

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：97122745

A61K 8/86 (2006.01)

※ 申請日期：97.6.18

※IPC 分類：~~C08K~~

A61Q 15/00 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

除臭性組合物

DEODORANT COMPOSITIONS

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

美商杜邦股份有限公司

E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

代表人：(中文/英文)

馬瑞安 迪 麥克奈海

MECONNAHEY, MIRIAM D.

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國德來懷州威明頓市馬卡第街1007號

1007 MARKET STREET, WILMINGTON, DELAWARE 19898, U.S.A.

國 籍：(中文/英文)

美國 U.S.A.

三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 哈瑞 巴布 桑卡拉
SUNKARA, HARI BABU
2. 羅加 哈里 帕薩德 R 波拉帝
POLADI, RAJA HARI PRASAD R.

國 籍：(中文/英文)

1. 美國 U.S.A.
2. 美國 U.S.A.

四、聲明事項：

☐主張專利法第二十二條第二項☐第一款或☐第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

☒有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.美國；2007年10月09日；11/869,056

2.

☐無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

☐主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐主張專利法第三十條生物材料：

☐須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於除臭性組合物，其含有呈多種物理形式之聚三亞甲基醚二醇均聚物及共聚物及/或聚三亞甲基醚二醇酯。在至少一個實施例中，該等聚三亞甲基醚二醇均聚物及共聚物及/或聚三亞甲基醚二醇酯主要衍生自由可再生來源獲得之單體(例如1,3-丙二醇)且從而在製造、使用及排放方面更加環保。

【先前技術】

業內存在多種可利用的除臭性產品，其大部分呈固體棒、噴霧、溶液、乳膏、軟膏、洗劑、凝膠或乳液形式。調配產品中之成份通常用作潤膚劑、潤濕劑、保濕劑、乳化劑、潤滑劑、抗微生物劑、化妝品、香水、流變性改良劑等等。某些該等產品係基於溶劑而其他係基於水。

最常見的除臭性產品含有併入遞送媒劑中之活性成份。除臭性產品之期望效果係藉由除臭性活性成份或者藉由媒劑本身在應用位點、大部分情況下在皮膚上達成。

主要類型的除臭性媒劑大多數情況下屬於下列種類：(a)溶液；(b)乳液，水包油型及油包水型二者，包含(例如)洗劑及乳膏；(c)懸浮液；(d)凝膠及(e)包含(例如)棒狀產品之固體(包含半固體)。關於個人護理品及化妝品媒劑之更詳細的討論可見於Handbook of Cosmetic Science and Technology，第二版，由M Paye, A. O. Barel及H. I. Maibach編輯，第99-123頁(2005)中。

除臭性產品中所使用的大多數成份(包含多元醇及聚矽氧)係合成的且衍生自石化產品來源。最近的工業趨勢係向消費者提供天然並基於石油之產品含量減少之產品。

2007年5月11日提出申請之共同擁有之美國申請案第11/801,872號題為"PERSONAL CARE COMPOSITIONS"揭示個人護理品組合物，其包括存於媒劑中之有效量的至少一種活性個人護理品成份，其中該媒劑以該媒劑之重量計包括約0.1至100重量%的聚三亞甲基醚二醇。但未揭示聚三亞甲基醚二醇之具體分子量範圍，且聚三亞甲基醚二醇之較佳量係50重量%或更低。

聚三亞甲基醚二醇之某些單酯及二酯("PO3G酯")具有使其用於多種領域之特性，如2006年11月7日提出申請之共同擁有之美國申請案第11/593,954號題為"POLYTRIMETHYLENE ETHER GLYCOL ESTERS"中所揭示。

美國專利公開案第2006/0165623 A1號闡述天然除臭性系統及用於局部及全身遞送活性成份之天然系統。

美國專利第5650143號揭示除臭性化妝棒產品，其具有半透明或透明的光透射外觀，並含有一定含量的諸如丙二醇、硬脂酸鈉、聚二甲基矽氧共聚醇、三氯生(Triclosan)、Pentadoxynol-200及水等成份。

美國專利公開案第2004/0241200 A1號闡述個人護理產品，其包含除臭劑，不含有四聚體及/或五聚體環聚甲基矽氧流體，但包含至少一種衍生自新戊二醇之新戊基多元醇聚酯、至少一種異鏈烷烴及個人護理調配物。

因此，業內需要具有減少環境影響之產品。對於製造者而言，提供衍生自可再生來源之產品亦具有環境益處。因此，業內需求包括非衍生自石油而是衍生自可再生來源之成份之除臭性產品。此外，業內亦需求其製造方法、其使用及其排放方面環保之成份及產品。

【發明內容】

本發明之一個態樣係除臭性組合物，其包括存於媒劑中之有效量的至少一種活性除臭性成份，其中該媒劑包括聚三亞甲基醚二醇。

本發明之另一態樣係除臭性組合物，其包括聚三亞甲基醚二醇酯及至少一種活性除臭性成份。

本發明之另一態樣係除臭性組合物，其包括存於媒劑中之有效量的至少一種活性除臭性成份，其中該媒劑包括聚三亞甲基醚二醇酯。

本發明之又一態樣係除臭性組合物，其包括存於媒劑中之有效量的至少一種活性除臭性成份，其中該媒劑以該媒劑之重量計包括約5至85重量%的聚三亞甲基醚二醇。

在某些較佳實施例中，該等除臭性組合物以該組合物之總重計包括大於約70%可再生來源成份。

【實施方式】

本文所提及所有公開案、專利申請案、專利及其他參考文獻若未另外說明，則出於所有目的如同詳細闡述一樣皆以引用方式併入本文中。

除非另有說明，否則本文所用所有技術及科學術語皆具

有與普通熟習本發明所屬技術者通常所瞭解之含義相同的含義。倘若出現矛盾，則以本說明書(包含定義)為準。

除明確說明情況外，商標皆以大寫字母表示。

除非另有說明，否則所有百分比、份數、比率等皆以重量計。

當以範圍、較佳範圍或較佳上限值及較佳下限值列表給出量、濃度或其他值或參數時，須將其理解為係具體揭示由任何一對任何上限範圍限值或較佳值與任何下限範圍限值或較佳值形成的所有範圍，無論是否單獨揭示該等範圍。當本文闡述數值範圍時，除非另有說明，否則該範圍意欲包含其端點值及該範圍內之所有整數及分數。本文並非意欲將本發明範圍限定於當界定範圍時所闡述之具體值。

當在闡述值或範圍端點中使用術語"約"時，所揭示內容皆應理解為包含具體值或所涉及端點。

本文所用術語"包括(comprise, comprising)"、"包含(include, including)"、"具有(has, having)"或其任何其他變化形式皆意欲涵蓋非排他性包括之內容。例如，包括一系列要素之製程、方法、物件或裝置並非一定僅限於彼等要素，但可包含其他未明確列出的或此等製程、方法、物件或裝置所固有的要素。此外，除非明確說明相反之情況，否則"或"係指包含性或且非指排他性或。例如，條件A或B可藉由下述任何一個得以滿足：A為真(或存在)且B為假(或不存在)、A為假(或不存在)且B為真(或存在)，以

及A與B二者皆為真(或存在)。

"一(a或an)"之使用係用來闡述本發明元素及組份。此僅為方便起見並給出本發明之廣義描述。除非該闡述明顯指其他情形，否則其應理解為包含一或至少一個且該單數形式亦包含複數形式。

本文材料、方法及實例僅具闡釋性且除特別說明外並非意欲受限。儘管在本發明之實踐或測試中可使用與彼等本文所闡述者相類似或等價之方法及材料，但本文仍對適宜方法及材料加以闡述。

聚三亞甲基醚二醇(PO3G)

本發明除臭性組合物以該除臭性組合物之重量計通常包含約10至約90重量%的聚三亞甲基醚二醇。在某些較佳實施例中，該等組合物以該除臭性組合物之重量計較佳包含約10至約85重量%、且仍更佳約10至約70重量%的聚三亞甲基醚二醇。

聚三亞甲基醚二醇係其中至少50%的重複單元係三亞甲基醚單元之寡聚物及聚合物。更佳約75%至100%、仍更佳約90%至100%且甚至更佳約99%至100%的重複單元係三亞甲基醚單元。

聚三亞甲基醚二醇較佳藉由包括1,3-丙二醇之單體之聚縮合、從而產生含有 $-(CH_2CH_2CH_2O)-$ 鏈(例如三亞甲基醚重複單元)之聚合物或共聚物來製備。如上所述，該等重複單元之至少50%係三亞甲基醚單元。

除該等三亞甲基醚單元以外，亦可存在少量其他單元，

例如其他聚伸烷基醚重複單元。在該揭示內容之上下文中，術語"聚三亞甲基醚二醇"涵蓋由基本上純1,3-丙二醇製備之聚三亞甲基醚二醇、以及含有高至約50重量%共單體之彼等寡聚物及聚合物(包含下文所述之彼等)。

用來製備聚三亞甲基醚二醇之1,3-丙二醇可藉由各種熟知化學路徑中任何一種或藉由生化轉化路徑獲得。最佳地，該1,3-丙二醇係以生化方式由可再生來源獲得("生物-衍生" 1,3-丙二醇)。

1,3-丙二醇之最佳來源係經由發酵過程使用可再生生物來源獲得。作為由可再生來源起始材料之闡釋性實例，已闡述1,3-丙二醇(PDO)之生化路徑，其利用由諸如玉米原料等生物及可再生來源製備之原料。舉例而言，能使丙三醇轉化為1,3-丙二醇之菌株發現於物種克雷白氏桿菌(*Klebsiella*)、檸檬酸桿菌屬(*Citrobacter*)、梭菌屬(*Clostridium*)及乳桿菌屬(*Lactobacillus*)中。該技術揭示於多個專利中，包含美國專利第5633362號、美國專利第5686276號及美國專利第5821092號(出於所有目的如同詳細闡述一樣其揭示內容皆以引用方式併入本文中)。舉例而言，美國專利第5821092號尤其揭示一種使用重組生物體由丙三醇生物製備1,3-丙二醇之方法。該方法併入用異源性pdu二醇脫水酶基因轉化且對1,2-丙二醇具有特異性之大腸桿菌(*E. coli*)。在作為碳來源之丙三醇存在下使經轉化大腸桿菌生長並從生長介質中分離1,3-丙二醇。由於細菌及酵母二者皆可使葡萄糖(例如玉米糖)或其他碳水化合物

物轉化為丙三醇，因此該等公開案中所揭示之方法提供1,3-丙二醇單體之快速、廉價及環境信賴來源。

諸如由上述方法及上文所參考方法製備之生物衍生1,3-丙二醇含有來自由植物併入之大氣二氧化碳之碳，該等植物構成製備1,3-丙二醇之原料。以此方式，較佳用於本發明上下文中之生物衍生1,3-丙二醇僅含有可再生碳而不含有基於化石燃料或基於石油之碳。因此，由於該等組合物中所用1,3-丙二醇未消耗逐漸減少的化石燃料且在降解後將碳釋放回大氣中以便植物再次使用，因此利用生物衍生1,3-丙二醇之本發明聚三亞甲基醚二醇及除臭性組合物對環境具有較少影響。因而，本發明組合物可表徵為：較包括基於石油之二醇之類似組合物更天然且對環境影響較小。

可藉由雙重碳-同位素指紋圖譜將生物衍生1,3-丙二醇及聚三亞甲基醚二醇與由石化產品來源或由化石燃料碳製備之類似化合物區分開。該方法有效區分化學上相同之材料，並藉由生物圈(植物)組份之生長來源(及可能年限)區分共聚物中之碳。同位素 ^{14}C 及 ^{13}C 為該問題提供補充資訊。核半衰期為5730年之放射性碳年齡測定同位素(^{14}C)可使吾人在化石("死的")與生物圈("活著的")原料之間清楚地區分樣品碳(Currie, L. A. "Source Apportionment of Atmospheric Particles", Characterization of Environmental Particles, J. Buffle 及 H.P. van Leeuwen 編輯，IUPAC Environmental Analytical Chemistry Series (Lewis Publishers

公司)之第I卷第1部分(1992) 3-74)。放射性碳年齡測定中之基本假定係大氣中 ^{14}C 濃度恆定導致活有機體中 ^{14}C 恆定。當涉及經分離樣品時，樣品之年齡可由以下關係近似推導

$$t = (-5730/0.693) \ln(A/A_0)$$

其中 t = 年齡，5730年係放射性碳之半衰期，且 A 及 A_0 分別係樣品與現代標準品之比 ^{14}C 活性(Hsieh, Y., Soil Sci. Soc. Am J., 56, 460, (1992))。然而，由於自1950年開始大氣核測試且自1850年開始化石燃料之燃燒，因此 ^{14}C 已獲得第二、地球化學時間特徵。其在大氣 CO_2 中且從而在活生物圈中之濃度近似為20世紀60年代中期所實施核測試之峰值的2倍。其後其逐漸恢復至約 1.2×10^{-12} 之穩態宇宙成因(大氣)基線同位素比率($^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$)，且近似鬆弛"半衰期"為7-10年。(該後者半衰期不必從文獻獲得；相反，吾人必須使用詳細的大氣核輸入/衰減函數以便從核年齡開始追蹤大氣及生物圈 ^{14}C 之變化)。該後者生物圈 ^{14}C 時間特徵使得有希望提供近代生物圈碳每年的年齡測定。可藉由加速器質譜(AMS)量測 ^{14}C ，同時結果以"現代碳之份數" (f_M)單位給出。 f_M 係由分別稱為草酸標準品HOxI及HOxII之美國國家標準與技術研究院(National Institute of Standards and Technology)(NIST)標準參考物質(Standard Reference Materials) (SRMs) 4990B及4990C定義。基本定義係0.95乘以 $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ 同位素比率HOxI(參考公元前1950年)。其大致相當於經衰減修正的工業革命前(pre-Industrial Revolution)

的木材。對於目前活生物圈(植物材料)， $f_M \approx 1.1$ 。

穩定碳同位素比率($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$)為來源鑒定及區分提供補充途徑。既定生物來源材料中之 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 比率係當二氧化碳固定時大氣二氧化碳中 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 比率之結果且亦反映精確的代謝途徑。亦存在區域性變化。石油、 C_3 植物(寬葉類)、 C_4 植物(草類)及海洋碳酸鹽所有在 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 及相應 $\delta^{13}\text{C}$ 值方面皆表現出明顯差異。此外， C_3 及 C_4 植物之脂類物質以不同於衍生自代謝途徑相同之植物之碳水化合物組份的材料的方式分析。在量測精度內，由於同位素分餾效應 ^{13}C 表現大變化，對於本發明其最明顯變化係光合機理。植物中碳同位素比率差異的主要原因與該等植物中光合碳代謝途徑之差異密切相關，尤其在初級羧化(即大氣 CO_2 初始固定)期間發生的反應。植被的兩大分類係彼等併入" C_3 "(或 Calvin-Benson)光合循環者及彼等併入" C_4 "(或 Hatch-Slack)光合循環者。在溫帶氣候地區主要為 C_3 植物(例如硬木及針葉木)。在 C_3 植物中，初級 CO_2 固定或羧化反應涉及酵素核酮糖-1,5-二磷酸酯羧化酶且第一穩定產物係3-碳化合物。另一方面， C_4 植物包含諸如熱帶禾草類、玉米及甘蔗等植物。在 C_4 植物中，涉及另一酵素磷酸烯醇-丙酮酸羧化酶之額外羧化反應係初級羧化反應。第一穩定碳化合物係4-碳酸，其隨後脫羧。由此釋放之 CO_2 由 C_3 循環再次固定。

C_4 與 C_3 兩種植物皆呈現一定範圍的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 同位素比率，但典型值係約 -10 至 -14×10^{-3} (C_4)及 -21 至 -26×10^{-3} (C_3)(Weber

等人，J. Agric. Food Chem., 45, 2942 (1997))。煤及石油通常屬於此後者範圍。 ^{13}C 量測標度初始係藉由將pee dee belemnite (PDB)石灰石設定為零來定義，其中值係以與該材料之千分之幾偏差表示。 $\delta^{13}\text{C}$ 值係以千分率(10^{-3})表示，縮寫為‰，並如下計算：

$$\delta^{13}\text{C} \equiv \frac{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{樣品}} - (^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{標準品}}}{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{標準品}}} \times 1000\text{‰}$$

由於PDB參考材料(RM)已經耗盡，因此已協同IAEA、USGS、NIST及其他所選國際同位素實驗室開發一系列的替代RM。用來表示與PDB之 10^{-3} 偏差的符號係 $\delta^{13}\text{C}$ 。藉由高精度穩定比率質譜(IRMS)針對質量為44、45及46之分子離子對 CO_2 實施量測。

因此，生物衍生1,3-丙二醇及包括生物衍生1,3-丙二醇之組合物可根據 ^{14}C (f_M)及雙重碳-同位素指紋圖譜與其石化衍生對應物完全區分開，從而表明新物質之組成。區分該等產物之能力對工業中跟蹤該等材料有益。舉例而言，包括"新"及"老"兩種碳同位素曲線之產品可與僅由"老"材料製得之產品區分開。因此，在工業中可根據瞬間材料之獨特曲線且出於定義競爭之目的、為測定保存期限且尤其為評價環境影響對其實施追蹤。

較佳地，用作反應物或用作該反應物之組份之1,3-丙二醇具有大於約99重量%、且更佳大於約99.9重量%之純度，如藉由氣相層析分析所測定。尤佳者係如美國專利第

20040260125A1號、美國專利第20040225161A1號及美國專利第20050069997A1號中所揭示之經純化1,3-丙二醇，及如美國專利第20050020805A1號中所揭示由此製備之聚三亞甲基醚二醇。

經純化1,3-丙二醇較佳具有以下特徵：

- (1) 在220奈米處小於約0.200、且在250奈米處小於約0.075、且在275奈米處小於約0.075之紫外吸收；及/或
- (2) 具有小於約0.15之CIELAB "b*"色值(ASTM D6290)之組成且在270奈米處小於約0.075之吸光率；及/或
- (3) 小於約10 ppm之過氧化物組成；及/或
- (4) 小於約400 ppm、更佳小於約300 ppm、且仍更佳小於約150 ppm之總有機雜質(除1,3-丙二醇以外的有機化合物)濃度，如藉由氣相層析所量測。

用來製備聚三亞甲基醚二醇之起始材料端視所期望聚三亞甲基醚二醇、起始材料之效用性、觸媒、設備等而定並包括"1,3-丙二醇反應物"。"1,3-丙二醇反應物"意指1,3-丙二醇、及較佳聚合度為2至9之1,3-丙二醇的寡聚物及預聚物及其混合物。在某些情況下，可期望使用高達10%或更高的低分子量寡聚物(若其可用)。因此，該起始材料較佳包括1,3-丙二醇及其二聚物及三聚物。尤佳起始材料以1,3-丙二醇反應物之重量計包括約90重量%或更高的1,3-丙二醇、且更佳99重量%或更高的1,3-丙二醇。

聚三亞甲基醚二醇可經由業內習知之多種方法來製備，例如美國專利第6977291號及美國專利第6720459號中所揭

示。較佳之方法如先前所併入之美國專利第 20050020805A1 號中所闡述。

如上所述，聚三亞甲基醚二醇除三亞甲基醚單元以外亦可含有較少量的其他聚伸烷基醚重複單元。因此，用於製備聚三亞甲基醚二醇之單體除 1,3-丙二醇反應物以外亦可含有高達 50 重量%(較佳約 20 重量%或更低、更佳約 10 重量%或更低、且仍更佳約 2 重量%或更低)的共單體二醇。適用於該方法之共單體二醇包含脂肪族二醇，例如乙二醇、1,6-己二醇、1,7-庚二醇、1,8-辛二醇、1,9-壬二醇、1,10-癸二醇、1,12-十二烷二醇、3,3,4,4,5,5-六氟-1,5-戊二醇、2,2,3,3,4,4,5,5-八氟-1,6-己二醇及 3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10-十六氟-1,12-十二烷二醇；脂環族二醇，例如 1,4-環己烷二醇、1,4-環己烷二甲醇及異山梨醇；及多羥基化合物，例如丙三醇、三羥甲基丙烷及異戊四醇。共單體二醇之較佳群係選自由下列組成之群：乙二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、2,2-二甲基-1,3-丙二醇、2,2-二乙基-1,3-丙二醇、2-乙基-2-(羥基甲基)-1,3-丙二醇、C₆-C₁₀二醇(例如 1,6-己二醇、1,8-辛二醇及 1,10-癸二醇)及異山梨醇及其混合物。除 1,3-丙二醇以外，尤佳二醇係乙二醇，且 C₆-C₁₀二醇亦係尤其有用。

含有共單體之一種較佳聚三亞甲基醚二醇係諸如闡述於美國專利第 2004/0030095A1 號中之聚(三亞甲基-共-伸乙基醚)二醇。較佳之聚(三亞甲基-共-伸乙基醚)二醇係藉由 50 至約 99 莫耳%(較佳約 60 至約 98 莫耳%、且更佳約 70 至約 98

莫耳%) 1,3-丙二醇與高達50至約1莫耳%(較佳約40至約2莫耳%、且更佳約30至約2莫耳%)乙二醇之酸催化聚縮合反應來製備。

用於實施本發明之聚三亞甲基醚二醇可含有少量其他重複單元，例如脂肪族或芳香族二酸或二酯，例如闡述於美國專利第6608168號中者。該類型聚三亞甲基醚二醇亦可稱為"無規聚三亞甲基醚酯"，且可藉由1,3-丙二醇反應物與約10至約0.1莫耳%的脂肪族或芳香族二酸或其酯(例如對苯二甲酸、間苯二甲酸、二苯甲酸、萘二甲酸、雙(對羧基苯基)甲烷、1,5-萘二甲酸、2,6-萘二甲酸、2,7-萘二甲酸、4,4'-磺醯基二苯甲酸、對-(羥基乙氧基)苯甲酸及其組合、及對苯二甲酸二甲酯、二苯甲酸酯、間苯二甲酸酯、萘二甲酸酯及鄰苯二甲酸酯；及其組合)之聚縮合反應來製備。在該等物中，以對苯二甲酸、對苯二甲酸二甲酯及間苯二甲酸二甲酯為較佳。

較佳用於本文中之聚三亞甲基醚二醇之數目平均分子量通常為約200至約3000且較佳約200至約2000。在使用水溶性聚三亞甲基醚二醇之實施例中，數目平均分子量較佳小於約1000、更佳約250至約950。較佳用於本文中之聚三亞甲基醚二醇通常係多分散性較佳為約1.0至約2.2、更佳約1.2至約2.0且仍更佳約1.2至約1.8之多分散聚合物。

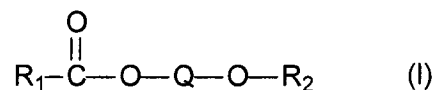
用於本發明中之該等聚三亞甲基醚二醇較佳具有小於約100 APHA且更佳小於約50 APHA之色值。

如上所述之聚三亞甲基醚二醇通常應具有低急性口服毒

性，且不為皮膚或眼睛刺激物或皮膚致敏物。

聚三亞甲基醚二醇之單酯及二酯(PO3G酯)

用於本發明中之PO3G酯可闡述為包括一或多種式(I)之化合物：



其中Q表示聚三亞甲基醚二醇除去羥基後之殘基，R₂係H或R₃CO，且R₁及R₃中每一個皆單獨為含有6至40個碳原子之經取代或未經取代之芳香族、飽和脂肪族、不飽和脂肪族或脂環族有機基團。

PO3G酯較佳係藉由主要包括1,3-丙二醇之含有羥基之單體(包含2個或更多個羥基之單體)的聚縮合反應以形成PO3G(如下文進一步詳細揭示者)、隨後與單羧酸(或等效物)發生酯化反應來製備，如先前所併入2006年11月7日提出申請之美國公開案第11/593,954號題為"POLYTRIMETHYLENE ETHER GLYCOL ESTERS"中所揭示。

由此製備之PO3G酯係以該等酯之總重計較佳包括約50至100重量%、更佳約75至100重量%二酯及0至約50重量%、更佳0至約25重量%單酯之組合物。較佳地，該等單酯及二酯係2-乙基己酸、硬脂酸、油酸、棕櫚酸、次亞麻油酸及月桂酸之酯。該等除臭性組合物包括約0.5重量%至約10重量%且較佳介於約1重量%與8重量%之間之乳化劑/增溶劑(例如聚(三亞甲基醚)二醇酯(PO3G酯))。

用來製備該酯之PO3G不必與基礎流體原料之PO3G共-組份相同。

當媒劑包括如上所述PO3G酯時，則不必添加經乙氧基化之化合物。因此，可製造實質上不含經乙氧基化之化合物(即小於總組合物之約0.1重量%)之除臭性組合物。然而，在除臭性組合物或媒劑中存在所添加經乙氧基化之化合物並不會使此等媒劑或組合物超出本發明範圍。

功能性成份

在大多數實施例中，除聚三亞甲基醚二醇以外，本發明除臭性產品亦包括為使用者身體提供益處之某些功能性成份。此等材料通常為彼等普通熟習有關個人護理品組合物技術人員所熟知，且可包含保濕劑、抗細菌劑及香料。

該等功能性成份(及如下文所述除臭性組合物之其他成份)可根據其提供之益處或根據其所假定的作用模式來分類。然而，應瞭解在某些情況下用於本文中之該等功能性成份(及其他成份)可提供一種以上的益處或經由一種以上的作用模式起作用。因此，為方便起見在本文中進行分類且並非意欲將活性成份限定於特殊應用或所列應用。

適宜地可納入本發明除臭性產品中作為功能性成份之物質的實例包含下列：

(1)呈香水形式產生嗅覺反應之香料及香水，及除提供香水反應外亦可減少身體惡臭之除臭性香料；

(2)皮膚清涼劑，例如薄荷醇、乙酸薄荷酯、吡咯啉酮羧酸薄荷酯、N-乙基-對-薄荷烷-3-甲醯胺及薄荷醇之其他

衍生物，其以皮膚上涼爽感之形式產生觸覺反應；

(3)潤膚劑，例如肉豆蔻酸異丙酯、礦物油、植物油及丙三醇/甘油，其產生皮膚光滑增加之形式的觸覺反應；

(4)除香料以外的除臭性成份，其功能係減少皮膚表面上微生物群、尤其彼等造成身體惡臭者之含量或將其消除，其包含除臭劑之前體；

(5)保濕劑，其藉由添加濕氣或防止從皮膚上蒸發來保持皮膚濕潤；

(6)粉末、顏料及著色劑；及

(7)醫藥製劑。

皮膚有益試劑之其他實例包含磨料；吸收劑；美觀組份(例如遮光劑)及珠光助劑(例如乙二醇二硬脂酸酯及經 TiO_2 塗覆之雲母)；香精油；皮膚感覺劑；化妝品及藥物收斂劑，例如丁子香油、薄荷醇、樟腦、玫瑰胺油、丁子香酚、乳酸薄荷酯及金縷梅餾出物(witch hazel distillate)；祛痘劑，例如間苯二酚、硫、水楊酸、過氧化苯甲醯、紅黴素及鋅；抗塊結試劑；抗微生物試劑，例如丁基胺基甲酸碘丙酯；抗氧化劑；化妝品殺生物劑；外用鎮痛藥；pH改良劑，例如檸檬酸，檸檬酸鈉，琥珀酸，磷酸，氫氧化鈉及碳酸鈉；皮膚安撫劑及/或癒合劑，例如泛醇及衍生物如乙基泛醇、蘆薈、泛酸及其衍生物、尿囊素；甜沒藥萜醇(bisabolol)及甘草酸二鉀；類視色素，例如視黃醇棕櫚酸酯；煙鹼酸生育醇酯；皮膚處理劑；維生素及其衍生物；及其他類似材料。

潤濕劑描述為在容器中及在皮膚上控制產品與空氣之間之濕氣交換的試劑。潤濕劑亦描述為防止皮膚乾燥或增加皮膚表層水含量之化合物(例如吸濕性化合物)。

儘管聚三亞甲基醚二醇本身係有用的潤濕劑，具有強烈的保留水趨勢且在凝膠劑不存在時形成凝膠，但其亦可與其他潤濕劑或保濕劑一起使用以：(a)藉由抑制或防止水散失而有助於皮膚之水合作用；(b)從大氣中吸收水並與皮膚水合；(c)提高皮膚直接從大氣中吸收水之能力；或(d)其任一組合。保濕劑亦可最大程度減少或防止皮膚乾燥及龜裂。

適宜的保濕劑包含疏水試劑、親水試劑及其組合。保濕劑之實例係尿囊素、丙三醇、聚甲基丙烯酸甘油基酯、泛醇、多元醇、腦醯胺、琉璃苣油(亞麻油酸)、生育酚(維生素E)、生育醇亞麻油酸酯、聚二甲基矽氧、玻尿酸、吡咯啉酮羧酸鈉(sodium pyrrolidone carboxylic acid)(PCA鈉)、小麥蛋白(例如，月桂基二胺基羥丙基水解小麥蛋白)、毛髮角蛋白胺基酸、泛醇；月見草油；GLA 3及其他魚油(其可包含(例如) ω -3及 ω -6油及/或亞麻油酸)；及亞麻籽油及其混合物。亦可使用其他保濕劑。

其他成份

在本發明情況下，聚三亞甲基醚二醇與水用作媒劑(或該媒劑之組份)，或者通常將聚三亞甲基醚二醇及活性成份中一者或兩者溶解於、懸浮於或乳化至上文所討論類型媒劑中。

除已提及之彼等以外，多種其他成份亦可存在於本發明除臭性組合物中。此等其他成份之實例包含凝膠劑、表面活性劑、乳化劑及防腐劑。同樣，可存在脂肪酸之鹽，例如硬脂酸、棕櫚酸、油酸或次亞麻油酸之鈉或鉀鹽，包含其混合物。

吾人期望本文所揭示之除臭性組合物中某些或大部分成份衍生自可再生來源。在較佳實施例中，該等組合物以該組合物之總重計包括大於約70%的可再生來源成份。

纖維素膠在本發明組合物中亦可用作添加劑。舉例而言，美國專利第2003/0198616A1號闡述潤濕皮膚凝膠，其中水溶性羥基烷基纖維素聚合物通常實施使組合物凝膠並形成濕氣障壁以減少經皮水分散失之雙重功能。較佳之纖維素膠包含水溶性羥基烷基纖維素聚合物，例如羥甲基纖維素、羥乙基纖維素及羥丙基纖維素。在皮膚接觸化合物中已使用之其他增稠劑包含阿拉伯膠、瓊脂、藻酸鹽、角叉菜膠、黃蓍膠、黃原膠、骨膠原、聚羧乙烯、單硬脂酸甘油酯、聚乙基吡咯啉酮及聚丙烯醯胺。

本發明除臭性組合物中亦可使用表面活性劑。典型表面活性劑揭示於美國專利第2003/0007939A1號中。

多數個人護理產品係含有油滴存於連續水性媒介中之分散液之水包油型乳液。表面活性劑或乳化劑通常用來有助於油在水中的乳化過程並用來穩定由此形成之乳液防止物理降解過程。該等係具有疏水及親水性部分且用來減小其溶於其中之水溶液之表面張力的化合物。儘管聚三亞甲基

醚二醇可容易地分散於連續水性媒介中而無需添加任何乳化劑或表面活性劑，但在本發明多數較佳實施例中仍可使用另外乳化劑。可使用經許可用於化妝品用途之多數乳化劑。可操作乳化劑包含非離子、陰離子、陽離子、兩性或兩性離子乳化劑及其摻和物。適宜乳化劑揭示於美國專利第3755560號及美國專利第4421769號中。實例係聚乙二醇20、去水山梨醇單月桂酸酯(聚山梨醇酯20)、聚乙二醇20硬脂基醚(Brij 78，硬脂醇聚醚20 (Steareth 20))、月桂醇之聚乙二醇醚(Laureth 23)、聚山梨醇酯80 (Tween 80)及卵磷脂。然而，大部分該等表面活性劑係基於石油，且其較佳由諸如本發明聚三亞甲基醚二醇月桂酸酯等可再生來源材料替代。個人護理品組合物中其他常用成份包含防腐劑，其可選自業內習知且可購得之多種防腐劑。實例包含苯甲醇、對羥基苯甲酸甲酯、對羥基苯甲酸丙酯、DMDM己內鹽脲、甲基氯異噻唑啉、甲基異噻唑啉酮、咪唑烷基脲苯氧基乙醇、苯甲酸鈉及苯甲酸。EDTA及其鹽常用來進一步改良保存。

如本文所述除臭性組合物包括在總除臭性組合物之約10重量%至約95重量%範圍內、較佳介於約20重量%與90重量%之間之載劑或媒劑組合物。在該媒劑組合物中，約5重量%至約85重量%、較佳約10至約70重量%係聚(三亞甲基醚)二醇(PO3G)。該媒劑通常包括水、醇(例如乙醇、異丙醇)、二醇(例如1,3-丙二醇、1,2-丙二醇)、多元醇(例如甘油、山梨醇、木糖醇、甘露醇、麥芽糖醇)及油類(例如

植物油)或其組合。吾人期望至少某些此等成份係衍生自可再生來源。

如上所述，該等除臭性組合物包括約0.5重量%至約10重量%、較佳約1重量%至約8重量%的凝固劑或凝膠劑(例如硬脂酸鈉)。該等除臭性組合物包括約0.5重量%至約10重量%、且較佳介於約1重量%與8重量%之間之乳化劑/增溶劑(例如聚(三亞甲基醚)二醇酯(PO3G酯))。

該等除臭性組合物通常亦包括一或多種功能性添加劑，包含香水、抗細菌劑(例如IRGASAN)及諸如此類。通常，香水以介於約0.1重量%至約3重量%之間、且較佳介於約0.3重量%與約2.5重量%之間之量納入。香水可選自(例如)諸如玫瑰木、熏衣草、檸檬、酸橙、蜜橘、玫瑰花、芫荽子、柏樹、橙葉油及松樹等香精油。抗細菌劑係以介於約0.1重量%與1.5重量%之間、較佳介於約0.2重量%與1.5重量%之間之量添加。適宜抗細菌劑之實例包含三氯生(5-氯-2-(2,4-二氯苯氧基)苯酚)及CHLORACEL®乳酸氯羥化鋁鈉(Reheis公司，Berkeley Heights, NJ)。

使用常用調配物及混合技術可容易地製備本發明除臭性組合物。使用聚三亞甲基醚二醇製備幾種個人護理品組合物之方法闡述於實例中，該等實例僅具實例性而並非意欲進行限定。

產品形式

除臭性組合物或產品通常呈固體或凝膠棒、乳膏、洗劑、噴霧等形式。從而，該等組合物可製成多種產品類

型。該等包含但不限於洗劑、乳膏、凝膠、棒、噴霧等等。

大部分常用除臭性產品含有併入遞送媒劑中之活性成份。除臭性產品之所期望效果係藉由將該等除臭性活性成份或藉由將該媒劑本身施用於應用位點在大多數情況下施用於皮膚或毛髮上而達成。借助於該媒劑即用作載劑之媒劑，將該活性成份遞送至其中欲達成所期望效果之應用位點。

主要類型的除臭性媒劑大多數情況下屬於以下種類：(a) 溶液；(b) 乳液，水包油型及油包水型二者；且包含洗劑及乳膏；(c) 懸浮液；(d) 凝膠；及(e) 包含棒狀產品之固體及半固體。可經由如業內習知之滾抹式施用器提供存於某些媒劑中之除臭性產品(包含液體、凝膠、懸浮液及乳液)來應用。關於個人護理品及化妝品媒劑之討論見於先前所併入 Handbook of Cosmetic Science and Technology，第2版，由 M Paye, A. O. Barel 及 H. I. Maibach 編輯，第 99-123 頁(2005)中。

溶液

個人護理產品中通常所使用的溶液係或者基於水介質或基於水性醇介質，或者基於惰性油性材料。大部分有機溶劑不適宜，此乃因其具有引起皮膚刺激或滲透進入身體之局部或全身性毒性。除水以外常用於個人護理品組合物中之溶劑之實例係聚丙二醇、聚乙二醇、乙醇、丙三醇、乙二醇、1,2,4-丁三醇、1,2,6-己三醇、乙醇、異丙

醇、丁三醇、山梨醇酯、丁二醇(butanediol、butylene glycol)、己二醇、甲基丙二醇、吡咯啉酮、N-甲基吡咯啉酮、二甲基亞砷、二甲基砷及類似溶劑及其混合物。含有此等溶劑之局部調配物闡述於(例如)美國專利第2004/0105873A1號中。

較佳者係水溶液。適合水溶液之聚三亞甲基醚二醇係分子量(Mn)小於約1000之均聚物，或者諸如分子量小於約3000之聚三亞甲基-伸乙基醚二醇之水溶性共聚物。較佳之溶液通常包括少量的聚三亞甲基醚二醇，以除臭性組合物之重量計通常為約0.1至約10重量%。除臭性產品通常調配成溶液。

凝膠

本發明"凝膠"係其中分散相已與連續相結合以產生黏性、果凍狀產品之膠體。

本發明凝膠可係水性的或非水性的。該等凝膠通常包括媒劑，該媒劑除聚三亞甲基二醇以外亦包括如上所述之凝膠劑。該等凝膠之媒劑亦通常包括溶劑。

根據本發明之該態樣，較佳之除臭性組合物包括存於媒劑中之有效量的至少一種活性個人護理品成份，其中該媒劑係包括凝膠劑及以組合物重量計約10至約70重量%聚三亞甲基醚二醇之凝膠。較佳地，該媒劑以組合物之重量計包括約30至約95重量%、且更佳約40至約80重量%的聚三亞甲基醚二醇。該媒劑亦較佳包括溶劑、更佳水。除臭性組合物可呈凝膠形式。

聚三亞甲基醚二醇/水凝膠

然而，在一個較佳實施例中，該凝膠係包括水及較低分子量聚三亞甲基醚二醇之水性凝膠，其中該聚三亞甲基醚二醇用作凝膠劑，且較佳係唯一的凝膠劑。在該實施例中，在環境溫度(例如，在約25°C或以下)下該凝膠較佳不可流動，且在約35°C或更高溫度下變為可流動液體及/或在與人體或動物皮膚接觸後變為可流動液體。

在該實施例中，聚三亞甲基醚二醇之凝膠化行為對分子量、共單體量及水含量敏感。端視聚合物分子量及其濃度而定，當添加至水中並混合時其可形成乳液或均勻溶液。較佳地，該聚三亞甲基醚二醇分子量(Mn)應小於約1000，且共單體含量應小於約10莫耳%。較佳地，該聚三亞甲基醚二醇實質上係1,3-丙二醇之均聚物。

該等凝膠組合物可容易地藉由在環境溫度下將聚三亞甲基醚二醇直接添加至水中來製備。添加順序即聚合物至水中或水至聚合物中並非關鍵。無需加熱。水性混合物在數分鐘內由可流動流體狀態轉變為不可流動的凝膠或乳膏狀態。當所產生凝膠加熱至高於約35°C之溫度時，其恢復至其初始可流動狀態，但在冷卻後能再次凝膠。因此，在使用中，該等凝膠在與人類或動物皮膚接觸後變為液體。由於聚三亞甲基醚二醇在水介質中之該獨特行為，因此該等較低分子量聚三亞甲基醚二醇具有獨特的組合特性且可用作潤滑劑、表面活性劑、潤濕劑、保濕劑及潤膚劑。

添加至該凝膠組合物中之任何其他成份(例如活性除臭

性成份)較佳在凝膠形成後添加。

水性系統中聚三亞甲基醚二醇之該凝膠行為與(例如)某些環氧乙烷及環氧丙烷嵌段共聚物相比有所不同，該等環氧乙烷及環氧丙烷嵌段共聚物在水中於高溫下表現凝膠化行為但在較低溫度下表現水溶解性。舉例而言，先前所併入美國專利第5256396號揭示一種組合物，其包括水及環氧乙烷與環氧丙烷之水溶性、非離子型嵌段共聚物。該組合物在環境溫度下或低於環境溫度時可流動，但在與動物之溫熱表面接觸後迅速形成不可流動的凝膠。該等聚三亞甲基醚二醇呈現相反行為，即在室溫下形成不可流動的凝膠且在與人類身體溫熱表面接觸後轉變成可流動液體。

藉由聚三亞甲基醚二醇經由凝膠形成來保留水可使其用作優良的潤濕媒劑。本發明水性凝膠組合物之該實施例可容易地用水從基質(例如皮膚或臉)上洗掉。諸如乙烯/丙烯酸共聚物等試劑可添加至本發明組合物中(若需要)以改良其抵抗被洗掉之性能。

乳液

乳液係廣泛用作個人護理品媒劑。"乳液"意指藉由少部分稱為乳化劑之物質(其可為非離子型、陰離子型、陽離子型或兩性離子型)使兩種或更多種不混溶液體保存於懸浮液中的穩定混合物。在水包油乳液之情況下，油相係內部相或分散相，且水相係外部相(連續相)或載劑相。在油包水乳液之情況下，水相係內部相或分散相，且油相係外部相(連續相)或載劑相。

若乳液係液體(在環境溫度下可流動)，其通常被稱為洗劑。乳膏係實質上呈不可流動形式(在環境溫度下)之乳液。在重力下乳膏通常無法流過孔，此乃因其與洗劑相比具有較重的黏稠度。乳液之黏稠度或黏度係端視多個因素而定，包含內部相與外部相之比率、油相之類型、及連續相中有或無增稠劑存在。

水包油型及油包水型之兩相乳液護膚製劑(例如洗劑及乳膏)在化妝品行業內已眾所周知並用於本發明中。如美國專利第4254105號中所揭示之三相乳液組合物(例如水包油包水型)亦可用於本發明中。通常，此等三相乳液含有水、潤膚劑及乳化劑作為基本成份。用於兩種類型乳液中且在基於溶劑之媒劑中亦用作溶劑之油類通常包含烴油及蠟(例如，石蠟脂、礦物油、微晶蠟、聚烯烴、石蠟、櫻膠素、地蠟、聚乙烯、全氫化角鯊烯、聚 α -烯烴、氫化聚異丁烯及其組合)。較佳者係脂肪酸衍生物、膽固醇、膽固醇衍生物、雙酸甘油酯及三酸甘油酯(例如，蓖麻油、大豆油、衍生大豆油(例如經馬來酸化之大豆油)、紅花油、棉籽油、玉米油、核桃油、花生油、橄欖油、魚肝油、杏仁油、鱈梨油、棕櫚油、芝麻油、植物油及植物油衍生物、葵花籽油、椰子油及衍生椰子油、棉籽油及衍生棉籽油、荷荷芭油、可可油及其組合，以及已經部分或全部氫化之前述油類中之任一種)、乙醯甘油酯(例如乙醯化單甘油酯)、烷基酯、烯基酯(例如，肉豆蔻酸油基酯、硬脂酸油基酯、油酸油基酯及其組合)、羊毛脂及其衍生物

(例如，羊毛脂、羊毛脂油、羊毛脂蠟、羊毛脂醇、羊毛脂脂肪酸、羊毛脂酸異丙酯、乙醯化羊毛脂、乙醯化羊毛脂醇、羊毛脂醇亞麻油酸酯、羊毛脂醇蓖麻油酸酯、羥基化羊毛脂、氫化羊毛脂及其組合)、蠟酯(例如，蜂蠟及蜂蠟衍生物、鯨蠟、肉豆蔻酸肉豆蔻基酯、硬脂酸硬脂基酯及其組合)、類固醇及磷脂及其組合。烷基酯之實例包含脂肪酸之異丙基酯及長鏈脂肪酸之長鏈酯(例如 SEFA(脂肪酸之蔗糖酯))、異戊四醇酯、芳香族單酯、二酯或三酯、蓖麻油酸鯨蠟酯、棕櫚酸異丙酯、豆蔻酸異丙酯、蓖麻油酸鯨蠟酯及蓖麻油酸硬脂基酯。其他實例包含月桂酸己酯、月桂酸異己酯、棕櫚酸異己酯、油酸癸酯、油酸異癸酯、硬脂酸十六烷基酯、硬脂酸癸基酯、異硬脂酸異丙基酯、己二酸二異丙基酯、己二酸二異己基酯、己二酸二己基癸基酯、癸二酸二異丙基酯、異壬酸醯基酯、乳酸月桂基酯、乳酸肉豆蔻基酯、乳酸鯨蠟基酯及其組合。又，其他適宜油類包含乳質三酸甘油酯(例如，羥基化乳質甘油酯)及多元醇脂肪酸聚酯。亦有用者係植物蠟，例如巴西棕櫚蠟及小燭樹蠟；類固醇，例如膽固醇、膽固醇脂肪酸酯；及磷脂，例如卵磷脂及衍生物、神經鞘脂、腦醯胺、糖神經鞘脂及其組合。

懸浮液

本發明另一態樣係包括懸浮液之除臭性組合物。懸浮液係由分散於液體或半固體媒介中之固體顆粒組成。藉由減小粒徑及/或藉由增加載劑相之黏度來最大程度地減少儲

存期間之沈積。懸浮液之典型用途基本上與彼等上文針對水包油及油包水乳液所列者相同。

較佳之懸浮液包括存於媒劑中之有效量的至少一種固體活性除臭性成份，該媒劑以除臭性組合物之重量計包括約60至約90重量%的聚三亞甲基醚二醇。在一個較佳實施例中，該媒劑包括聚三亞甲基醚二醇及/或聚三亞甲基醚二醇酯溶於溶劑中之溶液。在較佳實施例中，該組合物係洗劑或乳膏。

固體

本發明又一態樣係關於個人護理品組合物，其包括有效量的至少一種活性個人護理品成份、固化劑及以除臭性組合物之重量計約10至約90重量%聚三亞甲基醚二醇，其中該組合物在環境溫度(例如，25℃及以下)呈固體或半固體形式。較佳地，該組合物包括約10至約80重量%、更佳約20至約70重量%的聚三亞甲基醚二醇。

固體遞送媒劑通常以拉伸形式澆注成棒。藉由使該等棒摩擦至皮膚上可遞送多種個人護理品成份。實例包含除臭棒。業內存在數種達成固體棒特性之方式，例如蠟與油之混合物與基於通常藉由硬脂酸鈉固化之水性丙二醇及/或醇混合物之溶液。較佳地，該固化劑係選自由蠟及硬脂酸鈉組成之群。在較佳實施例中，本文所述組合物實質上不含含有聚矽氧之材料。本文所用"實質上不含"意指小於總除臭性組合物之約0.1重量%的聚矽氧。

本發明固體個人護理產品亦可磨碎並以粉末形式使用。

其他形式

吾人應注意上述大部分液體媒劑可呈泡沫形式，該等泡沫係氣體在液體相中之分散液。氣體球可係從膠狀至肉眼可見之任一尺寸，如呈肥皂泡形式。典型液體泡沫係彼等用於修面膏等中者。

液體或固體媒劑系統亦可作為氣溶膠施用。"氣溶膠"意指液體或固體顆粒存於氣體中之懸浮液，該等顆粒通常在膠狀尺寸範圍內。納入者係微細噴霧(除臭劑等)。各種類型的懸浮液係藉由將組份與壓縮氣體一起置於容器(罐)中來製備。當閥打開時氣體壓力使得混合物以微細噴霧(氣溶膠)形式釋放。實例係香料、除臭劑、修面膏及諸如此類。推進氣體可係(例如)烴(丙烷、異丁烯)、氯氟烴、二氧化碳或一氧化二氮。

實例

除非另有說明，否則下文實例中所用化學品及試劑皆自Sigma-Aldrich公司，St. Louis, MO獲得形式使用。

ZEMEA™ 1,3-丙二醇自DuPont Tate & Lyle Bio Products, Wilmington, DE購得。

IRGASAN™ 係Ciba Specialty Chemical's三氯生之商標名。

所用香水係得自New Directions Aromatics公司，Toronto, CA之法國薰衣草香精油(Lavender French Essential Oil)。

本文所用PEG意指聚乙二醇。

下文實例中所用水係蒸餾水/去離子水。

實例 1- 聚(三亞甲基醚)二醇(PO3G均聚物)之合成

使配備有氮氣入口及蒸餾頭之22-升4-頸圓底燒瓶裝有11877克1,3-丙二醇。將液體以10升/分鐘之速率用氮氣鼓泡，並實施機械攪拌(使用由燒瓶下方磁力攪拌器驅動之攪拌磁體)約15分鐘。15分鐘後，自分液漏斗經由一個埠在至少5分鐘之時間內逐滴緩慢添加108克硫酸。當該添加完成後，將15克1,3-丙二醇(PDO)添加至分液漏斗中並旋轉以去除任何殘留硫酸。將其添加至燒瓶中。攪拌混合物並如上鼓泡並加熱至160°C。在聚合反應期間藉由蒸餾去除反應之水並連續收集。繼續該反應14小時，其後使其冷卻(同時保持攪拌及鼓泡)至45°C。

如下對粗材料實施水解。將粗聚合物與等體積的蒸餾水一起添加至2升5-頸圓底燒瓶(配備有冷凝器及機械混合器)中。機械攪拌該混合物，以約150毫升/分鐘之速率用氮氣鼓泡，並加熱至100°C。使其回流4小時，其後關閉加熱並使該混合物冷卻至45°C。停止攪拌並使鼓泡降低至最小。在冷卻期間發生相分離。去除水相水並丟棄之。將等於初始量之體積的蒸餾水添加至仍保留在燒瓶中之濕聚合物中。再次實施混合、鼓泡並加熱至100°C 1小時，其後關閉加熱並如上使材料冷卻。去除水相並丟棄之。

殘餘硫酸由滴定法測定並用過量氫氧化鈣中和。使該聚合物在減壓下於90°C下乾燥3小時且隨後藉助預塗覆有CELPURE C-65助濾劑之Whatman濾紙實施過濾。所產生

PO3G數目平均分子量為500。將200 ppm BHT即抗氧化劑添加至該聚合物中。

實例2- 聚(三亞甲基-伸乙基醚)二醇共聚物之合成

重複上述程序，只是在量上有所變化：1,3-丙二醇(8811.2克)、1,2-乙二醇(3080.8克)及硫酸(108克)且反應時間至25小時以得到數目平均分子量(Mn)為890之聚(三亞甲基-伸乙基醚)二醇共聚物。將200 ppm BHT即抗氧化劑添加至該聚合物中。

實例3- 聚三亞甲基醚二醇之2-乙基己酸酯之合成

將125克1,3-丙二醇裝入裝有攪拌器、冷凝器及氮氣入口之500毫升燒瓶中。用乾燥氮氣吹掃燒瓶中之液體並添加0.62克濃硫酸。將反應溫度升高至170°C並使該反應在170°C下進行160分鐘。隨後將溫度升高至180°C並保持在180°C下3小時。

使反應混合物冷卻至110°C並添加70.95克2-乙基己酸(99%)。隨後在氮氣流動下將反應溫度升高至120°C且在180 rpm下繼續攪動並在該溫度下保持4小時。隨後停止加熱並使產物冷卻至室溫。

將25克所得產物與100克1重量%氫氧化鈉溶液混合，充分攪動混合物並轉移至分液漏斗中。去除含水層，將100毫升水添加至產物中，充分攪動並去除含水層。重複後一步驟一次以上。使用旋轉蒸發器在90°C下乾燥產物。該產物分子量為385。所得產物使用於下文實例中之調配物中。

實例4- 聚三亞甲基醚二醇之月桂酸酯之合成。

將1504.5克1,3-丙二醇裝入裝有攪拌器、冷凝器及氮氣入口之5升燒瓶中。用乾燥氮氣沖洗燒瓶中之液體並加熱至170℃。在溫度達到170℃後，添加7.8克濃硫酸。繼續該反應3小時。將反應溫度升高至180℃並使該反應進行2小時20分鐘。

將305克所得產物與400克月桂酸及3.5克濃硫酸在裝有攪拌器、冷凝器及氮氣入口之2升燒瓶中混合。使反應溫度升高至140℃。隨後在140℃下繼續反應15分鐘，在150℃下反應55分鐘並在165℃下反應45分鐘。隨後使產物冷卻。

將450克所得產物與955克5重量%碳酸鈉溶液混合，並加熱至70℃同時在氮氣流動下攪拌。30分鐘後，將產物轉移至分液漏斗中。去除水層。使用旋轉蒸發器在90℃下乾燥產物。該產物分子量為640。所得產物使用於下文實例中之調配物中。

採用實例1之聚三亞甲基醚二醇之除臭劑

下文實例中所述除臭性調配物包括功能性成份(IRGASAN及香水)、媒劑聚三亞甲基醚二醇(PO3G)及水及其他成份，例如PEG單月桂酸酯(增溶劑)及硬脂酸鈉(固化劑)。

下文實例中所製備之除臭劑之穩定性由目視檢查確定。穩定調配物在每個實例中所列溫度下於至少30天內不明顯變軟、膨脹或收縮。穩定性亦可藉由熱分析技術(例如差

示掃描熱量測定法)測定。

實例 5-6

將硬脂酸鈉、聚三亞甲基醚二醇、PEG單月桂酸酯及水裝入裝有攪拌器之250毫升燒瓶中並實施摻和。將經摻和之混合物加熱至90℃同時在180 rpm下攪拌。在該等固體完全融化並形成清澈溶液後，使溫度降低至80℃並添加三氯生。10分鐘後，添加香水。停止加熱並將產物轉移至容器中同時冷卻。使所轉移產物冷卻至室溫。實例5之產物在45℃下穩定且實例6之產物在40℃下穩定。

成份	實例5	實例6
硬脂酸鈉，%	6.5	10
聚(三亞甲基醚)二醇，%	60	40
PEG單月桂酸酯，%	2.0	2.0
水，%	31.0	47.5
IRGASAN™三氯生，%	0.2	0.2
香水，%	0.3	0.3

實例 7

將6.5克硬脂酸鈉、30克聚(三亞甲基醚)二醇、30克ZEMEA™、2.0克PEG單月桂酸酯及31.0克水裝入裝有攪拌器之250毫升燒瓶中並實施摻和。使經摻和之混合物加熱至90℃同時在180 rpm下攪拌。在該等固體完全融化並形成清澈溶液後，使溫度降低至80℃並添加0.2克三氯生。10分鐘後，添加香水。停止加熱並將產物轉移至容器中同時冷卻。使所轉移產物冷卻至室溫。該產物在45℃下穩定。該除臭劑之媒劑組合物含有34.0重量%的聚(三亞甲基

醚) 二 醇 。

成份	重量%
硬脂酸鈉	6.5
聚(三亞甲基醚)二醇	30.0
ZEMEA™	30.0
PEG單月桂酸酯	2.0
水	31.0
IRGASAN™三氯生	0.2
香水	0.3

實例 8

將 6.5 克硬脂酸鈉、12 克聚(三亞甲基醚)二醇、50 克 ZEMEA™ 及 31.0 克水裝入裝有攪拌器之 250 毫升燒瓶中並實施摻和。將經摻和之混合物加熱至 90℃ 同時在 180 rpm 攪拌。在固體完全融化並形成清澈溶液後，使溫度降低至 80℃ 並添加 0.2 克三氯生。10 分鐘後添加香水。停止加熱並將產物轉移至容器中同時冷卻。使所轉移產物冷卻至室溫。該產物在 45℃ 下穩定。該除臭劑之媒劑組合物含有 12.9 重量%的聚(三亞甲基醚)二醇。

成份	重量%
硬脂酸鈉	6.5
聚(三亞甲基醚)二醇	12.0
ZEMEA™	50.0
水	31.0
IRGASAN™三氯生	0.2
香水	0.3

實例 9-11：包括聚三亞甲基醚二醇酯之除臭劑
(未經乙氧基化)

實例 9

將 6.5 克硬脂酸鈉、60.0 克 ZEMEA™、2.0 克聚(三亞甲基醚)二醇酯(如根據上文實例 3 所製備)及 31.0 克水裝入裝有攪拌器之 250 毫升燒瓶中並實施摻和。將經摻和之混合物加熱至 90℃ 同時在 180 rpm 攪拌。在固體完全融化並形成清澈溶液後，將溫度降低至 80℃ 並添加 0.2 克三氯生。10 分鐘後添加香水。停止加熱並將產物轉移至容器中同時冷卻。使所轉移產物冷卻至室溫。該產物在 45℃ 下穩定。該除臭劑含有 2 重量%的聚(三亞甲基醚)二醇之 2-乙基己酸酯。

成份	重量%
硬脂酸鈉	6.5
ZEMEA™	60
聚(三亞甲基醚)二醇之 2-乙基己酸酯	2.0
水	31.0
IRGASAN™ 三氯生	0.2
香水	0.3

實例 10

將 6.5 克硬脂酸鈉、50.0 克 ZEMEA™、10.0 克聚(三亞甲基醚)二醇、2.0 克實例 3 之聚(三亞甲基醚)二醇之 2-乙基己酸酯及 31.0 克水裝入裝有攪拌器之 250 毫升燒瓶中並實施摻和。將經摻和之混合物加熱至 90℃ 同時在 180 rpm 攪

拌。在該等固體完全融化並形成清澈溶液後，將溫度降低至80℃並添加0.2克三氯生。10分鐘後添加香水。停止加熱並將產物轉移至容器中同時冷卻。使所轉移產物冷卻至室溫。該產物在45℃穩定。該除臭劑之媒劑組合物含有11重量%的聚(三亞甲基醚)二醇且該除臭性組合物含有2重量%的聚(三亞甲基醚)二醇之2-乙基己酸酯。

成份	重量%
硬脂酸鈉	6.5
ZEMEA™	50.0
聚(三亞甲基醚)二醇	10.0
聚(三亞甲基醚)二醇之2-乙基己酸酯	2.0
水	31.0
IRGASAN™三氯生	0.2
香水	0.3

實例 11

將6.5克硬脂酸鈉、50.0克ZEMEA™、10.0克實例1之聚(三亞甲基醚)二醇、2.0克實例4之聚(三亞甲基醚)二醇月桂酸酯及31.0克水裝入裝有攪拌器之250毫升燒瓶中並實施摻和。將經摻和之混合物加熱至90℃同時在180 rpm攪拌。在該等固體完全融化並形成清澈溶液後，將溫度降低至80℃並添加0.2克三氯生。10分鐘後添加香水。停止加熱並將產物轉移至容器中同時冷卻。使所轉移產物冷卻至室溫。該產物在45℃下穩定。該除臭劑之媒劑組合物含有11重量%的聚(三亞甲基醚)二醇且該除臭劑含有2重量%的聚(三亞甲基醚)二醇月桂酸酯。

成份	重量%
硬脂酸鈉	6.5
ZEMEA™	50.0
聚(三亞甲基醚)二醇	10.0
聚(三亞甲基醚)二醇月桂酸酯	2.0
水	31.0
IRGASAN™三氯生	0.2
香水	0.3

實例 12

將 6.5 克硬脂酸鈉、60.0 克實例 2 之聚(三亞甲基-伸乙基醚)二醇共聚物、2.0 克 PEG 單月桂酸酯及 31.0 克水裝入裝有攪拌器之 250 毫升燒瓶中並實施摻和。將經摻和之混合物加熱至 90°C 同時在 180 rpm 攪拌。在該等固體完全融化並形成清澈溶液後，將溫度降低至 80°C 並添加 0.2 克三氯生。10 分鐘後添加香水。停止加熱並將產物轉移至容器中同時冷卻。使所轉移產物冷卻至室溫。該產物在 45°C 下穩定。該除臭劑之媒劑組合物含有 65.9 重量%的聚(三亞甲基醚)二醇共聚醇。

成份	重量%
硬脂酸鈉	6.5
聚(三亞甲基-伸乙基醚)二醇	60.0
PEG 單月桂酸酯	2.0
水	31.0
IRGASAN™三氯生	0.2
香水	0.3

五、中文發明摘要：

本發明係關於除臭性組合物，其含有呈多種物理形式之聚三亞甲基醚二醇均聚物及共聚物及/或聚三亞甲基醚二醇酯。在至少一個實施例中，該等聚三亞甲基醚二醇均聚物及共聚物及/或聚三亞甲基醚二醇酯主要衍生自由可再生來源獲得之單體(例如1,3-丙二醇)且從而在製造、使用及排放方面更加環保。

六、英文發明摘要：

This invention relates to deodorant compositions containing polytrimethylene ether glycol homo- and copolymers and/or polytrimethylene glycol ester(s) in a variety of physical forms. In at least one embodiment, the polytrimethylene ether glycol homo- and copolymers and/or polytrimethylene glycol ester(s) are derived predominantly from monomers (e.g., 1,3-propanediol) obtained from renewable resources, and are thus more environmentally friendly in terms of manufacture, use and disposal.

十、申請專利範圍：

1. 一種除臭性組合物，其包括存於媒劑中之有效量的至少一種活性除臭性成份，其中該媒劑包括聚三亞甲基醚二醇。
2. 如請求項1之除臭性組合物，其中該媒劑另外包括一或多種選自下列各物之可再生來源材料：水、乙醇、丁醇、1,3-丙二醇、丙三醇、1,2-丙二醇、山梨醇、木糖醇、甘露醇、麥芽糖醇及植物油。
3. 如請求項1之除臭性組合物，其中該媒劑以該媒劑之重量計包括約5至85重量%的聚三亞甲基醚二醇。
4. 如請求項1之除臭性組合物，其中該媒劑以該媒劑之重量計包括約10至70重量%的聚三亞甲基醚二醇。
5. 如請求項1之除臭性組合物，其中該聚三亞甲基醚二醇之數目平均分子量為200至3000。
6. 如請求項1之除臭性組合物，其中該組合物實質上不含含有聚矽氧之材料。
7. 一種除臭性組合物，其包括聚三亞甲基醚二醇酯及至少一種活性除臭性成份。
8. 如請求項1之除臭性組合物，其進一步包括聚三亞甲基醚二醇酯。
9. 如請求項8之除臭性組合物，其中該組合物以該組合物之總重計包括0.1至10重量%的聚三亞甲基醚二醇酯。
10. 如請求項7之除臭性組合物，其中該組合物實質上不含經乙氧基化之材料。

11. 如請求項1之除臭性組合物，其中該組合物進一步包括以下各物中之一或多種：

- (a) 脂肪酸之鈉鹽或鉀鹽；
- (b) 香水
- (c) 抗細菌劑；及
- (d) 著色劑。

12. 如請求項1之除臭性組合物，其以該組合物之總重計包括大於約70%的可再生來源成份。

13. 如請求項2之除臭性組合物，其中該一或多種可再生來源材料之量以該媒劑之重量計係約15至95重量%。

14. 如請求項11之除臭性組合物，其進一步包括一或多種聚三亞甲基醚二醇及/或聚三亞甲基醚二醇酯。

15. 如請求項13之除臭性組合物，其中該組合物實質上不含含有聚矽氧之材料。

16. 如請求項15之除臭性組合物，其中該組合物進一步包括以下各物中之一或多種：

- (a) 脂肪酸之鈉鹽或鉀鹽；
- (b) 香水
- (c) 抗細菌劑；及
- (d) 著色劑。

17. 如請求項1或13之除臭性組合物，其呈選自由固體及膠棒、乳膏、洗劑、液體及噴霧組成之群之形式。

18. 如請求項13之除臭性組合物，其以該組合物之總重計包括大於約70%的可再生來源成份。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：