada y/o un espesante polimérico soluble en aceite. Las ceras descritas antes no solo son espesantes para composiciones líquidas o de crema, sino que también son adecuadas para actuar como gelificantes para sólidos y sólidos blandos.

El término “cera” es convencionalmente aplicado a una variedad de materiales y mezclas que tienen propiedades físicas similares, a saber que:

- 10 son sólidos a 30 °C y preferentemente también a 40 °C;
se funden hasta obtener un líquido móvil a una temperatura superior a 40 °C y en general por debajo de 95 °C y preferentemente en un rango de temperatura de 55 °C a 90 °C;
son insolubles en agua y permanecen inmiscibles en agua cuando se calientan por encima de su punto de fusión.

- 15 Las ceras empleadas en el presente documento como gelificantes, o en otras realizaciones como espesantes, se seleccionan frecuentemente de hidrocarburos, alcoholes grasos lineales, polímeros de silicona, ésteres de ácidos grasos o mezclas que contienen tales compuestos junto con una minoría (menos de 50 % p/p y frecuentemente menos de 20 % p/p) de otros compuestos. Las ceras naturales son frecuentemente mezclas de compuestos, los cuales incluyen una proporción sustancial de ésteres grasos.

- 20 Las ceras usualmente forman cristales en el líquido inmisible en agua cuando se enfría del estado calentado durante el procesamiento, adoptando frecuentemente la forma de agujas o placas dependiendo de la cera específica.

Ejemplos de ceras de hidrocarburo incluyen cera de parafina, ozoquerita, cera microcristalina y cera de polietileno, teniendo esta última deseablemente un peso molecular promedio desde 300 hasta 600 y ventajosamente desde 350 hasta 525.

- 25 Los alcoholes grasos lineales contienen comúnmente desde 14 hasta 40 átomos de carbono y frecuentemente desde 16 hasta 24. En la práctica, la mayoría contienen una variedad uniforme de átomos de carbono y muchos comprenden una mezcla de compuestos, incluso aquellos que son nominalmente uno solo tal como alcohol estearílico. Otros alcoholes incluyen alcohol behenílico.

- 30 Ejemplos de ceras de ésteres incluyen ésteres de ácidos grasos de C₁₆-C₂₂ con glicerol y etilenglicol, los cuales pueden ser aislados de productos naturales o más convenientemente sintetizados a partir del alcohol alifático y ácido carboxílico respectivos.

- 35 Ejemplos de ceras naturales incluyen cera de abeja, cera de lana y cera de espermaceti de origen animal y cera de ricino, cera de jojoba, cera de carnauba y cera de candelilla las cuales son de origen vegetal. Las ceras vegetales son obtenidas comúnmente mediante hidrogenación del aceite vegetal correspondiente, que contienen ésteres de triglicéridos de ácidos grasos insaturados. Las ceras minerales pueden ser extraídas de restos de fósiles diferentes de petróleo. La cera montana, la cual es un ejemplo de cera mineral, incluye ésteres no de glicéridos de ácidos carboxílicos, hidrocarburos y otros constituyentes.

Ceras adicionales utilizables en el presente documento comprenden ceras de polímero de silicona, incluyendo ceras que satisfacen la fórmula empírica:



en la cual x es al menos 10, preferentemente 10 a 50 y R representa un grupo alquilo que contienen al menos 20 carbonos, preferentemente 25 a 40 carbonos y en particular que tiene una longitud de cadena lineal promedio de al menos 30 carbonos.

- 45 Otras ceras de silicona comprenden copolímeros de dimeticona y alquioximeticona, que satisfacen la fórmula general:



en la cual Y representa SiMe₂-O, Y' SiMe₂, R' un alquilo de al menos 15 carbonos, preferentemente 18 a 22, tal como estearilo, y y y z son ambos números enteros, totalizando preferentemente de 10 a 50.

- 50 Algunas combinaciones preferidas de ceras incluyen alcohol estearílico con una cera de éster, tal como cera de ricino, frecuentemente en una proporción en peso desde 10:1 hasta 3:1.

Las ceras útiles en la presente invención generalmente serán aquellas que espesan aceites inmiscibles en agua, tales como ciclometiconas cuando se disuelven en los mismos (mediante calentamiento y enfriamiento) a una concentración de 5 a 15 % en peso.

5 La segunda clase de espesantes o gelificantes para barras para sólidos blandos comprende SMGA formadores de fibras. Tales gelificantes son disueltos en una mezcla inmiscible en agua de aceites a temperatura elevada y que tras enfriamiento precipitan para formar una red de filamentos muy delgados que normalmente no son más de unas cuantas moléculas de ancho. Una categoría particularmente efectiva de tales espesantes comprende amidas de N-acil aminoácido y en particular dialquilamidas de ácido N-acil glutámico lineales y ramificadas, tal como en particular di n-butilamida de ácido N-lauroil glutámico y di n-butilamida de ácido N-etilhexanoil glutámico y especialmente mezclas de las mismas. Tales gelificantes de amido pueden emplearse en composiciones anhidras de acuerdo con la presente invención, si se desea, con ácido 12-hidroxiesteárico.

Otros amido SMGA incluyen amidas de ácido 12-hidroxiesteárico y derivados de amida de ácidos carboxílicos di y tribásicos como se expone en el documento WO 98/27954, incluyendo especialmente alquil N,N'dialquil succinamidas.

15 SMGA que contienen amido adecuados adicionales se describen en los documentos US6410003 y otros SMGA adecuados se desvelan en US7332153, US6410001, US6321841 y US6248312.

Naturalmente, se puede emplear una combinación de dos o más gelificantes, tal como una cera o mezcla de ceras solas o una mezcla de SMGA sola de una mezcla de una cera o ceras más un SMGA o SMGA, tales como se ha descrito anteriormente en el presente documento.

20 El gelificante es empleado frecuentemente en la composición de barra o sólido blando a una concentración desde 1,5 hasta 30 %, dependiendo de la naturaleza del gelificante o gelificantes, la constitución de la mezcla de aceites y el grado de dureza deseada. Cuando un SMGA es empleado como el gelificante principal, su concentración está normalmente en el rango desde 1,5 hasta 7,5 % p/p para los gelificantes amido o mezclas de los mismos y desde 5 hasta 15 % de gelificantes de éster o esteroil. Cuando una cera es empleada como el gelificante principal, su concentración es usualmente seleccionada en el rango desde 10 hasta 30 % p/p y en particular desde 12 hasta 24 % p/p. En muchas composiciones, esto corresponde a una proporción en peso entre el aceite y los aceites vehículo seleccionada en el rango de 1:30 a 1:2.

30 Si se usa cera que forma una red de fibras, la cantidad de esta puede ser desde 0,5 hasta 7 % en peso de la composición. Si se usa que no forma tal red, por ejemplo, una cera la cual cristaliza como agujas esferulíticas o como pequeñas plaquetas, la cantidad puede bien ser desde 2 % o 3 % hasta 10 %, 12 % o 15 % de la composición. Las ceras de silicona son un ejemplo de ceras que cristalizan como pequeñas plaquetas.

Algunas composiciones muy deseables comprenden en combinación un primer gelificante con un segundo gelificante. La cantidad total de segundo gelificante puede variar desde 0,5 % o 1 % de la composición hasta 9 %, 10 % o 15 %.

35 En general, las composiciones de sólido blando del presente documento pueden incluir uno o más de los gelificantes empleados para fabricar una barra firme como se describe antes, pero empleando una concentración menor del gelificante respectivo. De esta manera, la concentración de tales gelificantes es seleccionada frecuentemente en el rango desde 0,5 hasta 15 % p/p de la composición y en muchos casos desde 1 hasta 10 % p/p.

40 Sin embargo, puede ser especialmente deseable emplear un polímero soluble en aceite como agente espesante para formar un sólido blando, por ejemplo, seleccionado en el rango desde 2 hasta 20 % p/p de la composición. De igual manera, tales polímeros pueden ser incluidos en composiciones de barra.

45 Una categoría de polímero soluble en aceite que ha sido encontrado adecuado, es un polisacárido esterificado con ácido monocarboxílico que contienen al menos 12 átomos de carbono y preferentemente un éster de ácido graso de dextrina, tal como palmitato de dextrina o estearato de dextrina. Los productos comerciales están disponibles como la marca comercial Rheopearl.

Una segunda categoría de espesante de polímero comprende poliamidas, por ejemplo, aquellas descritas en el documento US 5500209 o US 6353076.

50 Una tercera categoría de espesante comprende copolímeros de bloques de estireno con etileno, propileno y/o butileno disponibles como la marca comercial KRATON y en particular copolímeros de bloque lineales de estireno etileno/butileno estireno. Una categoría relacionada de polímero espesante comprende polímeros de alfa metilestireno y estireno, tales como aquéllos con el nombre comercial KRISTALEX, por ejemplo KRSTALEX F85 que tienen un peso molecular promedio de aproximadamente 1200. Otro polímero espesante más comprende galactomanano sustituido con alquilo disponible con el nombre comercial N-HANCE AG.

55 Una clase adicional de polímeros espesantes son los copolímeros de vinilpirrolidona con polietileno que contienen al menos 25 unidades de metileno, tal como triacontanil polivinilpirrolidona, con el nombre comercial Antaron WP-660.

Tal polímero espesante es empleado frecuentemente en una proporción en peso de la mezcla oleosa que se selecciona en el rango desde 1:30 hasta 1:5, considerando la dureza del sólido blando que se desea, la capacidad inherente del polímero elegido para incrementar la viscosidad y la presencia o de otra manera de un espesante adicional.

5 Una clase adicional de material que es adecuado para formar o contribuir a la formación de composiciones de sólido blando comprende elastómeros de silicona. Tales materiales son formados convencionalmente mediante la hidroxilación de fluidos de vinil silicona por hidrosiloxano o fluidos de hidruro de MQ. Comúnmente, para composiciones anhidras, el elastómero es no emulsificante y en especial es un polímero reticulado de dimeticona/vinildimeticona. Tales materiales son capaces de absorber una proporción substancial de aceites
10 hidrófobos, incluyendo ciclometiconas, y son provistos comúnmente como una dispersión del material activo en fluido de ciclometicona o un aceite no volátil, normalmente a una concentración en la región de 10 a 20 % en peso. Tales elastómeros están presentes de manera deseable a una concentración desde 1 hasta 10 % en peso de la composición.

15 Un espesante especialmente adecuado para formar o contribuir a la formación de una composición de sólido blando comprende una sílice particulada y especialmente una sílice ahumada. Es deseable incluir al menos 2 % y especialmente al menos 2,5 % en peso del sílice en la composición, tal como en el rango de hasta 10 % en peso.

Las composiciones anhidras pueden contener uno o más ingredientes opcionales, tales como uno o más de aquéllos seleccionados a partir de aquellos identificados más adelante.

20 Ingredientes opcionales incluyen agentes de lavado, frecuentemente presentes en una cantidad de hasta 10 % p/p para ayudar en la eliminación de la formulación de la piel o de la tela. Tales agentes de lavado son normalmente tensoactivos no iónicos, tales como ésteres o éteres que contienen una porción de alquilo de C₈ a C₂₂ y una porción hidrófila, la cual puede comprender un grupo de polioxialquileo (POE o POP) y/o un poliol.

25 Las composiciones del presente documento pueden incorporar uno o más adyuvantes cosméticos convencionalmente contemplables para sólidos cosméticos o sólidos blandos. Tales adyuvantes cosméticos pueden incluir mejoradores de sensación de la piel, tales como talco o polietileno de alto peso molecular finamente dividido, (es decir, no una cera) por ejemplo Accumist, en una cantidad de 1 hasta aproximadamente 10 %, un humectante, tal como glicerol o polietilenglicol (peso molecular 200 a 600), por ejemplo en una cantidad de hasta aproximadamente 5 %, agentes de beneficio para la piel, tales como alantoína o lípidos, por ejemplo, en una cantidad de hasta 5 %; colores; agentes refrescantes de la piel diferentes de los ya mencionados alcoholes, tales como mentol y derivados de mentol, frecuentemente en una cantidad de hasta 2 %, siendo todos estos porcentajes
30 en peso de la composición. Un ingrediente opcional adicional comprende un conservador, tal como etil o metil parabeno o BHT (butil hidroxi tolueno) tal como en una cantidad desde 0,01 hasta 0,1 % p/p.

35 Las composiciones a base de aerosol comprenden de manera deseable además un adyuvante de la suspensión, algunas veces llamado un agente de volumen, el cual es normalmente una sílice en polvo o una arcilla estratificada, tal como una hectorita, bentonita o montmorillonita. La arcilla estratificada es opcionalmente tratada en superficie hidrofóbicamente. Las arcillas tratadas en superficie particularmente adecuadas están disponibles con la marca comercial Bentone, tal como Bentone 38. El adyuvante de la suspensión frecuentemente constituye desde 0,5 hasta 6 % en peso, en particular desde 1,5 hasta 5,5 % en peso, de la composición de aerosol de base. Las composiciones de aerosol de base también pueden contener deseablemente un adyuvante de hinchamiento para favorecer el hinchamiento de la arcilla estratificada, frecuentemente seleccionada en una proporción desde 0,005 hasta 0,5 % en peso de la composición de aerosol de base y en particular en una proporción en peso respecto a la arcilla desde 1:10 hasta 1:75. Los adyuvantes del hinchamiento adecuados incluyen especialmente carbonato de propileno y citrato de trietilo.

45 Las composiciones de invención del presente documento pueden contener adicionalmente un polímero soluble en agua que comprende un grupo de ácido de Bronsted que coopera sinérgicamente con el componente activo antitranspirante de aluminio o aluminio/circonio para intensificar la eficacia antitranspirante. En el documento US6616921 se hace referencia a este tipo de material como un co-gelificante (debido a que ayuda al componente activo antitranspirante a gelificar en poros ecrinos) y se describe en el presente documento. Ejemplos preferidos de tal co-gelificante son polímeros que tienen un peso molecular de al menos 50.000 derivados al menos en parte de ácido maleico o anhídrido maleico, tal como Gantraz™ AN119, AN139 o AN169. El co-gelificante se selecciona frecuentemente en una proporción en peso respecto a la sal de aluminio o aluminio/circonio desde 1:15 hasta 1:2.

55 Las composiciones de la presente memoria pueden comprender opcionalmente una o más fragancias no encapsuladas, por ejemplo, en un % en peso desde 0,01 hasta 4 % de la composición y en particular desde 0,1 hasta 1,5 %. La fragancia no encapsulada es incorporada deseablemente en la composición en una proporción en peso respecto al encapsulado sensible al cizallamiento en el rango desde 5:1 hasta 1:5. La fragancia no encapsulada puede ser creada a partir de la misma paleta de materiales de perfume descritos antes. La fragancia no encapsulada puede ser, si se desea, la misma que o similar a la fragancia encapsulada, aunque frecuentemente es más atractivo si las dos fragancias son diferentes, debido a que esto minimiza el grado en el cual la nariz se ha vuelto desensibilizada al perfume. La elección de las diversas fragancias y las diferencias entre ellas, tal como la

proporción de notas superiores, es principalmente una cuestión de juicio estético.

De manera adicional o alternativa a la fragancia no encapsulada, si se desea, las composiciones del presente documento pueden comprender fragancia encapsulada en una cubierta sensible al agua, de manera que cuando una persona suda, la excreción acuosa rompe la cubierta liberando la fragancia. Tales encapsulados sensibles al agua son descritos por ejemplo en el documento EP0303461. De manera adicional o alternativa, las composiciones del presente documento pueden comprender un oligosacárido cíclico, tal como ciclodextrinas, incluyendo α o β ciclodextrina, cada una opcionalmente sustituida por un grupo metil o hidroxil-propilo que se asocia reversiblemente con la fragancia libre. Tales materiales son descritos en el documento EP1289484. La composición puede contener el encapsulado de fragancia sensible al agua y/u oligosacárido cíclico en una cantidad desde 0,1 % hasta 4 % en peso de la composición.

La proporción en peso entre encapsulado sensible al cizallamiento y encapsulado sensible al agua y/u oligosacárido cíclico se selecciona frecuentemente en el rango desde 5:1 a 1:5.

Las composiciones de invención, sean la composición completa para su uso en aplicadores de contacto o la composición de base para mezcla con un propelente para composiciones de aerosol, deseablemente están sustancial o totalmente libres de alcoholes monohídricos de cadena corta, solubles en agua (comúnmente reconocidos como hasta C_6) y en especial etanol. Sustancialmente en este contexto indica una proporción de menos de 5 % y preferentemente menos de 1 % en peso de la composición completa o de base respectiva.

En el presente documento, a menos que el contexto lo demande de otra manera, todos los pesos, % y otros números pueden ser calificados por el término "aproximadamente".

Las composiciones de la invención pueden fabricarse mediante los procedimientos descritos en el presente documento. Sin embargo, es especialmente deseable que las cápsulas de fragancia sean incorporadas en la composición con mezclado suave, a una velocidad y entrada de energía que no dañe las cápsulas y por la misma razón, posteriormente la composición no es sometida a cizallamiento o mezclado intenso.

Una secuencia de procedimiento conveniente para fabricar una composición de barra o sólido blando de acuerdo con la presente invención comprende primero formar una solución de la combinación de estructurante en el líquido inmiscible en agua o uno de los líquidos inmiscibles en agua. Esto se realiza normalmente al agitar la mezcla a una temperatura suficientemente alta para que todos los estructurantes se disuelvan (la temperatura de disolución), tal como una temperatura en un rango desde 70 hasta 140 °C. Cualquier adyuvante cosmético soluble en aceite puede ser introducido en la fase oleosa, ya sea antes o después de la introducción de los gelificantes. Sin embargo, el aceite de fragancia, ya sea encapsulado o libre, comúnmente es el último ingrediente a ser incorporado en la composición, después del componente activo antitranspirante teniendo en cuenta su sensibilidad frecuentemente a la temperatura elevada. Comúnmente, se permite que la solución estructurante resultante se enfríe a una temperatura que es intermedia entre aquella a la cual los gelificantes se disuelven y la temperatura a la cual se solidificaría, frecuentemente alcanzando una temperatura en la región de 60 a 90 °C.

En las mismas rutas, los aceites vehículo pueden ser mezclados juntos antes de la introducción de los gelificantes y el componente activo antitranspirante o desodorante. En otras rutas preparatorias, es deseable disolver todos o una fracción de los gelificantes y en especial los gelificados de amido en una primera fracción de la composición, tal como un alcohol alifático ramificado, por ejemplo alcohol isoestearílico u octildodecanol, opcionalmente conjuntamente con un alcohol que tiene alguna miscibilidad en agua y punto de ebullición superior a la temperatura de disolución del gelificante de amido en el fluido alcohólico. Esto permite evitar que el resto de los fluidos vehículo sean calentados a la temperatura a la cual los estructurantes se disuelven o funden. Tal procedimiento implica comúnmente mezclar las fracciones intensamente en, por ejemplo, un "Sonolator™". En las composiciones de invención, lo más deseablemente es introducir las cápsulas de fragancia después de cualquier etapa de mezclado intenso. La proporción entre los fluidos vehículo para disolver los estructurantes frecuentemente es desde 25 hasta 50 % en peso de los fluidos vehículo.

En dichas otras rutas preparatorias, el material particulado es introducido preferentemente en una segunda fracción de los aceites vehículo, por ejemplo, aceites de silicona y/o éster y/o hidrocarburo y posteriormente la primera fracción que contiene estructurante disuelto y la segunda fracción que contiene material particulado suspendido se mezclan a una temperatura superior a la que la composición gelifica, y frecuentemente de 5 °C a 30 °C por encima de la temperatura de solidificación regular de la composición, llenándose los recipientes de dispensado y enfriándose o dejando que se enfríen a temperatura ambiente. El enfriamiento puede producirse simplemente dejando que el recipiente y los contenidos se enfríen. El enfriamiento puede ser asistido mediante soplado de aire ambiente o incluso aire refrigerado sobre los recipientes y sus contenidos.

Las composiciones de roll-on en suspensión del presente documento pueden fabricarse cargando primero un recipiente de mezclado equipado con medios de agitación, tales como un agitador o un circuito de reciclado con los aceites de manera simultánea o secuencial, y posteriormente cargar el recipiente con el ingrediente activo antitranspirante/desodorante, el espesante y cualquier ingrediente opcional y calentar la composición hasta el grado necesario para disolver cualquier espesante orgánico en la mezcla de aceites. Posteriormente, se descarga la

composición de fluido resultante en dispensadores de roll-on a través de la parte superior abierta y se inserta la bola (o más inusualmente un rodillo cilíndrico) y se ajusta l tapa.

5 Los productos de aerosol del presente documento comprenden una composición de base que comprende un componente activo antitranspirante y/o desodorante suspendido en una mezcla de aceites junto con las cápsulas de fragancia, agente de suspensión e ingredientes opcionales que se mezclan con un propelente, comúnmente en una proporción en peso entre mezcla y propelente desde 1:1 a 1:15 y en muchas formulaciones desde 1:3 a 1:9. El propelente es comúnmente un gas comprimido o un material que hierve por debajo de la temperatura ambiente, preferentemente por debajo de 0 °C y en especial por debajo de -10 °C. Ejemplos de gases comprimidos incluyen nitrógeno y dióxido de carbono. Ejemplos de materiales de punto de ebullición bajo incluyen dimetiléter, alcanos de 10 C₃ a C₆, incluyendo en particular propano, butanos e isobutano, opcionalmente que contienen además una fracción de pentano o isopentano, o en especial para su uso en los EE.UU. el propelente es seleccionado de hidrofluorocarburos que contienen de 2 a 4 carbonos, al menos un hidrógeno y 3 a 7 átomos de flúor.

15 Los productos de aerosol pueden fabricarse de una manera convencional al fabricar primero una composición de base, cargar la composición en el recipiente de aerosol, introducir opcionalmente la fragancia en el recipiente después de la composición de base, (adición de llenado tardía), ajustar un montaje de válvula en la boca del recipiente, sellar así la última y posteriormente cargar el propelente en el recipiente a una presión deseada, y finalmente ajustar un accionador en o sobre el conjunto de válvula junto con una tapa protectora si el recipiente no emplea la atomización a través de la tapa protectora.

20 Habiendo resumido las composiciones de acuerdo con la presente invención y habiendo descrito las realizaciones preferidas descritas, las realizaciones específicas de la misma serán descritas ahora con más detalle a manera de ejemplo solamente.

Ejemplos

En el Ejemplo de comparación A y Ejemplos 1 a 3, se ilustra la lixiviación en diferentes aceites.

25 Las cápsulas E1 y E2 empleadas en el presente documento comprendían una cubierta hecha a partir de un coacervado complejo de gelatina con respectivamente goma arábica o carboximetilcelulosa, reticulada con glutaraldehído que rodea un núcleo líquido que comprende una mezcla compleja de componentes de perfume que comprende limoneno, linalool, α-metil ionona, lialial, hexil salicilato y etilen brasilato. Encapsulados similares a E1 pueden fabricarse de acuerdo con el procedimiento del documento WO2006056096 y a E2 en el documento US6106875 respectivamente. Las características de las cápsulas E1 y E2 son resumidas a continuación.

Encapsulado	E1	E2
% en peso de aceite de núcleo/fragancia	85/40	80/80
Tamaño de partícula D[4,3]	48,4 μm	50,7 μm
Espesor de cubierta medido	0,3-0,65 μm	0,25-0,6 μm
DR	58:1 – 40:1	100:1 – 60:1
Dureza Hysitron	4,05 MPa	4,88 MPa
Módulo elástico reducido aparente	24,1 MPa	27,5 MPa

30 El tamaño de partícula promedio: D[4,3] de las cápsulas después de la dispersión en silicona volátil (ciclopentadimeticona) fue obtenido usando un Malvern Mastersizer 2000 con los siguientes parámetros.

- RI del dispersante = 1,397
- Velocidad de mezclador de módulo de dispersión = 2100 rpm
- 35 • Modelo de cálculo de resultado = propósito general
- Sensibilidad de cálculo = normal
- Forma de partícula = esférica

40 El espesor de l cubierta para E1 fue medido para partículas de diámetro de 19-38 μm y para E2 de 25-35 μm de diámetro. DR es la proporción de diámetro de partícula promedio : espesor de cubierta medido. La dureza (dureza Hysitron) y el Módulo elástico reducido aparente en el presente documento son aquellos medidos mediante el siguiente procedimiento:

Una gota de una dispersión de las cápsulas en agua desmineralizada se coloca sobre una pieza de oblea de silicio y se deja secar dejando atrás microencapsulados discretos para análisis mecánico.

45 La oblea secada es ajustada en el Tribo-penetrador Hysitron y se mapea espacialmente usando el sistema óptico del instrumento para identificar un perímetro alrededor de la muestra.

5 El cabezal del Tribo-penetrador está equipado con una punta de Berkovich, una pirámide de tres lados, la cual comprime cápsulas individuales. Se coloca una sola cápsula directamente bajo la punta de penetrador. El instrumento es programado para realizar una penetración al comprimir la muestra con una fuerza de contacto inicial de 75 µN, durante 10 segundos, seguido por una etapa de mantenimiento de la posición durante 1 segundo y una etapa de descompresión durante 10 segundos. El instrumento logra una carga muy pequeña (normalmente alrededor de 15-30 µN). La dureza Hysitron (H en MPa) y el módulo elástico reducido (Er en MPa) son calculados a partir de la etapa de relajación de los datos de deflexión de fuerza usando las siguientes ecuaciones.

$$H = \frac{W}{A}$$

10 W = fuerza de compresión
A = área de contacto ($A \approx 24,56 h_c^2$)

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2\gamma \sqrt{A}}$$

S = rigidez de contacto (dW/dh₊)
h₊ = profundidad de penetración total
γ = 1,034

15
$$h_c = h_t - \kappa \frac{W}{S}$$

K = 3/4
h_c = profundidad de contacto

Los resultados son promedios de un mínimo de 20 mediciones hechas en cápsulas con un tamaño de partícula de D[4,3] +/- 20 %.

20 Las cápsulas, (2,5 g para E1 y 1,25 g para E2), fueron suspendidas en el aceite o mezcla de aceites respectivo (peso de suspensión total de 100 g) en un conjunto de tarros de vidrio sellados al agitar suavemente hasta que se obtuvo una mezcla homogénea. Cada tarro sellado fue almacenado en una cámara controlada de temperatura a 45 °C hasta que la concentración de los materiales de fragancia representativos en los aceites en ese tarro fue medida. Un tarro fue medido al inicio del ensayo y un nuevo tarro del conjunto fue abierto recientemente después del intervalo durante el período de almacenamiento declarado en las Tablas más adelante. Los encapsulados fueron separados del aceite vehículo usando un filtro de jeringa equipado con una membrana de nylon de 2 µm. El aceite o aceites vehículo libres de encapsulado, separados, fueron analizados mediante espectrometría de masas-cromatografía de gases (GCMS) empleando 5 % p/p de solución de la muestra y patrones en etanol, usando el modo de exploración completo de la GCMS. El gas vehículo fue helio. La identificación de los componentes de fragancia representativos empleó 6 picos a través del espectro que identificaban esos componentes y fueron discernibles sin importar el o los aceites vehículo. El grado de lixiviación se calculó por comparación en una manera convencional de los picos medidos y los patrones. Los resultados son tabulados a continuación.

El Ejemplo de comparación A y Ejemplos 1 a 3 emplearon encapsulado E1.

El aceite en el Ejemplo de comparación A fue un aceite de silicona volátil, DC245™ obtenible de Dow Corning Inc.

	Comp. A	Ej 1	Ej 2	Ej 3
Composición de aceite	Sil vol	Éster	Éter	mezcla
Material de fragancia	% de grado de lixiviación después de 12 semanas			
Limoneno	19	1	1	3
Linalool	71	0	3	2
α-metil ionona	8	2	1	5
Lilial	14	1	0	3
Hexil salicilato	15	3	1	4
Étilen brasilato	9	2	3	3

35 El aceite en el Ejemplo de comparación A fue un aceite de silicona volátil, DC245™ obtenible de Dow Corning Inc. El aceite en el Ejemplo 1 fue benzoato de alquilo C₁₂₋₁₅, obtenible con el nombre comercial Finsolv TN de Finetex. El aceite en el Ejemplo 2 fue el material INCI denominado PPG-14 butil éter disponible de Amerchol con el nombre comercial Fluid AP.

40 En el Ejemplo 3, el aceite empleado fue una mezcla de aceites que consiste en aceite de silicona volátil, DC245, el

benzoato de alquilo C₁₂₋₁₅, Finsolv TN y el material INCI denominado PPG-14-butilo, Fluid AP en una proporción en peso de 54,2 : 28:1 : 17,8.

5 A partir del Ejemplo de comparación A, es evidente que los materiales de fragancia sufrieron lixiviación en el aceite vehículo, especialmente linalool y en un grado notable limoneno y lillial. También la diferencia en el grado y velocidad de lixiviación entre los componentes de fragancia es tan grande como para alterar el equilibrio de la fragancia residual dentro de 12 semanas.

A partir de cada uno de los Ejemplos 1 a 3, puede observarse que el grado promedio de lixiviación de los materiales de fragancia fue mucho menor que en el Ejemplo de comparación 1, no existiendo una gran disparidad marcada entre linalool y las fragancias representativas en ningún grado substancial.

10 **Ejemplo de comparación B y Ejemplo 4**

El Ejemplo de comparación B y el Ejemplo 4 repitieron el Ejemplo de comparación A y Ejemplo 3 respectivamente, pero empleando encapsulado E2.

	Comp B	Ej 4
Composición de aceite	Sil vol	Mezcla
Material de fragancia	% de grado de lixiviación después de 12 semanas	
Limoneno	14	11
Linalool	19	12
α-metil ionona	21	14
Lillial	26	10
Hexil salicilato	35	15
Etilen brasilato	29	13

15 El Ejemplo 4 demuestra una reducción en la velocidad y grado de lixiviación de los componentes de perfume del encapsulado E2 comprado con el Ejemplo de comparación B.

En los siguientes Ejemplos, los ingredientes empleados son como sigue:

Ingrediente	Nombre o nombre comercial	Proveedor
Ciclometicona ¹	DC 245	Dow Corning Inc
Aceite de éster 1 ²	benzoato de alquilo C12-15/Finsolv TN	Finetex
Aceite de éster 2 ³	Miristato de isopropilo/Estol 1512	Uniqema
Aceite de éster 3	benzoato de 2-fenil etilo Finsolv SUN	Finetex
Aceite de éter	INCI PPG-14-butil éter/ Fluid AP	Ucon Inc
Dimeticona	Dow Corning Fluid 200 (350 cSt)	Dow Corning Inc
Alcohol ramificado ⁴	Alcohol isoestearílico/Prisorine 3515	Uniqema
Alcohol estearílico ⁵	Lorol 18	Cognis
Cera de éster 1 ⁶	Cera de ricino Castorwax MP80	casChem Inc
Cera de éster 2 ⁷	Estearato/behenato de alquilo Kester Wax 82N	Koster Keunen
Cera de éster 3	Cera de triglicéridos/ Synchrowax HGL-C	Croda Ltd
Cera de hidrocarburo 1	Polietileno/ Performalene 400	New Phase Technologies (Baker Petrolite)
Cera de hidrocarburo 2	Cera de parafina SP173P	Strahl & Pitsch
Polímero de hidrocarburo	Copolímero de bloques de estireno-etileno/butileno-estireno/ Kraton G1650E	Kraton Polymers

(continuación)

Ingrediente	Nombre o nombre comercial	Proveedor
SMGA 1	Di-n-butilamida de ácido N-(2-etil hexanoil)-L-glutámico	Ajinomoto
SMGA 2	Di-n-butilamida de ácido N-lauroil-L-glutámico GP1	Ajinomoto
SMGA 3	Acido 12-hidroxiesteárico	CasChem
Elastómero de silicona	10 % p/p en ciclometicona DC9040	Dow Corning Inc
Sílice ahumado	Sílice ahumado Cab-o-sil	Cabot
Arcilla estratificada	Hectorita tratada/ Bentone 38	Rheox Inc
Adyuvante de hinchamiento	Carbonato de propileno	
ACH	Clorhidrato de aluminio Micro Dry	Reheis Inc
AACH	Clorhidrato de aluminio activado A296	B K Giuliani GmbH
AZAG	Tetraclorohidrex-Gly de aluminio circonio Reach 908	Reheis Inc
E1	Como se describe antes	
E2	Como se describe antes	
ES3	Encapsulado de almidón	Givaudan
Fragancia libre		Fragrance House
Propelente	Propano, butano e isobutano CAP40	Calor Gas Ltd.
Pies de página ¹ DC245 puede reemplazarse completa o parcialmente por DC246 o DC345™ ² Finsolv TN puede reemplazarse completa o parcialmente por Finsolv TPP™ ³ EStol 1512 puede reemplazarse completa o parcialmente por Estol 1517™ ⁴ Prisorine 3515 puede reemplazarse completa o parcialmente por Eutanol G16™, (Cognis) ⁵ Lorol 18 puede reemplazarse parcialmente (hasta 50 %) por Lanette 16™ y/o Lanette 22™ ⁶ Castorwax MP80 puede reemplazarse completa o parcialmente por Castorwax MP90™ ⁷ Kester Wax 62 puede reemplazarse completa o parcialmente por Kester Wax 69H		

Ejemplos 5 a 10

- 5 En estos Ejemplos, los productos de barra se fabrican llenando un dispensador que comprende un óvalo de barril en sección transversal que tiene una base y una parte superior abierta cubierta por una tapa, una plataforma de ajuste cómodo dentro del barril en una posición intermedia entre la base y la parte superior y medios de avance para la plataforma montada bajo la base, comprendiendo dicho medio una rueda de rotor y un huso roscado unido que se acopla a una rosca cooperante en la plataforma con una composición resumida en la Tabla a continuación. Las composiciones de barra resumidas se fabrican mediante el siguiente procedimiento general.
- 10 El o los aceites seleccionados son cargados en la proporción de peso deseada en un recipiente, el gelificante o mezcla de gelificantes deseados en la proporción de peso deseada son introducidos y la mezcla resultante es agitada con un agitador de energía adecuada o mediante circulación a través de un circuito de recirculación, y se calienta hasta que se alcanza una temperatura a la cual el gelificante o todos los gelificantes se han disuelto en los aceites. Para las ceras, esa temperatura está comúnmente en el rango desde 75 hasta 90 °C. Para los SMGA,
- 15 dependiendo del SMGA particular, esa temperatura es frecuentemente desde 90 hasta 120 °C. Posteriormente, se permite que la mezcla se enfríe de 5 a 15 % y la proporción en peso deseada de particulados diferentes de la fragancia encapsulada (incluyendo en particular el componente activo antitranspirante) son introducidos con agitación continuada. La mezcla es enfriada o se permite que se enfríe a una temperatura de aproximadamente 5 a
- 20 10 °C por encima de la temperatura de solidificación normal de la composición (la cual ha sido determinada en un ensayo previo). Finalmente, con agitación suave, la fragancia encapsulada y cualquier fragancia no encapsulada (libre) es introducida y la composición todavía móvil es cargada en el dispensador.

Formulaciones de barra

Ejemplo N.º	5	6	7	8	9	10
Ingrediente	Partes en peso					
Ciclometicona	34,0	26,0	47,5	25,0		37,5
Aceite de éster 1	6,0	15,0		17,5		10,0
Aceite de éster 2	6,0					
Aceite de éster 3					53,15	
Aceite de éter	10,0	9,5	15,0	15,5		5,0
Dimeticona			5,0	1,0		
Alcohol ramificado					11,45	14,0
Alcohol estearílico	15,5	18,0				
Cera de éster 1	4,0	3,5				
Cera de éster 2			10,0			
Cera de hidrocarburo 1		1,0		8,0		
Cera de hidrocarburo 2				6,0		
Polímero de hidrocarburo					5,9	
SMGA 1					2,5	
SMGA 2					2,5	2,5
SMGA 3						7,0
SMGA 4						
ACH	24,0					
AACH			20,0			22,0
AZAG		24,0		24,5	22,5	
E1		1,5	1,5			2,0
E2	0,5			2,0	1,0	
ES3				0,5		
Fragancia libre		1,5	1,0		1,5	

Ejemplos 11 a 13 y 15 a 17

5 En los Ejemplos 11 y 12, se fabrican formulaciones de roll-on o sólido blando. Las formulaciones de sólido blando son cargadas en un dispensador que tiene su parte superior cubierta por una cúpula con aberturas estrechas. La fabricada con un gelificante de cera se fabrica mediante un procedimiento similar al de las formulaciones de barra, siendo insuficiente la cantidad para producir una barra dura. La fabricada usando un agente espesante de sílice comprende agitar una suspensión de todos los ingredientes en un recipiente a una temperatura en el rango de 25 hasta 50 °C hasta que se obtiene una suspensión homogénea y posteriormente llenar la parte superior en el dispensador y colocar la cúpula en la boca.

10 En el Ejemplo 13, una formulación de roll-on se fabrica mediante un procedimiento similar al Ejemplo 12, empleando menos espesante.
En el Ejemplo 14, la formulación de roll-on es absorbida en una tela de aplicador no tejido.

15 En los Ejemplos 15 a 17, un producto de aerosol se fabrica mediante el siguiente procedimiento general. Todos los ingredientes de la composición de base (es decir, todos excepto el propelente) se mezclan en un recipiente a temperatura ambiente hasta que se obtiene una mezcla homogénea. Entonces, la composición de base es cargada en un recipiente de aluminio preformado, una taza de válvula que soporta una válvula de la cual depende un tubo de inmersión es engarzado en su lugar y el propelente es cargado en el recipiente a través de la válvula. Posteriormente, un accionador es colocado por arriba del vástago de la válvula que se extiende hacia arriba desde la

20 válvula.

ES 2 632 517 T3

Ejemplo N.º	11	12	13	15	16	17
Ingrediente	Partes en peso					
Ciclometicona	32,5	32,0	54,5	7,0	2,79	5,6
Aceite de éster 1	14,0	10,0	15,0	5,0		1,0
Aceite de éster 2	7,5			2,3		
Aceite de éter		5,0	10,0		3,0	
Dimeticona	8,0	7,0	2,0	3,0		
Cera de éster 3	3,25					
Cera de hidrocarburo 2	3,25					
Elastómero de silicona	4,0					
Sílice ahumado		5,0	1,5	0,4		
Arcilla estratificada				1,25	0,5	0,5
Adyuvante de hinchamiento				0,05	0,01	
ACH			15,0	10,0		
AACH		12,0			5,0	5,0
AZAG	25,0	12,0				
Propelente				70,0	87,0	87,0
E1	1,5		1,0	0,5	0,6	
E2		1,5				0,3
ES3	0,5	0,5			0,1	
Fragancia libre	0,5		1,0	0,5	1,0	0,6

REIVINDICACIONES

1. Una composición antitranspirante anhidra que comprende un componente activo antitranspirante particulado, cápsulas de perfume sensibles a la fricción de particulado seco, insolubles en agua, que comprenden una cubierta de gelatina reticulada, y
- 5 un vehículo líquido del componente activo antitranspirante particulado y cápsulas de perfume que comprenden al menos un aceite inmiscible en agua en el que el aceite inmiscible en agua comprende un aceite de éter inmiscible en agua y/o un aceite de éster inmiscible en agua o una mezcla de los mismos, siendo aportado más del 5 % en peso de dicho aceite vehículo por los aceites de éster y éter y el aceite vehículo
- 10 líquido y el aceite inmiscible en agua son líquidos a 20 °C.
2. Una composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la cual el aceite inmiscible en agua comprende al menos 20 % en peso de un éster aromático.
3. Una composición de acuerdo con la reivindicación 2, en la cual el éster aromático comprende un benzoato de alquilo.
- 15 4. Una composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la cual el aceite inmiscible en agua comprende al menos 20 % en peso de un derivado de alquil éter C3-C6 de óxido de polipropileno.
5. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la cual el aceite inmiscible en agua comprende desde 1 hasta 80 % en peso de aceite de silicona volátil.
- 20 6. Una composición de acuerdo con la reivindicación 5, en la cual la proporción del aceite de silicona volátil es desde 30 hasta 70 % en peso del aceite inmiscible en agua.
7. Una composición de acuerdo con la reivindicación 5 o 6, en la cual el aceite inmiscible en agua comprende hasta 5 % en peso de un aceite de triglicérido.
8. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la cual el aceite inmiscible en agua comprende hasta 5 % en peso de un aceite de fragancia no encapsulado o mezcla de aceites de fragancia.
- 25 9. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, la cual comprende desde 10 hasta 26 % en peso del componente activo antitranspirante, desde 0,1 hasta 5 % en peso de las cápsulas de perfume sensibles a la fricción insolubles en agua, desde 30 hasta 60 % en peso de los aceites inmiscibles en agua y desde 4 hasta 25 % en peso de un agente solidificante.
- 30 10. Una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, la cual comprende además un propelente.
11. Una composición de acuerdo con la reivindicación 10, la cual comprende una composición de base que comprende el componente activo antitranspirante, la fragancia encapsulada y el aceite inmiscible en agua, siendo la proporción entre la composición de base y el propelente desde 1:1 hasta 1:15 en peso.
- 35 12. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la cual el material de fragancia dentro de las cápsulas de fragancia comprende linalool y/o limoneno.
13. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, la cual está libre de etanol.