

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 738 399

(51) Int. CI.:

A61Q 15/00 (2006.01) A61K 8/26 (2006.01) A61K 8/04 (2006.01) A61K 8/31 (2006.01) A61K 8/41 (2006.01) A61K 8/44 (2006.01) A61K 8/20 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

22.10.2015 PCT/EP2015/074529 (86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional:

(87) Fecha y número de publicación internacional: 06.05.2016 WO16066528

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 22.10.2015 E 15784070 (3) 22.05.2019

(54) Título: Composiciones antitranspirantes anhidras en aerosol

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea:

(30) Prioridad:

27.10.2014 EP 14190530

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 22.01.2020

(73) Titular/es:

UNILEVER NV (100.0%) Weena 455 3013 AL Rotterdam, NL

(72) Inventor/es:

COURT, DUNCAN, ALEXANDER; FRANKLIN, KEVIN, RONALD y WATERFIELD, PHILIP, CHRISTOPHER

EP 3212296

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

DESCRIPCIÓN

Composiciones antitranspirantes anhidras en aerosol

5

10

20

30

35

40

45

50

La presente invención se refiere a composiciones antitranspirantes y a procedimientos de preparación de las mismas. En particular, se refiere a composiciones anhidras en aerosol que comprenden principios activos antitranspirantes básicos de cloruro de aluminio (en la presente memoria, BAC).

Ciertos principios activos BAC activados están disponibles comercialmente y su preparación y uso se divulgan en numerosas publicaciones.

Tradicionalmente, las muestras de BAC activadas se han preparado mediante un calentamiento prolongado de soluciones de BAC seguido de secado por pulverización; véase, por ejemplo, el documento US 4.359.456 (Gosling). Las muestras preparadas mediante este procedimiento debían formularse en composiciones esencialmente anhidras con el fin de que el antitranspirante mantuviese su alta actividad.

Las muestras de BAC activadas se han preparado también usando ácidos cálcicos solubles en agua, en particular con un complemento adicional, tal como un aminoácido, ácido hidroxílico o betaína. Algunas de estas muestras podrían formularse en composiciones acuosas sin que el antitranspirante pierda toda su actividad mejorada.

15 El documento EP 1.104.282 (Gillette) divulga un medio para producir muestras de BAC activadas usando una sal de calcio soluble en agua y un aminoácido o un hidroxiácido.

El documento US 6.911.195 (Gillette) divulga geles de emulsión agua-en-aceite que comprenden sales antitranspirantes de aluminio-zirconio activadas usando iones de calcio.

El documento US 5.955.065 (Gillette) divulga formulaciones de suspensiones anhidras que comprenden BAC en partículas y sales antitranspirantes de aluminio-zirconio activadas usando iones de calcio.

El documento US 6.942.850 (Gillette) divulga una composición alcohólica acuosa que comprende sales antitranspirantes de aluminio y circonio activadas usando iones de calcio.

El documento WO 2009/044381 (P&G) divulga barras de emulsión agua-en-aceite que comprenden BAC y sales antitranspirantes de aluminio-zirconio activadas usando iones de calcio.

El documento US 7.704.531 (Colgate) divulga composiciones que comprenden un sistema activo preparado combinando una sal de aluminio o aluminio-zirconio, una sal de calcio y una betaína.

El documento US 2011/0038823 (Dial/Henkel) divulga barras de emulsión agua-en-aceite que comprenden un activo antitranspirante preparado combinando BAC, cloruro de calcio y glicina.

Cada uno de los documentos US 2007/196303, US 2007/0020211, WO 2008/063188, US 2008/0131354 y US 7.087.220 (Summit y Reheis) divulga procedimientos de producción de sales antitranspirantes activadas por calcio.

Los documentos WO 2009/075678. WO 2009/076592. WO 2011/016807. WO 2012/060817. WO 2012/061280. WO 2012/148480 y WO 2012/148481 (Colgate) divulgan la fabricación de sales antitranspirantes activadas mediante la neutralización del cloruro de aluminio con hidróxido de calcio en presencia de glicina. El documento GB2113116 divulga un aerosol que comprende sesquiclorohidrato de aluminio, glicina, silicona 251 (SWS; componente de aceite), sílice R-972 (agente de suspensión), isobutano (propelente). El documento US2003215399 muestra una composición antitranspirante anhidra que comprende sesquiclorohidrato de aluminio, un propelente y un aceite. El documento US2005163737 divulga una composición antitranspirante anhidra que comprende clorhidrato de aluminio (siendo una posible alternativa sesquiclorohidrato de aluminio), pidolato de zinc, miristato de isopropilo (agente de suspensión), ciclopentasiloxano (aceite), isobutano (propelente). El documento US4359456 se refiere a una composición antitranspirante que comprende el 1-12% en peso de dicho compuesto de aluminio básico en forma de polvo, el 0,1-5% en peso de un agente de suspensión, el 1-15% en peso de un líquido vehículo; el 70-96% en peso de un propelente. El documento US2011038823 demuestra un producto de emulsión antitranspirante que comprende una emulsión agua-en-aceite que tiene una fase acuosa y una fase oleosa, en la que la fase acuosa comprende un sistema activo de sesquiclorohidrato de aluminio activado y la fase oleosa comprende cetil PEG/PPG-10/1 dimeticona y un vehículo hidrófobo, que contiene además una sal de calcio y glicina.

La presente invención se refiere particularmente a composiciones de BAC que comprenden sesquiclorohidrato de aluminio (en la presente memoria ASCH) de fórmula química Al₂OH_{4,4}Cl_{1,6} a Al₂OH_{4,9}Cl_{1,1}. Este material está disponible comercialmente, pero su formulación y su uso descritos en la presente memoria son nuevos y proporcionan beneficios inesperados.

ES 2 738 399 T3

En un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición antitranspirante anhidra en aerosol que comprende un sistema activo antitranspirante en partículas, un agente de suspensión, aceite portador y gas propelente licuado, caracterizado por que el sistema activo antitranspirante en partículas comprende un sesquiclorohidrato de aluminio de fórmula Al₂OH_{4,4}Cl_{1,6} a Al₂OH_{4,9}Cl_{1,1} activado con una sal de calcio soluble en agua según la reivindicación 1.

5

10

15

25

30

45

50

En un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento de fabricación de una composición según el primer aspecto de la invención.

En un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento de obtención de un beneficio antitranspirante que comprende la aplicación tópica a la superficie del cuerpo humano de una composición según el primer aspecto de la invención.

La elección de la sal de BAC usada es crítica para el éxito de la presente invención. Los presentes inventores han encontrado que se obtienen resultados sorprendentemente buenos con el uso de sales de BAC denominadas comúnmente sesquiclorohidrato de aluminio (en la presente memoria, ASCH) que tienen la fórmula química Al₂OH_{4,9}Cl_{1,1}. La mayoría de las muestras ASCH comerciales tienen la fórmula química Al₂OH_{4,9}Cl_{1,1} y es preferente el uso de sales de BAC de esta fórmula.

Los resultados sorprendentemente buenos a los que se ha hecho referencia en el párrafo anterior incluyen un rendimiento antitranspirante sorprendentemente bueno. Además, las composiciones preparadas según la presente invención tienen una estabilidad de almacenamiento notable, manteniendo su buen rendimiento durante muchos meses.

La sal de BAC usada en la presente invención tiene una relación molar de aluminio a cloruro de 1,25:1 a 1,82:1 y preferentemente de 1,54:1 a 1,82:1.

La presente invención implica la "activación" de ASCH por una sal de calcio soluble en agua y preferentemente un aminoácido.

Con el fin de que el ASCH se active, es importante tener suficiente calcio presente con relación a la cantidad de aluminio presente. La relación molar de calcio a aluminio es típicamente de al menos 1:40, preferentemente al menos 1:30 y más preferentemente al menos 1:20. No es ventajoso tener una concentración de calcio en exceso con relación a la concentración de aluminio, de hecho, es preferente que la concentración de calcio no sea superior a la mitad de la concentración de aluminio y es más preferente que no sea superior a una quinta parte de dicha concentración. Para las relaciones molares preferentes de calcio a aluminio de al menos 1:40 y al menos 1:20, es preferente, independientemente, que esta relación no sea mayor de 1:2 y más preferente que no sea mayor de 1:5.

En realizaciones particularmente preferentes, la relación molar de calcio a aluminio es al menos 1:15 y preferentemente no mayor de 1:5 y en realizaciones especialmente preferentes es al menos 1:10 y preferentemente no mayor de 1:5.

Una sal de calcio soluble en agua preferente para su uso en la presente invención es cloruro de calcio.

En la presente memoria, las referencias a las cantidades molares y las relaciones de "aluminio" se calculan en base al aluminio mono-nuclear, pero incluyen el aluminio presente en especies poli-nucleares; de hecho, la mayor parte del aluminio en las sales de relevancia está presente en especies poli-nucleares.

En realizaciones preferentes, se usa también un aminoácido para activar el ASCH. La relación molar de aminoácido a aluminio es de 1:5 a 1:1.

40 En realizaciones particularmente preferentes, la relación molar de aminoácido a aluminio es al menos 1:4 y preferentemente no mayor de 1:1 y en realizaciones especialmente preferentes es al menos 1:3 y preferentemente no mayor de 1:1.

La presencia tanto de calcio como de aminoácidos es altamente preferente para el éxito de la presente invención. En realizaciones preferentes, la relación molar de calcio a aluminio es al menos de 1:40 y la relación molar de aminoácido a aluminio es al menos de 1:20. En realizaciones preferentes adicionales, la relación molar de calcio a aluminio es al menos de 1:20 y la relación molar de aminoácido a aluminio es al menos de 1:10. En realizaciones particularmente preferentes, la relación molar de calcio a aluminio es de 1:20 a 1:5 y la relación molar de aminoácido a aluminio es de 1:10 a 1:1.

En ciertas realizaciones especialmente preferentes, la relación molar de calcio a aluminio es de 1:15 a 1:5 y la relación molar de aminoácido a aluminio es de 1:4 a 1:1. En estas realizaciones especialmente preferentes, se

ES 2 738 399 T3

obtiene un rendimiento ejemplar cuando la relación molar de calcio a aluminio es de 1:10 a 1:5 y la relación molar de aminoácido a aluminio es de 1:3 a 1:1.

Las preferencias indicadas anteriormente para la relación molar de calcio a aluminio y/o para la relación molar de aminoácido a aluminio conducen a composiciones de mayor contenido de Banda III (vide infra) y, en general, un mayor rendimiento antitranspirante. Cabe señalar que un mayor contenido de Banda III es generalmente indicativo de un mayor rendimiento antitranspirante.

5

10

20

30

40

45

50

El proceso de activación produce generalmente una mezcla de especies de aluminio que tiene un contenido relativamente alto de lo que se denomina comúnmente material de Banda III, tal como se determina mediante un análisis SEC (cromatografía de exclusión por tamaño). La técnica SEC empleada es bien conocida en la técnica y se describe más detalladamente en el documento US 4.359.456 (Gosling). La banda SEC, denominada comúnmente Banda III, se designa como "Peak 4" en el documento EP 1.104.282 B1 de Gillette.

En la presente memoria, "contenido de la Banda III" se refiere al área integrada en la región de la Banda III del cromatógrafo SEC con relación al área integrada total en todas las regiones correspondientes a las especies de aluminio; es decir, las Bandas I, II, III y IV.

En realizaciones preferentes de la invención, el sesquiclorohidrato de aluminio en el sistema activo antitranspirante en partículas tiene un contenido de Banda III de al menos el 40%; en realizaciones particularmente preferentes, el contenido de Banda III del sesquiclorohidrato de aluminio es de al menos el 55%.

En el proceso de activación y en el procedimiento de fabricación descrito en la presente memoria, es preferente que la mezcla de activación sea calentada suficientemente para que el contenido de Banda III de la especie de aluminio se convierta en al menos un 40% y más preferentemente en al menos un 55%.

En un procedimiento de fabricación según la invención, una solución acuosa de sesquiclorohidrato de aluminio de fórmula Al₂OH_{4,4}Cl_{1,6} a Al₂OH_{4,9}Cl_{1,1} es calentada con una sal de calcio soluble en agua para conseguir un contenido de Banda III de al menos el 40% antes de ser secado por pulverización para obtener un polvo que se formula posteriormente con un agente de suspensión, aceite portador y gas propelente licuado.

En un procedimiento de fabricación preferente según se ha descrito en el párrafo anterior, la solución de sesquiclorohidrato de aluminio y sal de calcio soluble en agua se calienta también con un aminoácido. En un aspecto particularmente preferente de este procedimiento, el sesquiclorohidrato de aluminio se calienta para conseguir un contenido de Banda III de al menos el 55%.

El sistema activo antitranspirante en partículas usado en la presente invención puede considerarse típicamente como una mezcla secada por pulverización de (i) sesquiclorohidrato de aluminio de fórmula Al₂OH_{4,4}Cl_{1,6} a Al₂OH_{4,9}Cl_{1,1} activado por cloruro de calcio y (ii) el cloruro de calcio usado para conseguir dicha activación. Preferentemente, el sistema activo antitranspirante puede considerarse como una mezcla secada por pulverización de (i) sesquiclorohidrato de aluminio de fórmula Al₂OH_{4,4}Cl_{1,6} a Al₂OH_{4,9}Cl_{1,1} activado por cloruro de calcio y un aminoácido y (ii) el cloruro de calcio y el aminoácido usado para conseguir dicha activación.

El polvo secado por pulverización producido a partir de la solución acuosa de una sal antitranspirante activada es el "sistema" activo antitranspirante en partículas según se describe en el primer aspecto de la invención.

El sistema activo antitranspirante en partículas tiene preferentemente un tamaño (D50) medio de partícula de al menos 6 micrómetros, más preferentemente al menos 17 micrómetros, y más preferentemente de 20 a 30 micrómetros. Se ha encontrado que dichas composiciones proporcionan un rendimiento antitranspirante sorprendentemente bueno.

En la presente memoria, los tamaños (D50) medios de partícula pueden medirse usando técnicas de dispersión de luz (láser), por ejemplo, usando un instrumento Mastersizer, que puede obtenerse de Malvern Instruments. Dichos instrumentos están configurados para producir un gráfico de volumen y se selecciona una lente según las instrucciones del fabricante para adaptarse a la distribución de tamaños de partícula esperada (o pueden ensayarse varias lentes hasta que se identifique la mejor lente). Las mediciones se realizan mediante procedimientos conocidos en la técnica.

El sistema activo antitranspirante en partículas se seca preferentemente por pulverización usando atomización rotatoria.

Las composiciones de la presente invención son anhidras, tienen menos del 1% en peso de agua libre y preferentemente menos del 0,1% en peso de agua libre.

ES 2 738 399 T3

En la presente memoria, "agua libre" excluye cualquier agua de hidratación asociada con la sal antitranspirante o con otro componente añadido a una composición particular, pero incluye el resto del agua presente.

Otros componentes no esenciales pueden incluirse también en las composiciones según la invención.

5

10

40

45

En la presente memoria, las cantidades y las concentraciones de ingredientes son porcentajes en peso de la composición total, a menos que se indique lo contrario y las relaciones son relaciones en peso, a menos que se indique lo contrario.

Un agente de suspensión es un componente esencial de las composiciones de la invención. Dichos agentes ayudan a la suspensión del sistema activo antitranspirante en partículas en la composición. Los agentes de suspensión preferentes son arcillas, particularmente arcillas modificadas hidrófobamente. Particularmente preferentes son las arcillas de hectorita o de bentonita modificadas hidrófobamente, y es especialmente preferente la hectorita de diesteardimonio (por ejemplo, Bentone 38V, de Elementis).

El agente de suspensión se emplea típicamente del 0,1 al 1,5% en peso de la composición total.

El carbonato de propileno puede emplearse también ventajosamente en las composiciones de la presente invención, típicamente del 0,001 al 0,1% en peso.

Un gas propulsor licuado es un componente esencial de las composiciones de la invención. Los gases propulsores licuados preferentes son hidrocarburos o gases de hidrocarburos halogenados (particularmente hidrocarburos fluorados tales como 1,1-difluoroetano y/o 1-trifluoro-2-fluoroetano) que tienen un punto de ebullición por debajo de 10°C y especialmente aquellos con un punto de ebullición por debajo de 0°C. Es especialmente preferente el empleo de gases de hidrocarburos licuados, y especialmente hidrocarburos C₃ a C₆, incluyendo propano, butano, isobutano, pentano e isopentano y mezclas de dos o más de los mismos. De estos propulsores especialmente preferentes, los más preferentes son isobutano, isobutano/propano, butano/propano y mezclas de propano, isobutano y butano.

El gas propulsor licuado es típicamente el componente principal de las composiciones en aerosol, que frecuentemente comprenden del 30 al 99% en peso y que comprenden preferentemente del 50 al 95% en peso.

Un componente esencial de las composiciones de la invención es un aceite portador. En realizaciones preferentes, este puede ser también un aceite de enmascaramiento, que sirve al propósito de reducir los depósitos visibles cuando la composición entra en contacto accidentalmente con la ropa, por ejemplo.

En la presente memoria, el término "aceite" significa un material orgánico insoluble en agua que es líquido a 20°C. Cualquier material que tenga una solubilidad menor de 0,1 g/100 g a 20°C se considera insoluble.

Un componente opcional preferente para su uso según la presente invención es un aceite de fragancia, a veces denominado, de manera alternativa, aceite de perfume. El aceite de fragancia puede comprender una única fragancia o componente, más comúnmente múltiples componentes de fragancia. En la presente memoria, los aceites de fragancia imparten un olor, preferentemente un olor agradable, a la composición. Preferentemente, el aceite de fragancia imparte un olor agradable a la superficie del cuerpo humano y la composición se aplica al mismo.

La cantidad de aceite de fragancia en la composición es comúnmente de hasta un 3%, de manera ventajosa, es de al menos un 0,5% y particularmente del 0,8% al 2%.

La cantidad total de aceite portador en la composición es preferentemente del 0,1 al 20%, más preferentemente del 0,5 al 10%, y más preferentemente del 2 al 8% en peso de la composición total. En ciertas realizaciones preferentes, el aceite portador está presente en más del 2,5% y en menos del 6% en peso de la composición total.

El aceite portador puede seleccionarse de entre cualquiera de los conocidos en la técnica, aunque son preferentes los aceites portadores hidrófobos.

Una clase de aceite portador preferente son los aceites de silicona, es decir, poliorganosiloxanos líquidos. Dichos materiales pueden ser cíclicos o lineales y los ejemplos incluyen los fluidos de silicona Dow Corning 344, 345, 244, 245, 246, 556 y las series 200; Union Carbide Corporation Silicones 7207 y 7158; y la silicona General Electric SF1202.

Los aceites portadores adecuados pueden seleccionarse de entre aceites de éteres alquílicos que tienen un punto de ebullición por encima de 100°C y especialmente por encima de 150°C, incluyendo éteres alquílicos de polialquilenglicol. Idealmente, dichos éteres comprenden entre 10 y 20 unidades de etilenglicol o propilenglicol y el

grupo alquilo contiene comúnmente de 4 a 20 átomos de carbono. Los aceites de éter preferentes incluyen éteres alquílicos de polipropilenglicol, tales como PPG-14-butiléter y PPG-15-estearil éter.

Los aceites portadores adecuados pueden incluir uno o más aceites de triglicéridos. Los aceites de triglicéridos comprenden comúnmente los restos alquilo de alcoholes C₇ a C₂₀ alifáticos, en los que el número total de átomos de carbono se seleccionan junto con el grado de insaturación olefínica y/o de ramificación para permitir que el triglicérido sea líquido a 20°C. Un ejemplo es el aceite de jojoba. De manera especialmente preferente, en el aceite de triglicéridos, los residuos de alquilo son grupos C₁₈ lineales que tienen uno, dos o tres grados de insaturación olefínica, estando dos o tres opcionalmente conjugados, muchos de los cuales pueden extraerse a partir de plantas (o sus análogos sintéticos), incluidos los triglicéridos de ácido oleico, ácido linoleico, ácidos linoleicos conjugados, ácido linolénico, ácido petroselénico, ácido ricinoleico, ácido linolenelaídico, ácido trans 7-octadecenoico, ácido parinárico, ácido pinolénico, ácido punícico, ácido petroselénico y ácido estearidónico.

Los aceites portadores adecuados pueden incluir aquellos derivados a partir de ácidos C₁₈ insaturados, incluyendo aceite de semilla de cilantro, aceite de semilla de impatiens balsimina, aceite de grasa de grano de parinarium laurinarium, aceite de semilla de sabastiana brasilinensis, aceite de semilla de ricino deshidratado, aceite de semilla de borraja, aceite de onagra, aceite de aquilegia vulgaris, aceite de girasol (semilla) y aceite de cártamo. Otros aceites adecuados pueden obtenerse a partir del cáñamo y del aceite de maíz. En virtud de sus características, un aceite especialmente preferente es el aceite de girasol (semilla).

Aceites portadores adecuados adicionales, que pueden ser también aceites emolientes, comprenden aceites de ésteres alquílicos o alquil-arílicos que tienen un punto de ebullición superior a 150°C (y un punto de fusión inferior a 20°C). Dichos aceites de éster incluyen aceites que contienen uno o dos grupos alquilo de 12 a 24 átomos de carbono de longitud, incluyendo miristato de isopropilo, palmitato de isopropilo y palmitato de miristilo. Otros aceites de éster no volátiles incluyen benzoatos de alquilo o arilo, tales como benzoato de alquilo C₁₂₋₁₅, por ejemplo, Finsolv TN[™] o Finsolv Sun[™].

Una clase adicional de aceites portadores adecuados comprende dimeticonas no volátiles, que frecuentemente comprenden sustitución de fenilo o difenileno, por ejemplo, Dow Corning 200 350 cps o Dow Corning 556.

Eiemplos

5

10

15

20

25

40

En los siguientes ejemplos, todos los porcentajes son en peso, a menos que se indique lo contrario.

El ASCH usado era aproximadamente 80% de sólidos de ASCH anhidros (y 20% de agua) y se obtuvo de Summit como Reach 301.

El Ejemplo 1, tal como se detalla en la Tabla 1, se preparó mediante el siguiente proceso. Se combinaron 15 partes de polvo Reach 301, 1,5 partes de cloruro de calcio anhidro y 4,7 partes de glicina con 72,6 partes de agua a temperatura ambiente. La solución se calentó a 85°C durante 18 horas en frascos sellados de 1 l. La solución resultante del proceso anterior se secó por pulverización usando un secador de pulverización Lab-Plant-05 de mesa (temperatura de entrada 250°, temperatura de salida 112 +/- 1°, atomización por chorro).

El AASCH en partículas obtenido a partir del proceso anterior tenía un tamaño (D50) de partícula medio de 7,2 micrómetros, un contenido de Banda III del 61% y una relación de Banda III a Banda III de 1:6,65. Comprendía el 18,6% de Al, el 2,7% de Ca y el 25,1% de glicina.

El AASCH en partículas se formuló con los otros componentes indicados en la Tabla 1 mediante procedimientos conocidos en la técnica. El Ejemplo 1 comprendía el 7,07% del AASCH en partículas, con las cantidades de ASCH, cloruro de calcio y glicina indicadas en la Tabla 1. El resto era agua asociada con el polvo de AASCH.

El Ejemplo Comparativo A se preparó mediante procedimientos conocidos en la técnica. El antitranspirante activo (Reach 103, de Summit) tenía un contenido de Banda III del 29% y una relación de Banda II:III de 1:0,55. Se usó el 5.00% de este activo, correspondiente al 4,5% de sólidos de ASCH anhidros.

Tabla 1: Ejemplo 1 y Ejemplo Comparativo A

Componente		Proveedor	% p/p	
Nombre comercial	Nombre INCI	Proveedor	1	A
ASCH	Sesquiclorohidrato de aluminio	Summit	4,38	4,50
Cloruro de calcio anhidro	Cloruro de calcio	Sigma-Aldrich	0,53	
Glicina	Glicina	Sigma-Aldrich	1,77	
Dc245	Ciclometicona	Dow Corning	2,38	3,49
Bentone 38V	Hectorita de diesteardimomonio	Elementis UK	0,50	0,50
Carbonato de propileno	Carbonato de propileno	Sigma-Aldrich	0,01	0,01
AP fluido	Éter butílico de PPG-14	Amerchol Corp.	2,04	3,00
AP40	Butano/isobuteno/propano	Arpa International	87,00	87,00
Fragancia	Perfume	IFF	1,00	1,00

Los resultados de reducción de peso del sudor (SWR) se obtuvieron usando un panel de ensayo de 30 voluntarias.

Los operadores del ensayo aplicaron el Ejemplo 1 (rociado de 2 segundos, aplicación de aproximadamente 2 g) a una axila y un desodorante corporal antitranspirante (rociado de 2 segundos, aplicación de aproximadamente 1,4 g) a la otra axila de cada panelista. Esto se hizo una vez al día durante tres días. Después de la tercera aplicación, se pidió a los panelistas que no se lavaran debajo de los brazos durante las siguientes 24 horas.

Después de 24 horas de la tercera y última aplicación del producto, los panelistas fueron inducidos a sudar en una habitación caliente a 40°C (±2°C) y 40% (±5%) de humedad relativa, durante 40 minutos. Después de este período, los panelistas abandonaron la habitación caliente y sus axilas se secaron cuidadosamente. A continuación, se aplicaron almohadillas de algodón pesadas previamente a cada axila de cada panelista y los panelistas volvieron a entrar a la habitación caliente durante 20 minutos adicionales. Después de este período, las almohadillas se retiraron y se volvieron a pesar, permitiendo calcular el peso del sudor generado.

El SWR para cada panelista se calculó como un porcentaje (% SWR) y el % SWR medio se calculó según el procedimiento descrito por Murphy y Levine en "Analysis of Antiperspirant Efficacy Results", J. Soc. Cosmetic Chemists, 1991 (Mayo), 42, 167-197.

Se encontró que el Ejemplo 1 proporcionaba un SWR que era 48% mayor que el del spray desodorante corporal de control.

En un ensayo SWR adicional, el Ejemplo Comparativo A se evaluó contra el mismo spray desodorante corporal de control. El Ejemplo Comparativo A proporcionó un SWR que era 26% mayor que el spray desodorante corporal de control, es decir, una reducción considerablemente menor que la obtenida mediante el uso del Ejemplo 1.

25

El Ejemplo 2 (Ejemplo de referencia), tal como se detalla en la Tabla 2, se preparó mediante el siguiente proceso. Se combinaron 15 partes de polvo Reach 301 y 0,9 partes de cloruro de calcio anhidro con 84,1 partes de agua a temperatura ambiente. La solución se calentó a 85°C durante 18 horas en frascos sellados de 1 l. La solución resultante del proceso anterior se secó por pulverización usando un secador de pulverización Lab-Plant-05 de mesa.

El AASCH en partículas obtenido a partir del proceso anterior tenía un contenido de Banda III del 37% y una relación de Banda II a Banda III de 1:1,06. Comprendía el 22,9% de Al, el 1,9% de Ca y el 0% de glicina.

El AASCH en partículas se formuló tal como se indica en la Tabla 1 mediante procedimientos conocidos en la técnica. El Ejemplo 2 (Ejemplo de referencia), comprendía el 5,00% del AASCH secado por pulverización, con los valores de las cantidades de ASCH y de cloruro de calcio como se indica en la Tabla 3. El resto era agua asociada con el polvo de AASCH.

El Ejemplo Comparativo B, tal como se detalla en la Tabla 2, se preparó mediante el siguiente proceso. Se combinaron 30 partes de Chlorhydrol 50 (50% de ACH acuoso) y 0,9 partes de cloruro de calcio anhidro con 68,5 partes de agua a temperatura ambiente. La solución se calentó a 85°C durante 18 horas en frascos sellados de 1 l y la solución caliente resultante se secó por pulverización inmediatamente usando un secador de pulverización Lab-Plant-05 de mesa. El polvo resultante se formuló al 5,00% (incluyendo una pequeña cantidad de agua asociada) con los otros componentes usando procedimientos conocidos en la técnica.

Tabla 2

Componente		Proveedor	% p/p	
Nombre comercial	Nombre INCI	Proveedor	2	В
ASCH	Sesquiclorohidrato de aluminio	Summit	3,82	
Cloruro de calcio anhidro	Cloruro de calcio	Sigma-Aldrich	0,27	0,29
ACH	Clorhidrato de aluminio	Summit		4,71
DC245	Ciclometicona	Dow Corning	3,49	3,49
Bentone 38V	Hectorita de diesteardimomonio	Elementis UK	0,50	0,50
Carbonato de propileno	Carbonato de propileno	Sigma-Aldrich	0,01	0,01
AP Fluido	Éter butílico de PPG-14	Amerchol Corp.	3,00	3,00
AP40	Butano/isobuteno/propano	Arpa International	87,00	87,00
Fragancia	Perfume	IFF	1,00	1,00

Los resultados de SWR se obtuvieron usando un panel de ensayo y un procedimiento tal como se han descrito anteriormente. El Ejemplo 2 (Ejemplo de Referencia) dio un SWR que fue un 44% mayor que el del spray desodorante corporal de control y el Ejemplo Comparativo B dio un SWR que fue un 36% mayor que el spray desodorante corporal de control. Estos resultados muestran la superioridad de las composiciones según la invención con relación a las preparadas usando ACH "activada" con una sal de calcio soluble en agua.

El Ejemplo 3 tal como se detalla en la Tabla 3 se preparó mediante el siguiente proceso.

15

20

25

30

Se combinaron 30 partes de polvo Reach 301, 4,0 partes de cloruro de calcio dihidratado y 9,4 partes de glicina con 56,6 partes de agua. Se calentaron 60 l de esta solución a 85°C y a continuación se mantuvo a esta temperatura durante 5 horas en un recipiente de 70 l resistente a la corrosión.

La solución resultante se secó por pulverización usando un secador de pulverización a gran escala (temperatura de entrada 290 +/-5°, temperatura de salida 117 +/- 2°, atomización rotativa).

El AASCH en partículas obtenido a partir del proceso anterior tenía un tamaño (D50) de partícula medio de 27 micrómetros, un contenido de Banda III del 66% y una relación de Banda II a Banda III de 1:7,13. Comprendía el 19,3% de AI, el 2,8% de Ca y el 26,0% de glicina.

El AASCH en partículas se formuló tal como se indica en la Tabla 3 mediante procedimientos conocidos en la técnica. Al igual que en el Ejemplo 1, el Ejemplo 3 comprendía el 7,07% del AASCH secado por pulverización, que tenía los valores de las cantidades de ASCH, cloruro de calcio y glicina como se indica. El resto era agua asociada al polvo AASCH.

Tabla 3: Ejemplo 3

Componente		Proveedor	% p/p	
Nombre comercial	Nombre INCI		, , P. P	
ASCH	Sesquiclorohidrato de aluminio	Summit	4,55	
Cloruro de calcio anhidro	Cloruro de calcio	Sigma-Aldrich	0,55	
Glicina	Glicina	Sigma-Aldrich	1,83	
DC245	Ciclometicona	Dow Corning	2,38	
Bentone 38V	Hectorita de diesteardimomonio	Elementis UK	0,50	
Carbonato de propileno	Carbonato de propileno	Sigma-Aldrich	0,01	
AP Fluido	Éter butílico de PPG-14	Amerchol Corp.	2,04	
AP40	Butano/isobuteno/propano	Arpa International	87,00	
Fragancia	Perfume	IFF	1,00	

Una vez más, los resultados de SWR se obtuvieron usando un panel de ensayo y un procedimiento tal como se han descrito anteriormente y el Ejemplo 3 dio un SWR que fue un 58% mayor que el del spray de desodorante corporal de control.

Los Ejemplos 4 y 5 tal como se describen en la Tabla 4 se prepararon como sigue.

5

25

Para el Ejemplo 4, se combinaron 30 partes de polvo Reach 301, 1,8 partes de cloruro de calcio dihidratado y 4,0 partes de glicina con 64,2 partes de agua. Se calentaron 60 l de esta solución a 85°C y a continuación se mantuvieron a esta temperatura durante 5 horas en un recipiente de 70 l resistente a la corrosión.

- La solución resultante se secó por pulverización usando un secador de pulverización a gran escala (temperatura de entrada 290 +/- 5°, temperatura de salida 117 +/- 2°, atomización rotativa).
 - El AASCH en partículas obtenido a partir del proceso anterior tenía un tamaño (D50) de partícula medio de 28,5 micrómetros, un contenido de Banda III de 53,8% y una relación de Banda III a Banda III de 1:2,13. Comprendía el 22,0% de Al, el 1,9% de Ca y el 12,8% de glicina.
- El AASCH en partículas se formuló tal como se indica en la Tabla 4 mediante procedimientos conocidos en la técnica. El ejemplo 4 comprendía el 5,97% del AASCH secado por pulverización, que tenía los valores de las cantidades de ASCH, de cloruro de calcio y de glicina como se indica en la Tabla 4. El resto era agua asociada con el polvo de AASCH.
- El Ejemplo 5 se preparó usando el mismo polvo AASCH secado por pulverización usado para el Ejemplo 3, usando procedimientos conocidos en la técnica. Se empleó el 4,24% del AASCH, con los valores de las cantidades de ASCH, de cloruro de calcio y de glicina como se indica en la Tabla 4. El resto era agua asociada con el polvo de AASCH.
 - El Ejemplo Comparativo C se preparó usando un 5,00% de clorhidrato de aluminio activado (Summit 7167; 85% de AACH anhidro) usando procedimientos conocidos en la técnica. Este material tenía un contenido de Banda III del 41,6% y una relación de Banda II:III de 1:0,91.

Tabla 4

Componente		Proveedor	% p/p		
Nombre comercial	Nombre INCI	Pioveedoi	4	5	С
ASCH	Sesquiclorohidrato de aluminio	SummitReheis	4,38	2,73	
Cloruro de calcio Anh.	Cloruro de calcio	Sigma-Aldrich	0,32	0,33	
Glicina	Glicina	Sigma-Aldrich	0,76	1,10	
AACH					4,25
DC245	Ciclometicona	Dow Corning	2,515	5,21	5,21
Bentone 38V	Hectorita de diesteardimomonio	Elementis UK	0,500	0,50	0,50
Carbonato de propileno	Carbonato de propileno	Sigma-Aldrich	0,015	0,01	0,01
AP Fluido	Éter butílico de PPG-14	Amerchol Corp.	3,000	2,04	2,04
AP40	Butano/isobuteno/propano	Arpa International	87,000	87,00	87,00
Fragancia	Perfume	IFF	1,000	1,00	1,00

Los resultados de SWR se obtuvieron usando un panel de ensayo y un procedimiento tal como se han descrito anteriormente. El ejemplo 4 dio un SWR que fue un 58% mayor que el del desodorante corporal de control y el ejemplo 5 dio un SWR que fue un 53% mayor que el control. El Ejemplo comparativo C dio un SWR que era un 30% mayor que el control. Estos resultados muestran la superioridad de las composiciones según la invención con relación a las preparadas usando AACH convencional activado por calor.

REIVINDICACIONES

- 1. Composición antitranspirante anhidra en aerosol que comprende un sistema activo antitranspirante en partículas, un agente de suspensión, un aceite portador y un gas propelente licuado, **caracterizado por que** el sistema activo antitranspirante en partículas comprende un sesquiclorohidrato de aluminio de fórmula Al₂OH_{4,4}Cl_{1,6} a Al₂OH_{4,9}Cl_{1,1} activado con una sal de calcio soluble en agua y glicina, en la que la relación molar de aminoácido a aluminio es de 1:5 a 1:1.
- 2. Composición según la reivindicación 1, en la que el sesquiclorohidrato de aluminio en el sistema activo antitranspirante en partículas tiene un contenido de Banda III de al menos el 40%.
- 3. Composición según la reivindicación 2, en la que el sesquiclorohidrato de aluminio en el sistema activo antitranspirante en partículas tiene un contenido de Banda III de al menos el 60%.

5

20

- 4. Composición según la reivindicación 2 o la reivindicación 3, en la que el sesquiclorohidrato de aluminio en el sistema activo antitranspirante en partículas tiene una relación de Banda III a Banda II de 2:1 o mayor.
- 5. Composición según la reivindicación 4, en la que el sesquiclorohidrato de aluminio en el sistema activo antitranspirante en partículas tiene una relación de Banda III a Banda II de 5:1 o mayor
- 15 6. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el sesquiclorohidrato de aluminio en el sistema activo antitranspirante en partículas tiene una relación molar de calcio a aluminio de al menos 1:20 y una relación molar de aminoácido a aluminio de al menos 1:10.
 - 7. Composición según la reivindicación 6, en la que el sesquiclorohidrato de aluminio en el sistema activo antitranspirante en partículas tiene una relación molar de calcio a aluminio de al menos 1:15 y la relación molar de aminoácido a aluminio es de al menos 1:4.
 - 8. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que la sal de calcio soluble en agua es cloruro de calcio.
 - 9. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que el sesquiclorohidrato de aluminio es de fórmula $Al_2OH_{4,7}Cl_{1,3}$ a $Al_2OH_{4,9}Cl_{1,1}$.
- 10. Uso de una composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 para su administración tópica a la superficie del cuerpo humano para proporcionar un beneficio antitranspirante.