



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК
C07C 229/06 (2006.01)
C07F 5/06 (2006.01)
A61Q 15/00 (2006.01)
A61K 8/26 (2006.01)
A61K 8/28 (2006.01)
A61K 8/44 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006102144/04, 24.06.2004

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
24.06.2004(30) Конвенционный приоритет:
26.06.2003 US 10/607,099

(43) Дата публикации заявки: 27.07.2006

(45) Опубликовано: 10.12.2008 Бюл. № 34

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2196565 C2, 20.01.2003. US 6534045
B2, 18.03.2003. WO 91/18588 A1, 12.12.1991.
US 4201594 A, 06.05.1980.(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу:
26.01.2006(86) Заявка РСТ:
US 2004/020372 (24.06.2004)(87) Публикация РСТ:
WO 2005/003142 (13.01.2005)

Адрес для переписки:
129010, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной, рег. № 517

(72) Автор(ы):
ХОЛЕРКА Мэриан (US),
КЕЙ Хенг (US)(73) Патентообладатель(и):
КОЛГЕЙТ-ПАЛМОЛИВ КОМПАНИ (US)

RU 2 340 596 C2

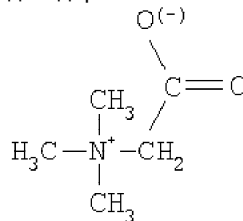
RU 2 340 596 C2

(54) АНТИПЕРСПИРАНТЫ НА ОСНОВЕ СОЛЕЙ АЛЮМИНИЙ/ЦИРКОНИЙ/ГЛИЦИН,
СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ БЕТАИНОМ

(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к новым стабилизированным антиперспирантным солям алюминия/циркония/глицина, содержащим стабилизирующую добавку, представляющую собой бетаин Формулы I в достаточном количестве для обеспечения (а) суммарного отношения (бетаин+глицин)/Zr в интервале 0,1-3,0:1, (b) отношения бетаина к глицину по крайней мере 0,001:1 и (с) достаточного количества бетаина для того, чтобы по крайней мере 0,1% отношения бетаин+глицин обеспечивалось за счет бетаина, и способу их получения. Целью настоящего

изобретения является получение антиперспирантного и/или дезодорантного продукта, такого как стик (карандаш), гель, шариковый или полутвердый антиперспирант и/или дезодорант. 7 н. и 2 з.п. ф-лы, 10 табл.





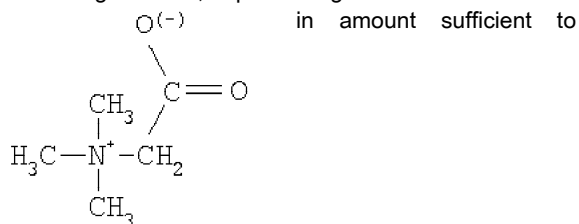
(51) Int. Cl.

C07C 229/06 (2006.01)*C07F 5/06* (2006.01)*A61Q 15/00* (2006.01)*A61K 8/26* (2006.01)*A61K 8/28* (2006.01)*A61K 8/44* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2006102144/04, 24.06.2004**(24) Effective date for property rights: **24.06.2004**(30) Priority:
26.06.2003 US 10/607,099(43) Application published: **27.07.2006**(45) Date of publication: **10.12.2008 Bull. 34**(85) Commencement of national phase: **26.01.2006**(86) PCT application:
US 2004/020372 (24.06.2004)(87) PCT publication:
WO 2005/003142 (13.01.2005)Mail address:
**129010, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3,
OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i
Partnery", pat.pov. E.E.Nazinoj, reg. № 517**(72) Inventor(s):
**KhOLERKA Mehrian (US),
KEJ Kheng (US)**(73) Proprietor(s):
KOLGEJT-PALMOLIV KOMPANI (US)**(54) ANTIPERSPIRANTS BASED ON SALTS ALUMINIUM/ZIRCONIUM/GLYCINE, STABILIZED WITH BETAINE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: novel stabilised antiperspirant salts of aluminium/zirconium/glycine contain stabilizing additive, representing betaine of formula I



ensure (a) total ratio (betaine+glycine)/Zr within interval 0.1-3.0:1, (b) ratio of betaine to glycine 0.001:1; and (c) enough betaine to ensure 0.1% of ratio betaine+glycine at expense of betaine, and to method of their production.

EFFECT: obtaining improved antiperspirant or deodorant product.

9 cl, 3 ex, 10 tbl

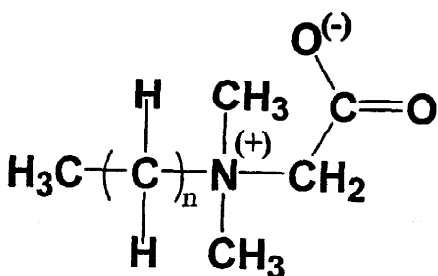
Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к новым стабилизированным антиперспирантным солям и способу их получения. Использование бетаина в качестве добавки к солям алюминия/циркония/глицина предотвращает их дезактивацию в результате полимеризации, которая отрицательно воздействовала бы на эффективность этих солей.

Уровень техники

Различное использование бетаинов с длинной цепью может быть найдено в области поверхностно-активных веществ. Однако в настоящем изобретении бетаин является не поверхностно-активным веществом, а, как было обнаружено, обладает свойствами, важными для антиперспирантных солей, содержащих алюминий и цирконий.

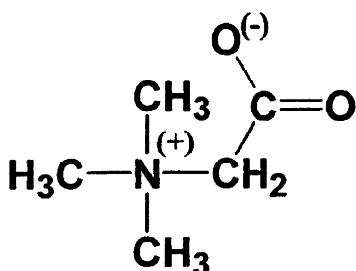
Термин "бетаин" используют в различных ситуациях. В частности, можно найти разнообразное применение бетаинов с длинными цепями, связанное с поверхностно-активными веществами. Такие бетаины можно представить следующей формулой А, в которой $n > 0$:

**формула А**

Метильные группы могут быть замещены другими алкилами с более длинной цепью, прямой или разветвленной.

Бетаин (определяемый далее), использованный в настоящем изобретении, является природным продуктом, обнаруженным в ряде растений семейства маревых, а также в рыбе и некоторых бобовых. Его экстрагируют чаще всего из сахарной свеклы (*Beta Vulgaris*) и характеризуют как чрезвычайно универсальное вещество с широкой областью применения: пищевые добавки, компонент, не вызывающий реакции раздражения кожи, увлажнитель кожи, смягчитель кожи, кондиционер для кожи, ускоритель заживления ран и компонент в косметических составах для увядающей кожи и кожи, подвергающейся стрессовым влияниям.

Изобретение включает антиперспирантную соль, являющуюся солью алюминия/циркония/глицина в комбинации с бетаином формулы I:

**формула I**

Согласно номенклатуре ЮПАК (IUPAC) бетаин представляет собой 1-карбокситриметилметанаммония гидроксид (внутренняя соль), с альтернативными названиями, включающими карбоксиметил-триметил-аммоний бетаин, или (карбоксиметил)триметиламмония гидроксид (внутренняя соль), или глицин-бетаин, или гликоль бетаин, или глицил бетаин, или триметилглицин, или триметилгликоль. В настоящем описании этот материал формулы I для удобства будем называть бетаином.

Бетаин встречается в многочисленных патентах с широким диапазоном областей применения.

В патентной заявке PCT Publication WO 00/67726 описаны способы и составы типа

"гость-хозяин" для доставки биологически активных соединений. Данное изобретение относится к способу получения состава, содержащего соединение-"хозяина" (host compound), способное принимать одно или несколько биологически активных соединений-"гостей" (guest compounds), и к лекарственным формам наружного применения для

5 косметического или фармацевтического использования, полученным этими способами. Эти способы включают смешение в любом порядке: (i) неионогенного поверхностно-активного вещества; (ii) амфотерного поверхностно-активного вещества; (iii) растворителя для амфотерного поверхностно-активного вещества; (iv) ароматического соединения; (v) катиона алюминия; (vi) кислоты Льюиса, которая не является кислотой Бренстеда-Лоури;

10 и (vii) кислоты Бренстеда-Лоури.

В Патенте США № 5877143 приводится состав, включающий слоистую жидкую кристаллическую фазу, которая содержит бетаины и оксиды амина. Это пригодный для перекачивания жидкий состав оксида амина, бетаина и/или султайна получают с активной концентрацией этих материалов около 36-45% путем добавления солей щелочно-

15 земельных металлов или алюминия.

Патент Германии DE 19725087 имеет отношение к косметическим и дерматологическим эмульсионным составам типа масло-в-воде для защиты от солнечных лучей, содержащим гидрофобные неорганические микропигменты и гидрофильные поверхностно-активные вещества. Составы, содержащие в качестве фотопротекторов суспендированные

20 гидрофобные микрочастицы неорганического пигмента в масляной фазе, стабилизируются для предотвращения расслоения фаз, миграции пигментных частиц в водную фазу и агрегации пигментных частиц путем включения гидрофильного поверхностно-активного вещества, такого как алкилглюкозид, ацил лактилат, бетаин или кокоамфоацетат, предпочтительно вместе с соэмульгатором и водо- или маслорастворимым веществом,

25 способным задерживать лучи средней части УФ-спектра (UV-B).

В патентной заявке PCT Publication WO 97/23594 описаны составы для очистки кожи с повышенным противомикробным действием. Названные соединения, полезные для очистки кожи и нанесения противомикробного средства на кожу, содержат 0,1-30% амфотерного, амфионного, неионогенного, анионного и/или катионного эмульгатора, 0,00001-5%

30 соединения Ag в качестве противомикробного средства, нанесенного на специальный инертный вспомогательный материал, и H₂O. Используется цетил бетаин.

Патент Швейцарии CH 687126 имеет отношение к косметическим составам, содержащим растительный экстракт и комплексы микроэлементов. Описаны косметические составы, содержащие растительный экстракт и комплексы микроэлементов на основе кальция и

35 магния. Используется кокамидопропил бетаин.

Японский патент JP 52093633 описывает химические полирующие растворы для алюминия и его сплавов. Используется миристил бетаин.

Британский патент GB 2354771 имеет отношение к бактерицидным комбинациям в детергентах. Такой детергент содержит бактерицид в комбинации с анионным, катионным,

40 неионогенным или амфотерным поверхностно-активным веществом, которое содержит C₁₂₋₁₈ алкильную группу в качестве самой длинной цепи, прикрепленной к гидрофильному фрагменту.

В японском патенте JP 2001163752 описана лечебная косметика, содержащая блестящий полимерный порошок и антиперспиранты. Это изобретение относится к

45 косметическим составам пролонгированного действия, содержащим блестящий полимерный порошок в виде пластинок и антиперспиранты.

В европейском патенте EP 1005853 описано применение бетаинов в качестве антиперспирантов. Моно-, ди- и триметиламмоний замещенные карбоновые кислоты R¹R²R³N⁺(CH₂)_nC(O)O- (R¹-R³ = H, Me; n = 1-10) проявляют активность в качестве

50 антиперспирантов и совместимы с кожей и другими традиционными составляющими составов для антиперспирантов и дезодорантов.

В европейском патенте EP 1005852 описано применение функционально замещенных бетаинов в качестве антиперспирантов. Моно-, ди- и триметиламмоний замещенные

карбоновые кислоты $R^1R^2R^3N^+(CH_2)_nCHX(CH_2)_mC(O)O-$ и/или $X(CH_2)_nCH(N^+R^1R^2R^3)(CH_2)_mC(O)O-$ ($R^1-R^3 = H, Me; m, n = 1-8$) проявляют активность как антиперспиранты и совместимы с кожей и другими традиционными составляющими составов для антиперспирантов и дезодорантов.

5 В японском патенте JP 11130652 раскрыты косметические средства для кондиционирования и увлажнения кожи, содержащие глинистые минералы и низкомолекулярные бетаины.

В патенте Германии DE 2610225 описаны соли алюминия с хлоридом бетаина, которые могут быть использованы в качестве ингибиторов при лечении язвенной болезни, гастритов, для ускорения заживления ран и в качестве антиперспирантов и дезодорантов.

10 В патентной заявке PCT Publication WO 01/62222 описаны косметические составы, содержащие фосфолипиды и четвертичные амины. Это изобретение относится к косметическому составу особенно для увядающей и подверженной стрессам кожи, содержащему, кроме воды, по крайней мере одно вещество, которое образует слоистые структуры с водой. Указанный состав, кроме того, включает (а) по крайней мере одно соединение, которое содержит функциональную группу $-CH_2-N^+(CH_3)_3$; (b) и/или по крайней мере один метаболит этого соединения.

В патентной заявке PCT Publication WO 01/47479 на имя настоящего заявителя раскрыты увлажняющие составы, содержащие четвертичные аммониевые соединения. Состав, используемый для увлажнения кожи, который содержит (а) увлажнитель, такой как $Me_3N^+X^{-1}$ (где $X = CH_2OH$, или $CHONCH_2CO_2-$, или смеси, и, когда X не несет на себе отрицательного заряда, соединение является солью), и носитель, совместимый с кожей.

В патентной заявке PCT Publication WO 01/39730 описан косметический состав, содержащий торф и бетаин, удобный для косметических масок на лице, подбородке и/или 25 коже головы.

Патентная заявка PCT Publication WO 97/46246 имеет отношение к комплексным препаратам, содержащим бетаин. Эти препараты, особенно при их местном применении, проникают глубоко в ткани, стимулируя в них клеточные и физиологические процессы.

В патентной заявке PCT Publication WO 91/18588 раскрыт способ уменьшения раздражающих свойств косметического состава в результате добавления производных бетаина.

В японском патенте JP 03033266 описаны модифицированные тканевые материалы, такие как ткани, обработанные смесью, содержащей додецилбетаин (I) 10, для регулирования изменения pH кожи при потоотделении.

35 Таким образом, известно применение бетаина в качестве антиперспиранта, дезодоранта, противораздражающего средства, увлажнителя кожи, средства для смягчения кожи, средства для кондиционирования кожи, ускорителя заживления ран, компонента в косметических составах для увядающей и подверженной стрессам кожи, противовоспалительного и регенерирующего ткани средства в составах для местного ухода за кожей, регулирующего pH средства во время потоотделения на обработанных тканых материалах, компонента в моющих составах с бактерицидным действием, компонента комплексов, активирующих в коже коллаген I типа, поверхностно-активного вещества в солнцезащитных составах, комплексообразователя с алюминием в жидкокристаллических фазах и комплексообразователя для алюминия в химических полирующих составах.

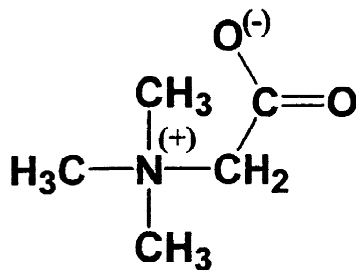
45 Краткое описание изобретения

Изобретение относится к солям алюминия/циркония, содержащим комплексообразователь, такой как глицин, и, кроме того, стабилизированным бетаином, выполняющим функции комплексообразователя и буфера. Количество используемого бетаина должно быть достаточным для того, чтобы обеспечить суммарное отношение бетаин+глицин к Zr в интервале 0,1-3,0:1 и предпочтительно в интервале 0,7-1,5:1 при отношении бетаина к глицину по крайней мере 0,001:1.

Подробное описание изобретения

Изобретение включает стабилизированную соль алюминия/циркония/глицина,

содержащую бетаин формулы I:



Формула I

в достаточном количестве, для того чтобы обеспечить (а) суммарное отношение бетаин+глицин к Zr в интервале 0,1-3,0:1, (b) отношение бетаина к глицину по крайней мере 0,001:1 и (с) достаточное количество бетаина, для того чтобы по крайней мере 0,1% отношения бетаин + глицин обеспечивалось за счет бетаина.

В качестве улучшенных солей по изобретению может быть любая соль алюминия/циркония/глицина с антиперспирантными свойствами, используемая в качестве антиперспиранта. Такие соли должны содержать глицин, а в настоящем изобретении в качестве дополнительной добавки используют бетаин. Суммарное количество глицина и бетаина в этой соли должно быть таким, чтобы сохранялось описанное выше соотношение и чтобы по крайней мере 0,1% этого соотношения обеспечивался за счет бетаина. Следует отметить, что в настоящем изобретении бетаин используется в качестве комплексообразователя в дополнение к действию глицина и в описании изобретения показано, что введение бетаина дает лучший эффект, чем дополнительное увеличение содержания глицина. Использование бетаина в среде, не содержащей глицина, раскрывается в следующей одновременно поданной заявке (Выписка патентного поверенного из реестра # IR 7073 от 30 мая 2003 г.).

К соответствующим солям, которые могут быть использованы в изобретении, относятся традиционные соли алюминий/цирконий/глицин, а также соли алюминий/цирконий в виде комплекса с таким комплексообразователем, как гликоли, известные специалистам в форме комплекса алюминий-цирконий-хлоргидрекс-пропиленгликоль, комплекса алюминий-цирконий-хлоргидрекс-трипропиленгликоль, комплекса алюминий-цирконий-хлоргидрекс-дипропиленгликоль и смесей любых из вышеупомянутых.

Материалы с антиперспирантным действием раскрыты в заявке к Европейскому патенту номер 512770 Al и патентной заявке PCT номер WO 92/19221, содержание каждой из которых раскрывается соответствующей ссылкой на них. Соответствующие материалы включают (но это не является ограничением) гидроксихлориды цирконила, оксихлориды цирконила, основные хлориды алюминия, объединенные с оксихлоридами и гидроксихлоридами цирконила, и органические комплексы каждого из основных хлоридов алюминия с оксихлоридами и гидроксихлоридами цирконила и смеси любых из вышеназванных. Они включают в качестве примера (но это не является ограничением) гидроксихлорид цирконила, глициновый комплекс алюминия-циркония (например, алюминий-цирконий-трихлоргидрекс-глицин, алюминий-цирконий-пентахлоргидрекс-глицин, алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицин и алюминий-цирконий-октахлоргидрекс-глицин), комплекс алюминий-цирконий-трихлоргидрекс-глицин-пропиленгликоль, комплекс алюминий-цирконий-трихлоргидрекс-глицин-дипропиленгликоль, комплекс алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицин-пропиленгликоль, комплекс алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицин-дипропиленгликоль и смеси любых из вышеназванных. Обычно вышеназванные металлсодержащие материалы с антиперспирантным действием являются солями металлов с антиперспирантным действием.

К предпочтительным веществам с антиперспирантным действием, которые могут быть введены в разрабатываемые составы по изобретению, относятся стабилизированные соли алюминия/циркония, особенно те, которые обладают повышенной эффективностью благодаря улучшенному распределению по молекулярным весам, известному

специалистам и обсуждаемому, например, в патентной заявке PCT No. WO92/19221, содержание которой раскрывается путем ссылки на соответствующий источник. К наиболее активным действующим веществам относятся Westchlor A2Z 4105, комплекс алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицин-пропиленгликоль (от фирмы Westwood Chemical Corporation, Middletown, NY); Westchlor ZR 35B, алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицин, и Rezal 36 GP и AZP 908, алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицин, оба от фирмы Reheis, Berkeley Heights, NJ, так же как и Rezal AZZ 902, алюминий-цирконий-трихлоргидрекс-глицин от фирмы Reheis. Могут быть также использованы действующие вещества Summit Z522, Z551 и Z576 (от фирмы Summit Research Labs, Huguenot, NY).

5 Обычно для таких солей молярное отношение метал:хлорид лежит в интервале 2,1-0,9:1.

К особо перспективным действующим веществам, образующим растворы с низким значением показателя преломления (RI), относятся: Westchlor Zr 35BX3 (30-35% действующих веществ в воде) от фирмы Westwood Chemical Company; Rezal 36G (46% в воде) от фирмы Reheis Inc.; Summit AZG-368 (28-32% в воде) от фирмы Summit Research Labs и Reach 301 (39% в воде) от фирмы Reheis Inc. Обычно для таких солей молярное отношение метал:хлорид составляет приблизительно 1,4:1.

15 В качестве одной из особо перспективных солей используют тетрасоль алюминий-цирконий с глицином, в которой соль алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицин имеет отношение метал к хлориду в интервале 0,9-1,2:1 (предпочтительно в интервале 0,9-1,1:1 и более предпочтительно в интервале 0,9-1,0:1) и молярное отношение глицин:цирконий больше чем 1,3:1, предпочтительно больше чем 1,4:1.

Вещества с антиперспирантным действием могут быть введены в приготавливаемые составы согласно изобретению в количествах в интервале 5-25% (в расчете на безводные твердые вещества), предпочтительно 7-20% по весу, от суммарного веса состава.

25 Используемое количество будет зависеть от формы состава. При количествах в верхней области интервала (особенно в интервале 9-20% или 9-25%) можно ожидать хорошее антиперспирантное действие. Как было отмечено выше, вещество с антиперспирантным действием и бетаин предпочтительно вводить в составы данного изобретения путем их предварительного смешивания с водой и, возможно, с небольшим количеством пропиленгликоля.

30 Главное преимущество стабилизированных солей по изобретению состоит в том, что они обладают повышенной стабильностью по сравнению с солями, которые содержат только глицин или гликоли или совсем не содержат стабилизаторов.

Полимеризацию веществ с антиперспирантным действием в водных растворах и соответствующий процесс гелеобразования исследовали путем определения изменений молекулярного веса полиоксогалогенидов в зависимости от времени при помощи эксклюзионной хроматографии (ЭХ). Эксклюзионная хроматография ("ЭХ") или гель-проникающая хроматография ("ГПХ") являются методами, часто используемыми для получения информации по распределению полимера в растворах антиперспирантной соли.

40 При соответствующих хроматографических колонках в комплексах цирконий/алюминий/глицин (ЦАГ) могут быть обнаружены по крайней мере пять разновидностей групп полимеров, которые проявляются на хроматограмме в виде пиков 1, 2, 3, 4 и пика, известного как "5,6". Пик 1 соответствует более крупным фрагментам Zr (больше чем 60 ангстрем). Пики 2 и 3 соответствуют более крупным фрагментам соединений алюминия. Пик 4 соответствует более мелким фрагментам соединений алюминия (олигомеры с алюминием), и этот пик соответствует повышенной эффективности как АХГ, так и ЦАГ солей. Пик 5,6 соответствует самым малым фрагментам соединений алюминия. Относительное время удерживания ("Kd") для каждого из этих пиков зависит от условий эксперимента. Эта методика также применима к солям по изобретению, которые содержат и бетаин. Данные, представленные в таблицах, были получены при использовании метода эксклюзионной хроматографии, описанного в патенте, владельцем которого является та же компания, что и Патента США 6066314, в котором описание метода исследования раскрывается путем ссылки на соответствующий патент.

Разработка современных антиперспирантных солей (АП солей) направлена на действующие вещества с высоким содержанием низкомолекулярных фрагментов соединений Al и Zr, которые отражаются на хроматограмме в виде интенсивных пиков 4 и 5 и пика 1 с низкой интенсивностью. В данном исследовании содержания этих фрагментов, соответствующих этим трем пикам, оценивали на основе следующих соотношений:

$$f_{P_i} = \frac{P_i}{\sum P_j} \quad i = 1, 2, 3, 4, 5; \quad j = 2, 3, 4, 5$$

где f_{P_i} - это доля пика i ; P_i или P_j - это интенсивность пиков P_i или P_j соответственно. Мы будем соотносить количество высокомолекулярных фракций соединения циркония с долей пика 1, то есть f_{P_1} , а количество низкомолекулярных фракций соединений Al - с долей пиков 4 и 5, то есть f_{P_4} и f_{P_5} . Короче говоря, идеальная антиперспирантная соль должна была бы иметь очень низкое значение f_{P_1} , высокое значение f_{P_4} и высокое значение f_{P_5} , и их соответствующая скорость изменения должна была бы быть минимальной.

Используя описанную выше методику, исследовали полимеризацию различных веществ с антиперспирантной активностью в водных растворах и соответствующий процесс гелеобразования в присутствии бетаина в зависимости от времени путем определения изменения молекулярного веса с помощью эксклюзионной хроматографии (ЭХ). В результате было обнаружено, что (1) добавление 1-15% бетаина к 30% растворам Reheis AZP 908, AZZ 902 или Summit Z551 приводит к стабилизации этих веществ с антиперспирантным действием; (2) стабилизирующий эффект усиливается при увеличении концентрации бетаина, причем оптимальным количеством бетаина является концентрация 8% по весу; (3) стабилизирующий эффект усиливается при более высоких температурах, 40 градусов Цельсия (104 градуса Фарренгейта); (4) стабилизирующий эффект бетаина немного выше, чем у глицина; (5) процесс гелеобразования замедляется или прекращается в течение 1 года.

Улучшенные соли по изобретению могут быть использованы для формирования антиперспирантов повышенной эффективности. К таким антиперспирантам относятся твердые формы, такие как косметические карандаши и кремы (кремы иногда относят к термину "паста"), гели, жидкости (подходящие для шариковых продуктов) и аэрозоли. Формами этих продуктов могут быть суспензии или эмульсии.

Примеры подходящих форм включают следующие:

Антиперспиранты-стики (карандаши) могут изготавливаться с традиционными гелеобразующими веществами, такими как стеариловый спирт и дибензилден сорбит.

Образец состава приводится ниже:

40-55% (предпочтительно 45%) циклометикон (особенно циклометикон D5)

20-30% (предпочтительно 21%) стеариловый спирт

7-15% (предпочтительно 10%) тальк

15-22% (предпочтительно 22%) вещество с антиперспирантным действием в виде порошка

1-3% (предпочтительно 2%) ароматизирующее вещество

Шариковые антиперспиранты

45-65% (предпочтительно 55%) циклометикон (особенно циклометикон D5)

0,1-10% (предпочтительно 3%) циклометикон/диметикон кополиол (такой как Dow Corning 2-5185 C)

10-25% (предпочтительно 20%) вещество с антиперспирантным действием в виде раствора (25-45% веществ с антиперспирантным действием в расчете на безводную форму в воде)

5-30% (предпочтительно 20%) вода

1-3 % (предпочтительно 2%) ароматизирующее вещество

Полутвердые антиперспиранты могут быть получены на основе составов, описанных в заявке на патент (U.S. Serial Number 9/273152 и PCT Publication WO 99/51192), находящейся в настоящее время на рассмотрении. Образец состава следующий:

40-70% (предпочтительно 50%) эластомер в циклометиконе (KSG-15 от фирмы Shin-Etsu)

5-15% (предпочтительно 6%) полиэтилен (например, гранулы с плотностью в интервале 0,91-0,98 г/см³ и средним размером частиц в интервале 5-40 микрон)

5 10-20% (предпочтительно 15%) C₁₂₋₁₅ алкилбензоат (FINSOLV TN от фирмы Finetex)

0,1-25% (предпочтительно 22%) вещество с антиперспирантным действием в виде порошка

1-15% (предпочтительно 5%) диметикон (предпочтительно с вязкостью 100 сантистокс)

1-3% (предпочтительно 2%) ароматизирующее вещество

10 Антиперспирантные гели могут быть получены гели различных составов, такие как

5-50% (предпочтительно 29%) циклометикон (предпочтительно D5)

0,1-10% (предпочтительно 3%) циклометикон/диметикон кополиол (такой как Dow Corning 2-5185 C)

0-10% (предпочтительно 5%) гидрированный полиизобутен 250

15 0-10% (предпочтительно 5%) C₁₂₋₁₅ алкилбензоат (FINSOLV TN от фирмы Finetex)

0-10% (предпочтительно 5%) диметикон (предпочтительно с вязкостью 100 сантистокс)

0,1-25% (предпочтительно 20%) вещество с антиперспирантным действием в виде порошка или 10-25% (предпочтительно 20%) в виде раствора (25-45% в расчете на безводную форму)

20 5-50% (предпочтительно 30%) вода

1-3% (предпочтительно 2%) ароматизирующее вещество

Следует обратить внимание на следующее объяснение, что там, где в настоящем изобретении приводятся данные по содержанию воды, воду в антиперспирантном растворе следует считать как часть суммарного содержания воды в антиперспирантном составе.

25 Таким образом, содержание воды может приводиться как часть раствора антиперспиранта, а может приводиться и отдельно.

В предпочтительном варианте осуществления изобретения для получения прозрачного продукта стремились получить показатели преломления внешних и внутренних фаз порядка 0,005.

30 Составы, представляющие особый интерес, включают:

Состав А:

0,5-2,5% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

55-65% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

35 1-10% PPG-3 миристиловый эфир

10-25% вещество с антиперспирантным действием по изобретению

10-25% вода

0,5-1,5% ароматизирующее вещество

Состав В

40 1,0-3,0% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

40-60% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

1-5% циклометикон (в дополнение к находящемуся в эластомере)

4-12% PPG-3 миристиловый эфир

45 15-30% вещество с антиперспирантным действием по изобретению

15-35% вода

0,5-1,5% ароматизирующее вещество

Состав С

1,0-3,0% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

50 1-10% гидрированный полиизобутен (например, FancoI™ Polyiso 250)

40-55% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

3-8% PPG-3 миристиловый эфир

15-20% вещество с антиперспирантным действием по изобретению

20-30% вода

1,0-3,0% ароматизирующее вещество

Состав D

5 1,0-3,0% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

40-60% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

3-8% PPG-3 миристиловый эфир

15-30% вещество с антиперспирантным действием по изобретению

10 15-30% вода

0,5-1,5% ароматизирующее вещество

1-10% диэтилгексил нафталат

Состав E

0,5-2,5% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

15 60-70% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

7-10% вещество с антиперспирантным действием по изобретению

25-35% вода

1-10% метилпропилендиол (MPDiol)

20 0,5-1,5% ароматизирующее вещество

Состав F

1,0-3,0% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

6-10% гидрированный полиизобутен (например, FancoI™ Polyiso 250)

35-45% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning

25 Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

6-10% PPG-3 миристиловый эфир

40-50% вещество с антиперспирантным действием по изобретению в виде 43% раствора вещества с антиперспирантным действием в воде

нет дополнительно введенной воды

30 0,5-1,0% ароматизирующее вещество

Состав G

0,1-0,6% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

4-7% гидрированный полиизобутен (например, FancoI™ Polyiso 250)

40-50% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning

35 Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

4-7% PPG-3 миристиловый эфир

40-50% вещество с антиперспирантным действием по изобретению в виде 43% раствора вещества с антиперспирантным действием в воде

нет дополнительно введенной воды

40 0,5-1,0% ароматизирующее вещество

Состав H

0,5-2,0% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

1-7% гидрированный полиизобутен (например, FancoI™ Polyiso 250)

40-50% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning

45 Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

45-55% вещество с антиперспирантным действием по изобретению в виде 43% раствора

вещества с антиперспирантным действием в воде

нет дополнительно введенной воды

0,5-1,5% ароматизирующее вещество

50 Состав I

2-7% диметикон кополиол (например, Dow Corning 2-5185C (48%))

0,1-1% Oleath-20

1-5% C₁₂₋₁₅ алкилбензоат (FINSOLV TN)

15-25% эластомер в циклометиконе (например, DC-9040 от фирмы Dow Corning Corporation (Midland, MI) или KSG-15 от фирмы Shin-Etsu Silicones of America (Akron, Ohio))

15-25% вещество с антиперспирантным действием

15-30% вода

5 0,5-1,5% ароматизирующее вещество

Примеры таких продуктов с солями, полученными согласно изобретению, включают:

(а) Антиперспирантный и/или дезодорирующий карандаш, содержащий:

40-55% циклометикона; 20-30% стеарилового спирта; 7-15% талька; 15-22% соли, согласно п.1 формулы изобретения, введенной в виде порошка; и 1-3% ароматизирующего вещества.

10 (b) Шариковый антиперспирант и/или дезодорант, содержащий:

45-65% циклометикона; 0,1-10% циклодиметикон/диметикон кополиола; 10-25% соли, согласно п.1 формулы изобретения, введенной в виде водного раствора, содержащего 25-45% солей в расчете на безводную форму; 5-30% воды и 1-3% ароматизирующего вещества.

15 (c) Полутвердый антиперспирант и/или дезодорант, содержащий:

40-70% эластомера в циклометиконе; 5-15% гранул полиэтилена с плотностью в интервале 0,91-0,98 г/см³ и средним размером частиц в интервале 5-40 микрон; 10-20% C₁₂₋₁₅ алкилбензоата; 0,1-25% соли, согласно п.1 формулы изобретения, введенной в виде порошка; 1-15% диметикона и 1-3% ароматизирующего вещества.

20 (d) Антиперспирантный и/или дезодорирующий гель, содержащий:

5-50% циклометикона; 0,1-10% циклометикон/диметикон кополиола; 0-10% гидрированного полиизобутена 250; 0-10% C₁₂₋₁₅ алкилбензоата; 0-10% диметикона; 0,1-25% соли, согласно п.1 формулы изобретения, введенной в виде порошка или в виде 10-25% водного раствора, содержащего 25-45% солей в расчете на безводную форму; 5-50% воды и 1-3% ароматизирующего вещества.

Косметическая композиция согласно изобретению может быть расфасована в обычные упаковки с использованием традиционных методов. При получении косметической композиции в виде геля, крема или пасты, как это обычно делается в данной области техники, композиция может быть помещена в упаковку с дозатором (например, традиционные упаковки для гелей со скользящим аппликатором, баночки, из которых гель или крем наносится рукой, упаковки более современного стиля с порами на верхней поверхности). Затем продукт может быть выдавлен из упаковки с дозатором, как это обычно делается, для нанесения действующего материала на кожу. Для стиков, спреев, аэрозолей и шариковых аппликаторов композиции могут быть помещены в традиционные типы контейнеров (с добавлением пропеллентов в аэрозоли). Это обеспечивает хорошее нанесение действующего материала на кожу.

Составы по изобретению могут быть приготовлены как прозрачные, полупрозрачные или непрозрачные продукты, хотя прозрачные продукты предпочтительнее. Важным признаком изобретения является бесцветность или прозрачность косметической композиции (например, прозрачная или бесцветная дезодорирующая или антиперспирантная композиция). Подразумевается, что термин "прозрачная" или "бесцветная" согласно изобретению соответствует его обычному определению в словаре; таким образом, прозрачная жидкая или гелеобразная антиперспирантная композиция по изобретению позволяет легко разглядеть объекты, находящиеся за этим составом. В сравнении с этим полупрозрачная композиция, хотя и пропускает свет, но вызывает такое его рассеивание, что невозможно отчетливо видеть предметы, находящиеся за этой полупрозрачной композицией. Непрозрачная композиция не пропускает свет. В контексте изобретения гель или карандаш считают бесцветным или прозрачным, если максимальный коэффициент пропускания света любой длины волны в диапазоне 400-800 нм через образец толщиной 1 см составляет по крайней мере 35%, предпочтительно по крайней мере 50%. Гель или жидкость считают полупрозрачными, если максимальный коэффициент пропускания такого света через образец составляет от 2% и до менее 35%. Гель или жидкость считают

непрозрачными, если максимальный коэффициент пропускания света через образец составляет величину меньше 2%. Коэффициент пропускания может быть измерен путем помещения образца вышеупомянутой толщины в луч света спектрофотометра, например Bausch & Lomb Spectronic 88 Spectrophotometer, у которого рабочая область включает
 5 видимую область спектра. Что касается определения бесцветный, то оно приводится в European Patent Application Publication No. 291334 A2. Таким образом, согласно изобретению имеются различия между прозрачными (бесцветными), полупрозрачными и непрозрачными композициями.

Примеры

10 Следующие примеры предлагаются в качестве иллюстрации изобретения, и их не следует толковать как ограничения. В этих примерах и еще где-либо в описании изобретения химические символы и терминология имеют свои обычные и привычные значения. В примерах, так же как и в любом другом месте этой заявки, значения для n,
 15 m, и т.д. в формулах, молекулярных весах и степени этоксилирования и пропоксилирования являются средними. Значения температур, если не указано иное, приводятся в градусах Цельсия. При использовании спирта, если не указано иное, его содержание составляет 95%. Если не указано иное, "вода" или "Д.И. вода" означает деионизованную воду. Как правило, количества компонентов указываются в заявке в
 20 весовых процентах, рассчитанных по отношению к стандартному базису; и если не упоминается другой базис, то под ним следует подразумевать суммарный вес состава. Применяются те названия различных химических компонентов, которые приводятся в Словаре международных косметических ингредиентов (CTFA International Cosmetic Ingredient Dictionary, Cosmetics, Toiletry and Fragrance Association, Inc., 7th ed. 1997).

Примеры

25 Примерами веществ антиперспирантного действия, используемых в наших экспериментах, являются Reheis Reach AZP-908, AZZ-902 и Summit Z-522, спецификации которых приведены в таблицах А, В, С. Summit Z-522 было единственным антиперспирантным веществом, приобретенным в виде 29% раствора и имевшим срок хранения примерно 4 недели к моменту его использования в экспериментах. Все другие
 30 растворы действующих веществ были свежеприготовленными путем растворения в воде их соответствующих порошковых форм в нашей лаборатории. Для приготовления 29-30% тестируемого раствора антиперспирантного вещества обычно растворяли антиперспирантный порошок в деионизованной ("ДИ") воде при комнатной температуре с перемешиванием. За этим следовало добавление до желаемой концентрации
 35 порошкообразного бетаина или глицина и перемешивание при комнатной температуре до получения прозрачного раствора. Далее этот раствор хранили в виде большого количества герметизированных образцов объемом 10 мл в одноразовых сцинтилляционных ампулах. Для анализа с помощью эксклюзионной хроматографии (ЭХ) использовали 2 мл такого раствора, который разбавляли 4 мл деионизованной воды сразу перед анализом.
 40 Наблюдения за растворами проводили при комнатной температуре и при 40 градусах Цельсия (104 градуса по Фаренгейту) в течение 12 месяцев или до момента, когда взятие образца становилось невозможным из-за образования твердого геля. Образцы разбавляли до 10% раствора путем добавления дистиллированной воды и встряхивания, затем 2 микролитра этого раствора вводили в прибор для эксклюзионной хроматографии для
 45 анализа. Следует отметить, что цветовой стандарт DYB, используемый в производстве средств личной гигиены, в данном случае тоже хорошо подходит.

| Таблица А Спецификации и данные анализа для Reheis Reach AZP 908 | | |
|---|--------------|--------|
| Параметр | Спецификация | Анализ |
| Цвет: DYB | 4,0 Мах. | 2,1 |
| Алюминий | 14,5-15,5% | 14,9% |
| Цирконий | 13,0-15,5% | 14,1% |
| Хлорид | 17,0-18,5% | 17,6% |
| Глицин | 10,5-13,5% | 11,7% |
| Металлы/Хлорид | 0,9-1,5 | 1,4 |

50

| | | |
|-------------------------|------------------------------------|---------------|
| Алюминий/Цирконий | 3,4-3,8 | 3,6 |
| pH 15% раствора | 3,7-4,1 | 3,8 |
| Частицы через 400 меш | 100% Min | 100% |
| Частицы < 10 микрон | 95% Min | 96 |
| Описание | Белый или не совсем белый порошок | Соответствует |
| % Алюминий безводный | 69,6-85,0% | 76,7% |
| Цирконий тетрагидроксид | 90,0-110,0% количества на этикетке | Соответствует |

5

| Параметр | Спецификация | Анализ |
|-----------------------|-----------------------------------|---------------|
| Алюминий | 13,5-15,2% | 14,7% |
| Цирконий | 13,5-16,0% | 15,0% |
| Хлорид | 14,0-17,5% | 15,8% |
| Глицин | 13,5-16,5% | 14,1% |
| Металлы/Хлорид | не анализировали | 1,59 |
| Алюминий/Цирконий | | 3,31 |
| pH 25% раствора | 3,6-4,4 | 3,8 |
| Частицы через 400 меш | 100% Min | 100% |
| Частицы < 10 микрон | 95% Min | 95 |
| Описание | Белый или не совсем белый порошок | Соответствует |

10

15

| Параметр | Z-522 |
|-------------------|---------------------------|
| Алюминий | 5,3% |
| Цирконий | 5,0% |
| Хлорид | 8,6% |
| Глицин | 5,3% |
| Металлы/Хлорид | 1,04 |
| Алюминий/Цирконий | 3,64 |
| Глицин/Цирконий | 1,28 |
| pH 15% раствора | 3,4-4,2 |
| % Безводного | 28% |
| Описание | 29% водный мутный раствор |

20

25

30

Пример 1: AZP 908 с бетаином

В Таблице D представлены результаты по полимеризации AZP 908, подвергнутого старению при комнатной температуре при различных концентрациях бетаина. Во время старения наблюдалось малое изменение соединений Al, $f_{p4} \approx 0,1$ и $f_{p5} \approx 0,2$ независимо от концентрации бетаина. Однако наблюдается положительное воздействие на скорость дезактивации соединений Zr с замедлением процесса полимеризации. Этот эффект проявляется в росте замедления при увеличении концентрации бетаина от 1% до 5%. Обычно бетаин замедляет процесс полимеризации Zr, и этот эффект становится сильнее, когда увеличивается отношение Zr/бетаин. Следует отметить, что растворы с бетаином остаются еще прозрачными жидкостями с низкой вязкостью даже через год (360 дней), в то время как раствор AZP 908 без бетаина обычно превращается в гель через 9 месяцев.

35

40

Таблица D
Результаты эксклюзионной хроматографии для 30% раствора AZP-908 с различными концентрациями бетаина при старении при комнатной температуре.

| Время (дни) | 1% бетаина | | | 3% бетаина | | | 5% бетаина | | |
|-------------|------------|-------|-------|------------|-------|-------|------------|-------|-------|
| | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 |
| 1 | 0,167 | 0,118 | 0,185 | 0,133 | 0,114 | 0,189 | 0,109 | 0,104 | 0,188 |
| 2 | 0,145 | 0,114 | 0,188 | 0,140 | 0,109 | 0,185 | 0,096 | 0,103 | 0,192 |
| 4 | 0,175 | 0,119 | 0,198 | 0,143 | 0,110 | 0,190 | 0,111 | 0,102 | 0,188 |
| 7 | 0,197 | 0,119 | 0,195 | 0,168 | 0,113 | 0,188 | 0,151 | 0,105 | 0,194 |
| 11 | 0,236 | 0,118 | 0,196 | 0,184 | 0,110 | 0,191 | 0,152 | 0,103 | 0,190 |
| 14 | 0,239 | 0,124 | 0,193 | 0,193 | 0,113 | 0,187 | 0,155 | 0,103 | 0,192 |
| 25 | 0,269 | 0,117 | 0,196 | 0,222 | 0,114 | 0,189 | 0,200 | 0,108 | 0,190 |
| 41 | 0,293 | 0,117 | 0,198 | 0,256 | 0,110 | 0,205 | 0,204 | 0,106 | 0,194 |
| 63 | 0,292 | 0,120 | 0,198 | 0,242 | 0,111 | 0,194 | 0,230 | 0,106 | 0,196 |
| 92 | 0,303 | 0,108 | 0,202 | 0,264 | 0,105 | 0,199 | 0,246 | 0,093 | 0,197 |

45

50

| | | | | | | | | | |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 148 | 0,286 | 0,092 | 0,201 | 0,264 | 0,090 | 0,206 | 0,258 | 0,078 | 0,204 |
| 218 | 0,284 | 0,081 | 0,208 | 0,274 | 0,076 | 0,205 | 0,261 | 0,070 | 0,214 |
| 360 | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк |

*жидк - наблюдаемый образец представляет свободно текущую жидкость (визуальное наблюдение, ЭХ анализ не проводился).

5 Для растворов AZP 908 эксперименты при более высокой температуре показывают, что бетаин может вызывать значительное уменьшение количества новых соединений Zr с высоким молекулярным весом (Таблица Е), в то время как результаты в условиях комнатной температуры указывают только на незначительное замедление полимеризации. Добавление 1% бетаина мало влияет на полимеризацию циркония, в то время как
 10 добавление 5% и 8% бетаина приводит к хорошей стабильности с $f_{p1} \sim 0,25$ при 7 и 20 неделях соответственно. В образце с 1% бетаина гелеобразование начинается через 327 дней, в то время как образцы с 5% и 8% бетаина остаются растворами в виде свободно текущих жидкостей даже через 720 дней.

Таблица Е
 15 Результаты эксклюзионной хроматографии для 30% раствора AZP-908 с различными концентрациями бетаина при старении при 40 градусах Цельсия.

| Время (дни) | 1% бетаина | | | 5% бетаина | | | 8% бетаина | | |
|-------------|------------|--------|--------|------------|-------|-------|------------|-------|-------|
| | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 |
| 21 | 0,367 | 0,103 | 0,216 | 0,221 | 0,104 | 0,219 | | | |
| 22 | | | | | | | 0,160 | 0,096 | 0,213 |
| 42 | 0,389 | 0,074 | 0,221 | 0,243 | 0,095 | 0,222 | 0,155 | 0,084 | 0,215 |
| 64 | | | | | | | 0,167 | 0,101 | 0,228 |
| 72 | 0,365 | 0,047 | 0,228 | 0,255 | 0,068 | 0,225 | | | |
| 78 | | | | | | | 0,208 | 0,086 | 0,218 |
| 105 | 0,408 | 0,293 | 0,244 | 0,262 | 0,241 | 0,224 | | | |
| 108 | | | | | | | 0,224 | 0,061 | 0,220 |
| 136 | *жидк | *жидк | *жидк | | | | 0,244 | 0,050 | 0,217 |
| 327 | **гель | **гель | **гель | | | | | | |
| 720 | | | | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк |

*жидк - наблюдаемый образец представляет свободно текущую жидкость (визуальное наблюдение, ЭХ анализ не проводился).

**гель - наблюдаемый образец представляет гелеобразную массу, которая не течет (визуальное наблюдение).

30 Пример 2: AZZ 902 с бетаином

Полимеризация AZZ 902 в растворе при комнатной температуре в присутствии бетаина представлена в Таблице F. Эффект стабилизации лучше, чем в случае с AZP 908, так как полимеризация не только замедляется, но и значительно уменьшаются равновесные значения. Добавление 3% бетаина приводит к стабилизации соединений Zr при $f_{p1} \approx 0,22$,
 35 в то время как добавление 8% или более бетаина полностью исключают полимеризацию Zr, $f_{p1} \approx 0,15$. С другой стороны, на соединения Al эти количества бетаина влияют меньше, давая равновесные значения $f_{p4} \approx 0,16$ и $f_{p5} \approx 0,12$. Так как известно, что Zr является более реакционно-способным, чем Al, то ожидается, что при более высоких концентрациях бетаина, превышающих значения насыщения для Zr, возможно сильное влияние на
 40 соединения Al. Для этих образцов гелеобразование не наблюдалось через 720 дней.

Таблица F
 45 Результаты эксклюзионной хроматографии для 30% раствора AZZ-902 с различными концентрациями бетаина при старении при комнатной температуре.

| Время (дни) | 3% бетаина | | | 8% бетаина | | | 15% бетаина | | |
|-------------|------------|-------|-------|------------|-------|-------|-------------|-------|-------|
| | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 |
| 3 | | | | | | | 0,115 | 0,263 | 0,118 |
| 4 | 0,173 | 0,352 | 0,129 | | | | | | |
| 7 | 0,178 | 0,244 | 0,125 | | | | 0,106 | 0,239 | 0,111 |
| 8 | | | | 0,150 | 0,230 | 0,109 | | | |
| 10 | | | | | | | 0,099 | 0,232 | 0,107 |
| 11 | 0,185 | 0,253 | 0,113 | 0,139 | 0,222 | 0,108 | | | |
| 14 | | | | | | | 0,115 | 0,218 | 0,118 |
| 18 | 0,211 | 0,237 | 0,113 | | | | | | |
| 21 | | | | | | | 0,111 | 0,206 | 0,118 |

| | | | | | | | | | | |
|----|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 25 | 0,193 | 0,223 | 0,126 | 0,138 | 0,203 | 0,108 | | | |
| | 28 | | | | | | | 0,087 | 0,206 | 0,099 |
| | 32 | 0,222 | 0,216 | 0,107 | | | | | | |
| | 42 | | | | | | | 0,091 | 0,192 | 0,106 |
| 5 | 46 | 0,216 | 0,202 | 0,110 | 0,155 | 0,178 | 0,110 | | | |
| | 56 | | | | | | | 0,085 | 0,184 | 0,106 |
| | 70 | | | | 0,157 | 0,168 | 0,112 | | | |
| | 74 | 0,216 | 0,184 | 0,121 | | | | | | |
| | 84 | | | | | | | 0,079 | 0,170 | 0,110 |
| | 101 | | | | | | | 0,084 | 0,159 | 0,110 |
| 10 | 109 | 0,227 | 0,165 | 0,134 | | | | | | |
| | 132 | | | | 0,153 | 0,139 | 0,118 | | | |
| | 144 | 0,218 | 0,144 | 0,130 | | | | 0,090 | 0,153 | 0,108 |
| | 720 | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк |

*жидк - наблюдаемый образец представляет свободно текущую жидкость (визуальное наблюдение, ЭХ анализ не проводился).

15 В Таблице G приведены данные по полимеризации AZZ 902 при более высокой температуре (40 градусов Цельсия) при различных концентрациях бетаина. Эти результаты сравниваются также с растворами, содержащими дополнительное количество 5% глицина. В итоге можно сделать вывод, что 5% бетаина стабилизируют AZZ 902 лучше, чем 5%

20 глицина, тем самым подтверждая гипотезу о том, что бетаин является лучшим стабилизатором, чем глицин. Кроме того, Таблица G показывает, что при высокой температуре (40 градусов Цельсия) добавление 1% бетаина мало влияет на полимеризацию циркония, в то время как 8% бетаина полностью стабилизируют соединения Zr. Кроме того, аналогично данным, полученным при комнатной температуре,

25 бетаин и глицин меньше влияют на соединения Al в используемом диапазоне концентраций. Образец с 1% бетаина остается жидкостью, по крайней мере, в течение 630 дней, и гелеобразование обнаруживается через 721 день. С другой стороны, образцы с 5% и 8% бетаина остаются растворами в виде свободно текущей жидкости в течение 721 дня.

Таблица G
Результаты эксклюзионной хроматографии для 30% раствора AZZ-902 с различными концентрациями бетаина при старении при 40 градусах Цельсия.

| Время (дни) | 1% бетаина | | | 5% бетаина | | | 8% бетаина | | | |
|-------------|------------|--------|--------|------------|-------|-------|------------|-------|-------|-------|
| | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | |
| 21 | 0,410 | 0,164 | 0,138 | 0,203 | 0,151 | 0,130 | | | | |
| 22 | | | | | | | 0,171 | 0,152 | 0,140 | |
| 35 | 42 | 0,426 | 0,139 | 0,202 | 0,184 | 0,089 | 0,165 | 0,216 | 0,126 | 0,141 |
| | 64 | | | | | | | 0,177 | 0,113 | 0,159 |
| | 72 | 0,460 | 0,085 | 0,164 | 0,236 | 0,065 | 0,155 | | | |
| | 78 | | | | | | | 0,219 | 0,096 | 0,158 |
| | 105 | 0,460 | 0,073 | 0,160 | 0,261 | 0,061 | 0,156 | | | |
| | 108 | | | | | | | 0,215 | 0,080 | 0,151 |
| 40 | 136 | | | | | | | 0,219 | 0,074 | 0,174 |
| | 144 | 0,466 | 0,060 | 0,166 | 0,285 | 0,078 | 0,159 | | | |
| | 630 | *жидк | *жидк | *жидк | | | | | | |
| | 721 | **гель | **гель | **гель | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк |

*жидк - наблюдаемый образец представляет свободно текущую жидкость (визуальное наблюдение, ЭХ анализ не проводился).

**гель - наблюдаемый образец представляет гелеобразную массу, которая не течет (визуальное наблюдение).

45 С целью сравнения использовали AZZ 902 с тремя различными добавками, то есть 3% бетаина против 3% глицина и 3% гидрохлорида бетаина, как показано в Таблицах H и I. При такой концентрации гидрохлорид бетаина вызывал осаждение вещества с антиперспирантным действием после 1 недели, и поэтому этот эксперимент завершали. С

50 другой стороны, этот бетаин превосходил глицин при стабилизации AZZ 902, давая более низкие f_{p1} значения. Кроме того, как бетаин-, так и глицинсодержащие образцы оставались свободно текущими жидкостями через 721 день при комнатной температуре (Таблица H). Однако при 40 градусах Цельсия образцы, содержащие 5% бетаина, остаются

жидкостью, в то время как образцы, содержащие 5% глицина, становятся гелями через 720 дней (Таблица I).

Таблица H
Результаты эксклюзионной хроматографии для 30% раствора AZZ-902 с различными добавками при старении при комнатной температуре.

| 5 | Время (дни) | 3% бетаина | | | 3% глицина | | | 3% бетаина HCl | | |
|----|-------------|------------|-------|-------|------------|-------|-------|----------------|---------|---------|
| | | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 |
| | 4 | 0,173 | 0,352 | 0,129 | 0,188 | 0,248 | 0,118 | 0,113 | 0,231 | 0,181 |
| | 7 | 0,178 | 0,244 | 0,125 | 0,197 | 0,231 | 0,110 | 0,110 | 0,193 | 0,188 |
| | 11 | 0,185 | 0,253 | 0,113 | 0,200 | 0,213 | 0,104 | ***осад | ***осад | ***осад |
| | 18 | 0,211 | 0,237 | 0,113 | 0,229 | 0,201 | 0,116 | | | |
| 10 | 25 | 0,193 | 0,223 | 0,126 | 0,211 | 0,175 | 0,113 | | | |
| | 32 | 0,222 | 0,216 | 0,107 | 0,237 | 0,161 | 0,126 | | | |
| | 46 | 0,216 | 0,202 | 0,110 | 0,247 | 0,159 | 0,120 | | | |
| | 74 | 0,216 | 0,184 | 0,121 | 0,247 | 0,135 | 0,128 | | | |
| | 109 | 0,227 | 0,165 | 0,134 | 0,241 | 0,117 | 0,130 | | | |
| | 144 | 0,218 | 0,124 | 0,130 | 0,266 | 0,091 | 0,146 | | | |
| 15 | 721 | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк | | | |

*жидк - наблюдаемый образец представляет свободно текущую жидкость (визуальное наблюдение, ЭХ анализ не проводился).
***осад - выпадение осадка в образце.

Таблица I
Результаты эксклюзионной хроматографии для 30% раствора AZZ-902 с различными добавками при старении 40 градусах Цельсия.

| 20 | Время (дни) | 5% бетаина | | | 5% глицина | | | 5% бетаина HCl | | |
|----|-------------|------------|-------|-------|------------|--------|--------|----------------|---------|---------|
| | | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 | Пик 1 | Пик 4 | Пик 5 |
| | 3 | | | | | | | ***осад | ***осад | ***осад |
| | 21 | 0,203 | 0,151 | 0,130 | 0,248 | 0,102 | 0,159 | | | |
| | 42 | 0,184 | 0,089 | 0,165 | 0,253 | 0,091 | 0,172 | | | |
| 25 | 72 | 0,236 | 0,065 | 0,155 | 0,273 | 0,068 | 0,177 | | | |
| | 105 | 0,261 | 0,061 | 0,156 | 0,294 | 0,037 | 0,183 | | | |
| | 144 | 0,285 | 0,078 | 0,159 | 0,308 | 0,030 | 0,186 | | | |
| | 360 | | | | *жидк | *жидк | *жидк | | | |
| | 721 | *жидк | *жидк | *жидк | **гель | **гель | **гель | | | |

*жидк - наблюдаемый образец представляет свободно текущую жидкость (визуальное наблюдение, ЭХ анализ не проводился).
**гель - наблюдаемый образец представляет гелеобразную массу, которая не течет (визуальное наблюдение).
***осад - выпадение осадка в образце.

Пример 3: Summit Z522 с бетаином

Как показывают данные в Таблице J, использование бетаина с веществом с антиперспирантным действием Summit Z522 не дает стабилизирующего эффекта ни при комнатной температуре, ни при более высокой температуре старения в растворе. В обоих случаях растворы, содержащие бетаин, образовывали гели быстрее, чем растворы без бетаина. Вещество с антиперспирантным действием Summit Z522 было единственным антиперспирантом, который был приобретен в виде 29% раствора и приблизительно 4 недельной давности приготовления. Через четыре недели полимеризация вещества с антиперспирантным действием достигла высоких молекулярных весов, и добавление бетаина могло инициировать гелеобразование за счет сшивания больших полимерных фрагментов.

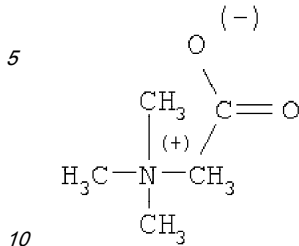
Таблица J
Результаты для 29% раствора Summit Z522 и 8% бетаина при старении при комнатной температуре или при 40 градусах Цельсия.

| 45 | Время (дни) | 0% бетаина | | 8% бетаина | |
|----|-------------|-----------------------|--------|-----------------------|--------|
| | | Комнатная температура | 40°C | Комнатная температура | 40°C |
| | 7 | *жидк | *жидк | *жидк | *жидк |
| | 36 | *жидк | *жидк | *жидк | **гель |
| | 57 | *жидк | *жидк | **гель | |
| 50 | 96 | **гель | **гель | | |

*жидк - наблюдаемый образец представляет свободно текущую жидкость (визуальное наблюдение, ЭХ анализ не проводился).
**гель - наблюдаемый образец представляет гелеобразную массу, которая не течет (визуальное наблюдение).

Формула изобретения

1. Стабилизированная антиперспирантная соль алюминия/циркония/глицина, содержащая стабилизирующую добавку, представляющую собой бетаин формулы I



формула I

в достаточном количестве для обеспечения (a) суммарного отношения (бетаин+глицин)/Zr в интервале 0,1-3,0:1, (b) отношения бетаина к глицину по крайней мере 0,001:1; и (c) достаточно бетаина для того, чтобы по крайней мере 0,1% отношения бетаин+глицин обеспечивалось за счет бетаина.

2. Стабилизированная антиперспирантная соль по п.1, в которой суммарное отношение (бетаин+глицин)/Zr находится в интервале 0,7-1,5:1.

3. Стабилизированная антиперспирантная соль по п.1, в которой соль алюминия-циркония-глицина относится к группе соединений, состоящей из алюминий-цирконий-трихлоргидрекс-глицина, алюминий-цирконий-пентахлоргидрекс-глицина, алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицина, алюминий-цирконий-октахлоргидрекс-глицина, комплекса алюминий-цирконий-трихлоргидрекс-глицина с пропиленгликолем, комплекса алюминий-цирконий-трихлоргидрекс-глицина с дипропиленгликолем, комплекса алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицина с пропиленгликолем, комплекса алюминий-цирконий-тетрахлоргидрекс-глицина с дипропиленгликолем и смесей любых из вышеназванных соединений.

4. Антиперспирантный продукт, содержащий стабилизированную соль по одному из пп.1, 2 или 3.

5. Дезодорантный продукт, содержащий стабилизированную соль по одному из пп.1, 2 или 3.

6. Антиперспирантный и/или дезодорантный стик (карандаш), содержащий: 40-55% циклометикона; 20-30% стеарилового спирта; 7-15% талька; 15-22% соли по п.1, добавленной в форме порошка; и 1-3% ароматизирующего вещества.

7. Шариковый антиперспирант и/или дезодорант, содержащий:

45-65% циклометикона; 0,1-10% циклометикон/диметикон кополиола; 10-25% соли по п.1 в виде 25-45%-ного водного раствора вещества с антиперспирантным действием в расчете на безводную соль; 5-30% воды и 1-3% ароматизирующего вещества.

8. Полутвердый антиперспирант и/или дезодорант, содержащий: 40-70% эластомера в циклометиконе; 5-15% гранул полиэтилена с плотностью в диапазоне 0,91-0,98 г/см³ и средним размером частиц в диапазоне 5-40 мкм; 10-20% C₁₂₋₁₅ алкилбензоата; 0,1-25% соли по п.1 в форме порошка; 1-15% диметикона и 1-3% ароматизирующего вещества.

9. Антиперспирантный и/или дезодорантный гель, содержащий:

5-50% циклометикона; 0,1-10% циклометикон/диметикон кополиола; 0-10% гидрированного полиизобутена 250; 0-10% C₁₂₋₁₅ алкилбензоата; 0-10% диметикона; 0,1-25% соли по п.1, добавленной в форме порошка, или 10-25% водного раствора активного вещества (25-45% активного вещества в расчете на безводную соль); 5-50% воды и 1-3% ароматизирующего вещества.

50