РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2 597 401** (13) **C2**

(51) МПК
C01F 7/00 (2006.01)
C01F 7/56 (2006.01)
A61K 8/26 (2006.01)
A61Q 15/00 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: **2014145840/05, 17.04.2012**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.04.2012

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **17.04.2012**

(43) Дата публикации заявки: **10.06.2016** Бюл. № **16**

(45) Опубликовано: **10.09.2016** Бюл. № **25**

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **WO 2009076591 A1, 18.06.2009. WO 2011087702 A2, 21.07.2011. RU 2335278 C2, 10.10.2008. RU 2008134891 A, 10.03.2010.**

(85) Дата начала рассмотрения заявки PCT на национальной фазе: **17.11.2014**

(86) Заявка PCT:
US 2012/033926 (17.04.2012)

(87) Публикация заявки PCT:
WO 2013/158077 (24.10.2013)

Адрес для переписки:
129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, строение 3, ООО "Юридическая фирма Городисский и Партнеры"

(72) Автор(ы):
ЮАНЬ Шаотан (US),
ПАНЬ Лун (US),
ВОН Джон (US),
ПАППАС Ираклис (US),
МАСТЕРС Джеймс (US)

(73) Патентообладатель(и):
КОЛГЕЙТ-ПАЛМОЛИВ КОМПАНИ (US)

RU 2597401 C2

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИИ СОЛИ АЛЮМИНИЯ

(57) Реферат:

Группа изобретений относится к разработке антиперспирантных солей. Описан способ получения композиции соли алюминия с использованием сочетания основного органического буфера с источником ионов щелочноземельного металла, в молярном соотношении от 1:1 до 18:1. При этом антиперспирантная композиция содержит алюминийхлоридное соединение, имеющее молярное отношение алюминия к хлориду от 0,3:1 до 3:1, имеющую отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3, равное по меньшей мере 2, и основный органический буфер. Технических результатом изобретения является увеличение качества с помощью получения антиперспирантных солей, содержащих меньшие по размеру алюминий- и/или цирконийсодержащих частиц. 3 н. и 22 з.п. ф-лы, 2 табл., 8 пр.

RU 2597401 C2

RUSSIAN FEDERATION

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 597 401** (13) **C2**

(51) Int. Cl.
C01F 7/00 (2006.01)
C01F 7/56 (2006.01)
A61K 8/26 (2006.01)
A61Q 15/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2014145840/05, 17.04.2012**

(24) Effective date for property rights:
17.04.2012

Priority:
(22) Date of filing: **17.04.2012**

(43) Application published: **10.06.2016** Bull. № **16**

(45) Date of publication: **10.09.2016** Bull. № **25**

(85) Commencement of national phase: **17.11.2014**

(86) PCT application:
US 2012/033926 (17.04.2012)

(87) PCT publication:
WO 2013/158077 (24.10.2013)

Mail address:
129090, Moskva, ul. B. Spasskaja, 25, stroenie 3, OOO "JUridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery"

(72) Inventor(s):
YUAN SHaotan (US),
PAN Lun (US),
VON Dzhon (US),
PAPPAS Iraklis (US),
MASTERS Dzhejms (US)

(73) Proprietor(s):
KOLGEJT-PALMOLIV KOMPANI (US)

(54) METHOD OF PRODUCING ALUMINIUM SALT COMPOSITION

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: group of inventions relates to development of antiperspirant salts. Described is a method of obtaining a composition using a combination of a basic organic buffer with a source of alkali-earth metal ions, in molar ratio of 1:1 to 18:1. Antiperspirant composition contains an aluminium chloride compound having a molar ratio of aluminium to chloride from 0.3:1 to 3:1, with ratio of intensity of SEC peak 4 to intensity of SEC-peak 3 equal to at least 2, and a basic organic buffer.

EFFECT: improving quality by producing antiperspirant salts containing smaller aluminium- and/or zirconium-containing particles.

25 cl, 2 tbl, 8 ex

RU 2597401 C2

RU 2597401 C2

Уровень техники

Антиперспирантные соли, такие как хлоргидрекс алюминия (также называемый хлоргидрексными полимерными солями алюминия и сокращенно обозначенный здесь как ACH) и глициновые соли алюминия-циркония (сокращенно обозначенные здесь как ZAG, комплексы ZAG или AZG), содержат, как известно, разнообразные полимерные и олигомерные частицы с молекулярной массой (MW), равной 100-500000. Клиническими исследованиями было показано, что, в общем, чем меньше частицы, тем выше эффективность уменьшения потовыделения.

В стремлении увеличить качество и количество меньших по размеру алюминий- и/или цирконийсодержащих частиц ряд усилий был сфокусирован на: (1) том, как выбрать компоненты ACH и ZAG, которые влияют на действенность данных материалов как антиперспирантов; и (2) том, как работать с данными компонентами, чтобы получить и/или сохранить присутствие меньших типов данных компонентов. Данные попытки включали разработку аналитических методик идентификации компонентов. Эксклюзионная хроматография (SEC) или гельпроникающая хроматография (GPC) представляют собой методы, часто используемые для получения информации о распределении полимеров в растворах антиперспирантных солей. При использовании подходящих хроматографических колонок в коммерческих комплексах ACH и ZAG обычно может быть обнаружено пять различных групп полимерных частиц, проявляющихся на хроматограмме как пики 1, 2, 3, 4 и пик, известный как пик “5, 6”. Пик 1 относится к более крупным Zr-содержащим частицам (размером более примерно 60 ангстрем). Пики 2 и 3 относятся к более крупным алюминийсодержащим частицам. Пик 4 относится к меньшим алюминийсодержащим частицам (алюминийсодержащие олигомеры или малые алюминийсодержащие кластеры), и с ним связывают повышенную эффективность как Al-, так и Al/Zr-солей. Пик 5, 6 относится к наименьшим алюминийсодержащим частицам. Различные аналитические подходы для характеристики пиков действующих веществ ACH и различных типов ZAG приведены в работе “Antiperspirant Actives - Enhanced Efficacy Aluminum-Zirconium-Glycine (AZG) Salts”, Dr. Allan H. Rosenberg (Cosmetics and Toiletries Worldwide, Fondots, D. C. ed., Hartfordshire, UK: Aston Publishing Group, 1993, стр. 252, 254-256).

Ранее автор изобретения описал в WO 2009/075678 и WO 2009/076591 соли алюминия, имеющие SEC-хроматограмму, показывающую высокую интенсивность SEC-пика 4. В качестве побочного продукта получения данных композиций с использованием основания щелочноземельного металла образуется соль щелочноземельного металла. Когда соль представляет собой галогенид щелочноземельного металла, высушить материал затруднительно, поскольку соль гигроскопична. Было бы желательно, чтобы присутствовала менее гигроскопичная соль. Здесь описан способ получения соли алюминия, содержащей меньшее количество соли щелочноземельного металла в качестве побочного продукта.

Сущность изобретения

Описан способ получения композиции соли алюминия, включающий:

I) нагрев водного раствора алюминийхлоридного соединения, имеющего молярное отношение алюминия к хлориду от 0,3:1 до 3:1, до температуры от по меньшей мере 50°C до температуры кипения в течение периода времени по меньшей мере 1 час;

II) предоставление водного раствора, содержащего источник щелочноземельного металла, чтобы получить раствор соли алюминия с отрегулированным значением pH, имеющий pH от 2 до 5; и

где по меньшей мере один основной органический буфер совместно используют по

меньшей мере с одним из растворов: I) водным раствором соли, содержащей алюминий и хлорид, и II) водным раствором, содержащим щелочноземельный металл, где раствор соли алюминия с отрегулированным значением pH содержит соль алюминия с молярным отношением OH:Al от 2:1 до 2,6:1, где молярное отношение основного органического буфера к иону щелочноземельного металла составляет от 0,22:1 до 18:1.

Описана композиция, полученная данным способом.

Описана композиция, содержащая алюминийхлоридное соединение, имеющее молярное отношение алюминия к хлориду от 0,3:1 до 3:1, показывающая хроматограмму, полученную методом эксклюзионной хроматография (SEC), имеющую отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3, равное по меньшей мере 2, и основный органический буфер.

Дополнительные области применимости настоящего изобретения будут ясны из подробного описания, представленного здесь ниже. Следует понимать, что подробное описание и конкретные примеры, хотя и указывают на предпочтительный вариант осуществления изобретения, служат лишь иллюстративным целям и не предназначены ограничивать объем изобретения.

Подробное описание изобретения

Нижеследующее описание предпочтительного(ых) варианта(ов) осуществления является по своей природе лишь иллюстративным и никоим образом не предназначено ограничивать изобретение, его применение или использование.

Осуществление способа начинают с нагрева водного раствора алюминийхлоридного соединения, имеющего молярное отношение алюминия к хлориду от 0,3:1 до 3:1, до температуры от по меньшей мере 50°C до температуры кипения в течение периода времени по меньшей мере 1 час. В других вариантах осуществления температура может составлять от 50°C до 120°C, от 50°C до 100°C, от 75°C до 100°C или от 90°C до 100°C. В другом варианте осуществления температура равна 95°C. В одном варианте осуществления раствор хлорида алюминия имеет концентрацию от 0,01 до 3 M, необязательно от 1 до 3 M, от 1,5 до 3 M или от 2 до 3 M. В других вариантах осуществления период времени равен от 1 до 6 часов, от 1 до 5 часов, от 1 до 4 часов, от 2 до 5 часов, от 2 до 4 часов или от 2 до 3 часов.

Водный раствор, содержащий источник иона щелочноземельного металла, такого как кальций, добавляют к раствору соли алюминия в течение времени реакции, чтобы получить раствор соли алюминия с отрегулированным значением pH, имеющий pH от 2 до 5.

Основный органический буфер изначально совместно используют с солью, содержащей алюминий и хлорид, и/или совместно используют с водным источником иона щелочноземельного металла.

Раствор соли алюминия с отрегулированным значением pH имеет молярное отношение OH:Al от 2:1 до 2,6:1.

Основный органический буфер может представлять собой любой органический буфер, который будет генерировать ион OH^-, когда основный органический буфер находится в воде. Примеры основного органического буфера включают в себя следующие, но без ограничения ими: аргинин, лизин, гистидин, цистеин, тирозин и мочевину. В определенных вариантах осуществления основный органический буфер представляет собой аргинин.

Необязательно, может быть включен второй буфер, который не является основным органическим буфером. Примеры вторых буферов включают в себя следующие, но без ограничения ими: аминокислоты, которые не являются основным органическим

буфером, глицин и триметилглицин.

Щелочноземельный металл может представлять собой любой щелочноземельный металл; необязательно, щелочноземельный металл выбирают из кальция, стронция и бария. В определенных вариантах осуществления щелочноземельный металл представляет собой кальций.

Ион щелочноземельного металла, такого как кальций, может обеспечиваться основанием, таким как гидроксид щелочноземельного металла, гидроксид кальция, оксид щелочноземельного металла, или оксид кальция, или солью щелочноземельного металла, такой как хлорид щелочноземельного металла, хлорид кальция, карбонат щелочноземельного металла, или карбонат кальция. В одном варианте осуществления гидроксид кальция представляет собой источник ионов щелочноземельного металла.

В определенных вариантах осуществления молярное отношение основного органического буфера к иону щелочноземельного металла составляет от 0,22:1 до 18:1. В других вариантах осуществления молярное отношение основного органического буфера к иону щелочноземельного металла составляет от 0,3:1 до 18:1, необязательно от 0,4:1 до 18:1, от 0,5:1 до 18:1, от 1:1 до 18:1, от 1,5:1 до 18:1, от 1,9:1 до 18:1, от 2:1 до 18:1, от 1:1 до 3:1, от 1,5:1 до 3:1, от 1,5:1 до 2,5:1, от 1,5:1 до 2:1, от 1,9:1 до 3:1, от 1,9:1 до 2,5:1 или от 1,9:1 до 2:1. В определенных вариантах осуществления основный органический буфер представляет собой аргинин и щелочноземельный металл представляет собой кальций.

В определенных вариантах осуществления количество соли щелочноземельного металла в конечном продукте может быть уменьшено по меньшей мере на 10%, необязательно по меньшей мере на 20%, по меньшей мере на 30%, по меньшей мере на 40%, по меньшей мере на 50%, по меньшей мере на 60%, по меньшей мере на 70%, по меньшей мере на 80%, по меньшей мере на 90% или по меньшей мере на 10-90% по сравнению со способами, в которых используются другие буферы, которые не являются основными органическими буферами.

В некоторых вариантах осуществления соль циркония также может быть добавлена к раствору соли алюминия с отрегулированным значением pH. В одном другом таком варианте осуществления молярное отношение Al:Zr составляет от 2:1 до 10:1, необязательно от 5:1 до 10:1. В одном варианте осуществления раствор $ZrOCl_2$ добавляют к раствору соли алюминия с отрегулированным значением pH. В одном таком варианте осуществления молярное отношение Al:Zr равно 8. В другом таком варианте осуществления молярное отношение Al:Zr равно 7. В одном другом таком варианте осуществления молярное отношение Al:Zr равно 9.

Алюминийхлоридное соединение для использования в вышеупомянутых способах может быть получено из разнообразных источников. В определенных вариантах осуществления примеры алюминийхлоридного соединения включают в себя следующие, но без ограничения ими: трихлорид алюминия, хлоргидрат алюминия и дихлоргидрат алюминия. В одном таком варианте осуществления алюминийхлоридное соединение представляет собой трихлорид алюминия.

Способ может дополнительно включать в себя стадию сушки композиции.

Способ может быть использован для того, чтобы получить композицию соли алюминия, имеющую высокий SEC-пик 4 в водном растворе. В некоторых вариантах осуществления композиции соли алюминия, полученные данной ступенчатой методикой, включают в себя соли алюминия, имеющие молярное отношение алюминия к хлориду от 0,3:1 до 3:1; соль алюминия имеет отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3, равное по меньшей мере 7, и интенсивность пика 4 превышает

интенсивность пика 5 в водном растворе.

Соль алюминия может представлять собой по меньшей мере одну соль алюминия, выбранную из хлоргидрата алюминия, сесквихлоргидрата алюминия и дихлоргидрата алюминия или соответствующей соли алюминия-циркония.

Способ может быть использован для того, чтобы получить соли алюминия и/или соли алюминия-циркония, имеющие высокие содержания низкомолекулярных Al- и Zr-содержащих частиц. Высокие содержания низкомолекулярных Al- и Zr-содержащих частиц отражаются на характере SEC-хроматограммы, которая имеет превалирующий пик 4 и малые пики 1, 2, 3 и 5. За полимеризацией активных антиперспирантных веществ в водных растворах и соответствующим процессом гелеобразования следили путем контроля профиля молекулярной массы полиалюминийоксогалогенидов во времени с помощью SEC. Относительное время удерживания (Kd) для каждого из данных пиков изменяется в зависимости от экспериментальных условий, но пики остаются соотносящимися относительно друг друга. Данные в таблицах в примерах были получены с помощью SEC-хроматограммы с использованием следующих параметров: аналитического насоса и контроллера Waters®600, инжектора Rheodyne® 7725I, колонки Protein-Pak® 125 (Waters), рефрактометрического детектора Waters 2414. Использовали азотную кислоту с концентрацией 5,56 мМ в качестве подвижной фазы, скорость потока составляла 0,50 мл/мин, объем впрыска 2,0 микролитра. Данные анализировали с использованием программного обеспечения Water® Empower (Waters Corporation, Милфорд, Массачусетс). Концентрация антиперспиранта в растворе не влияет на время удерживания.

Разработка современных антиперспирантных (AP) солей нацелена на активные вещества с высокими содержаниями низкомолекулярных Al- и Zr-содержащих частиц, что отражается на характере SEC-хроматограммы, которая имеет интенсивный пик 4 и низкие пики 1, 2 и 3. В настоящем исследовании содержания частиц, соответствующие данным пикам, оценивают на основе следующих отношений (или процентных долей):

$$f_{Pi} = \frac{Pi}{\Sigma Pj} \qquad \text{i=1, 2, 3, 4, 5; j=2, 3, 4, 5,}$$

где f_{Pi} представляет собой долю пика i, а Pi или Pj представляют собой интенсивности пиков Pi или Pj, соответственно. Количество низкомолекулярных Al-содержащих частиц будет коррелировать с долей f_{P4} или процентной долей $f_{P4}\times100$ SEC-пика 4. Вкратце, предпочтительная антиперспирантная соль имела бы весьма низкие значения f_{P1}, f_{P2}, f_{P3} и/или f_{P5} и высокое значение f_{P4}.

В определенных вариантах осуществления отношение пика 4 к пику 3 равно по меньшей мере 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 90, 100 или любому числу вплоть до бесконечности.

В одном варианте осуществления соль алюминия и/или соль алюминия-циркония в водном растворе показывает SEC-профиль, в котором отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3 равно по меньшей мере 7. В таких вариантах осуществления процентная доля SEC-пика 4 в общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6 на SEC-хроматограмме составляет: по меньшей мере 50%; по меньшей мере 60%; по меньшей мере 70%; по меньшей мере 80%; по меньшей мере 90% или от 95 до 100%. В другом таком варианте осуществления площадь SEC-пика 4 составляет 100%.

В другом варианте осуществления соль алюминия и/или соль алюминия-циркония в водном растворе показывает SEC-профиль, в котором отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3 равно по меньшей мере 7, и показывает малую

процентную долю SEC-пика 3. В таких вариантах осуществления композиция имеет процентную долю площади SEC-пика 3 в общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6 на SEC-хроматограмме, составляющую: менее 10%; менее 5%; менее 2%; менее 1%; менее 0,9%; менее 0,8%; менее 0,7%; менее 0,6%; менее 0,5%; менее 0,4%; менее 0,3%; менее 0,2% или менее 0,1%. В другом таком варианте осуществления композиция не имеет площади SEC-пика 3.

В другом варианте осуществления соль алюминия и/или соль алюминия-циркония в водном растворе показывает SEC-профиль, в котором отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3 равно по меньшей мере 7, и показывает малые процентные доли SEC-пика 5. В таких вариантах осуществления процентная доля площади SEC-пика 5 в общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6 на SEC-хроматограмме составляет: менее 30%; менее 20%; менее 10%; менее 5% или менее 1%. В другом таком варианте осуществления композиция не имеет площади SEC-пика 5.

В другом варианте осуществления соль алюминия и/или соль алюминия-циркония в водном растворе показывает SEC-профиль, в котором отношение SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3 равно по меньшей мере 7, и показывает малую процентную долю SEC-пика 1 и малую процентную долю SEC-пика 2. В таком варианте осуществления процентная доля площади SEC-пика 1 в общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6 на SEC-хроматограмме составляет: менее 10%; менее 5%; менее 2%; менее 1%; менее 0,9%; менее 0,8%; менее 0,7%; менее 0,6%; менее 0,5%; менее 0,4%; менее 0,3%; менее 0,2% или менее 0,1%. В другом варианте осуществления комплекс не имеет площади SEC-пика 1. В другом варианте осуществления процентная доля площади SEC-пика 2 в общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6 на SEC-хроматограмме составляет: менее 10%; менее 5%; менее 2%; менее 1%; менее 0,9%; менее 0,8%; менее 0,7%; менее 0,6%; менее 0,5%; менее 0,4%; менее 0,3%; менее 0,2% или менее 0,1%. В другом варианте осуществления композиция не имеет площади SEC-пика 2.

Композиции соли алюминия и/или композиции соли алюминия-циркония могут быть использованы в разнообразных антиперспирантных продуктах. Если продукт применяют как твердый порошок, размер частиц активного антиперспирантного вещества по изобретению может представлять собой любой желаемый размер и может включать в себя общепринятые размеры, такие как в диапазоне от 2 до 100 микрон, причем избранные сорта имеют средний размер частиц 30-40 микрон; сорта более мелкой фракции имеют распределение среднего размера частиц 2-10 микрон со средним размером 7 микрон, получаемым с помощью подходящего способа сухого помола; и тонкоизмельченные сорта имеют средний размер частиц, меньший либо равный 2 микрон, или меньший либо равный 1,5 микрон.

Композиции данного изобретения могут быть использованы для составления рецептур антиперспирантов, имеющих улучшенную эффективность. Такие антиперспиранты включают в себя твердые продукты, такие как карандаши и кремы (причем кремы иногда включают в термин “мягкие твердые продукты”), гели, жидкости (такие как жидкости, подходящие для шариковых продуктов) и аэрозоли. Формы данных продуктов могут представлять собой суспензии или эмульсии. Данные активные антиперспирантные вещества могут быть использованы в качестве активного антиперспирантного вещества в любой антиперспирантной композиции. Примеры рецептур, которые могут быть получены с использованием активного антиперспирантного вещества, и применения данных композиций можно найти в публикациях PCT/US 2007/087145 (опубликована как WO 2009/075678) и PCT/US 2008/086556 (опубликована как WO 2009/076591).

Соли алюминия могут быть также использованы в водоподготовке, при обработке сточных вод и сшивке глин.

Примеры

Изобретение дополнительно описано в следующих примерах. Примеры являются лишь иллюстративными и никоим образом не ограничивают объем описанного и заявленного изобретения.

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ ПРИМЕР

$AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в количестве 18,81 ммоль забуферевают 23,136 ммоль глицина в 29 мл деионизированной воды, выдерживают при 95°C и интенсивно перемешивают. К данному раствору добавляют по каплям в течение периода 2 часов 9 мл суспензии $Ca(OH)_2$ (23,14 ммоль). Используют молярное отношение $(OH)^-:(Al)^{3+}$, равное 2,46. После реакции pH составляет 3,5. Конечная концентрация [Al] равна 0,495 М.

ПРИМЕР 1

$AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в количестве 18,81 ммоль забуферевают 23,136 ммоль L-аргинина в 29 мл деионизированной воды, выдерживают при 95°C в стеклянном реакторе и интенсивно перемешивают. К данному раствору добавляют по каплям в течение периода 2 часов 9 мл суспензии $Ca(OH)_2$ (12,08 ммоль). Реакционный раствор продолжают нагревать и перемешивать в течение дополнительного 1 ч. Используют молярное отношение $(OH)^-:(Al)^{3+}$, равное 2,51. После реакции pH составляет 4,2. Конечная концентрация [Al] равна 0,495 М.

ПРИМЕР 2

$AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в количестве 18,82 ммоль забуферевают 23,133 ммоль L-аргинина в 29 мл деионизированной воды, выдерживают при 95°C в стеклянном реакторе и интенсивно перемешивают. К данному раствору добавляют по каплям в течение периода 2 часов 9 мл суспензии $Ca(OH)_2$ (11,58 ммоль). Реакционный раствор продолжают нагревать и перемешивать в течение дополнительного 1 ч. Используют молярное отношение $(OH)^-:(Al)^{3+}$, равное 2,46. После реакции pH составляет 3,5. Конечная концентрация [Al] равна 0,495 М.

ПРИМЕР 3

$AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в количестве 18,81 ммоль забуферевают 23,136 ммоль L-аргинина в 29 мл деионизированной воды, выдерживают при 95°C в стеклянном реакторе и интенсивно перемешивают. К данному раствору добавляют по каплям в течение периода 2 часов 9 мл суспензии $Ca(OH)_2$ (11,92 ммоль). Реакционный раствор продолжают нагревать и перемешивать в течение дополнительного 1 ч. Используют молярное отношение $(OH)^-:(Al)^{3+}$, равное 2,5. После реакции pH составляет 4. Конечная концентрация [Al] равна 0,495 М.

ПРИМЕР 4

Материал из примера 1 подвергают состариванию в течение четырех дней при комнатной температуре (23°C).

Пример 1 и сравнительный пример характеризуют эксклюзионной хроматографией. Они оба не имеют пика 1, пика 2 или пика 3 и оба имеют похожие интенсивности пика 4 и пика 5. Примеры с 2 по 5 также характеризуют эксклюзионной хроматографией. Ни один из данных примеров не имеет пика 1, пика 2 или пика 3. Данные сведены в таблице 1.

Таблица 1

Пример	Молярное отношение Al^{3+}:Arg:Ca^{2+}	Ионы Ca^{2+}	OH^-/Al^{3+}	Пик 4	Пик 5	% Уменьшения количества $CaCl_2$
Сравнительный	Не применимо	23,15	2,46	97,56%	2,44%	Неприменимо
Пример 1	1:1,23:0,641	12,08	2,51	96,28%	3,72%	47,8
Пример 2	1:1,23:0,615	11,58	2,46	92,94%	7,06%	50
Пример 3	1:1,23:0,633	11,92	2,5	94,90%	5,10%	48,5
Пример 4	1:1,23:0,641	12,08	2,51	96,59%	3,41%	47,8

Из представленных выше данных можно видеть, что при использовании аргинина количество гидроксида кальция в реакции может быть уменьшено. При уменьшении количества гидроксида кальция для образования хлорида кальция будет иметься меньше доступного кальция. С уменьшением количества хлорида кальция сушка соли алюминия будет осуществляться легче, поскольку в композиции присутствует меньше гигроскопичного вещества (хлорида кальция).

ПРИМЕР 5

$AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в количестве 18,82 ммоль в 29 мл деионизированной воды нагревают и выдерживают при 95°C в стеклянном реакторе и интенсивно перемешивают. К данному раствору добавляют по каплям в течение периода 2 часов 9 мл суспензии 12,08 ммоль $Ca(OH)_2$ и 23,17 ммоль мочевины. Используют молярное отношение $(OH)^-:(Al)^{3+}$, равное 2,51. После реакции pH составляет 2,8. Конечная концентрация [Al] равна 0,495 М. Интенсивность пика 4 равна 19,4%, интенсивность пика 3 равна 0,5%, а интенсивность пика 5 равна 80,1%.

ПРИМЕР 6

$AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в количестве 18,81 ммоль растворяют в 9,83 мл деионизированной воды. Раствор выдерживают при 95°C в стеклянном реакторе и интенсивно перемешивают. К данному раствору добавляют по каплям в течение периода 2 часов 9 мл суспензии, содержащей 23,16 ммоль L-аргинина и 12,09 ммоль $Ca(OH)_2$. Реакционный раствор продолжают нагревать и перемешивать в течение дополнительного 1 ч. Используют молярное отношение $(OH)^-:(Al)^{3+}$, равное 2,51. После реакции pH составляет 3,3. Конечная концентрация [Al] равна 1 М. Молярное отношение Al^{3+}:Arg:Ca^{2+} составляет 1:1,23:0,642. Интенсивность пика 4 равна 96,94%, интенсивность пика 5 равна 3,06%. Пик 3 отсутствует. Уменьшение в количестве хлорида кальция по сравнению со сравнительным примером составляет 47,8%.

ПРИМЕР 7

Уменьшение количества кальция на десять процентов. $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в количестве 18,81 ммоль растворяют в 29 мл деионизированной воды. Раствор выдерживают при 95°C в стеклянном реакторе и интенсивно перемешивают. К данному раствору добавляют по каплям в течение периода 2 часов 9 мл суспензии, содержащей 4,72 ммоль L-аргинина и 21,25 ммоль $Ca(OH)_2$. Реакционный раствор продолжают нагревать и перемешивать в течение дополнительного 1 ч. Используют молярное отношение $(OH)^-:(Al)^{3+}$, равное 2,51. После реакции pH составляет 3,5. Конечная концентрация [Al] равна 0,495 М. Молярное отношение Al^{3+}:Arg:Ca^{2+} составляет 1:0,251:1,13. Интенсивность пика 4 равна 95,5%, интенсивность пика 5 равна 3,8% и интенсивность пика 3 равна 0,7%.

ПРИМЕР 8

Уменьшение количества кальция на 90%. $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в количестве 18,80 ммоль растворяют в 29 мл деионизированной воды. Раствор выдерживают при 95°C в

стеклянном реакторе и интенсивно перемешивают. К данному раствору добавляют по каплям в течение периода 2 часов 9 мл суспензии, содержащей 42,47 ммоль L-аргинина и 2,36 ммоль $Ca(OH)_2$. Реакционный раствор продолжают нагревать и перемешивать в течение дополнительного 1 ч. Используют молярное отношение $(OH)^-:(Al)^{3+}$, равное 2,51. После реакции pH составляет 3,8. Конечная концентрация [Al] равна 0,495 М. Молярное отношение Al^{3+}:Arg:Ca^{2+} составляет 1:2,259:0,1254. Интенсивность пика 4 равна 93,2%, интенсивность пика 5 равна 2,9% и интенсивность пика 3 равна 3,9%.

Таблица 2

Пример	Молярное отношение Al^{3+}:Arg:Ca^{2+}	Ионы Ca^{2+}	OH^-/Al^{3+}	Пик 3	Пик 4	Пик 5	% Уменьшения количества $CaCl_2$
Пример 5	Al^{3+}: мочевина: Ca^{2+} 1:1,23: 0,642	12,08	2,51	0,5%	19,4%	80,1%	52,2%
Пример 6	1:1,23: 0,642	12,09	2,51	0	96,94%	3,06%	52,2%
Пример 7	1:0,251: 1,13	21,25	2,51	0,7%	95,5%	3,8%	10%
Пример 8	1:2,259: 0,1254	2,36	2,51	3,9%	93,2%	2,9%	90%

В тексте описания диапазоны использованы в качестве сокращения для описания каждого без исключения значения, которое входит в диапазон. Любое значение в пределах диапазона может быть выбрано в качестве конечного значения диапазона. Кроме того, все процитированные здесь ссылки включены посредством ссылки во всей своей полноте. В случае разночтений в определении термина, использованном в настоящей заявке, и такового в цитированной ссылке, силу имеет настоящая заявка.

Если иное не указано, все процентные доли и количества, приведенные здесь и в ином месте описания, следует понимать как относящиеся к процентным долям по массе. Приведенные количества даны в расчете на активную массу материала.

Формула изобретения

1. Способ получения композиции соли алюминия, включающий:

I) нагрев водного раствора алюминийхлоридного соединения, имеющего молярное отношение алюминия к хлориду от 0,3:1 до 3:1, до температуры от по меньшей мере 50°C до температуры кипения в течение периода времени по меньшей мере 1 час;

II) предоставление водного раствора, содержащего источник щелочноземельного металла, чтобы получить раствор соли алюминия с отрегулированным значением pH, имеющий pH от 2 до 5; и

где по меньшей мере один основный органический буфер совместно используют по меньшей мере с одним из растворов: I) водным раствором соли, содержащей алюминий и хлорид, и II) водным раствором, содержащим щелочноземельный металл, где раствор соли алюминия с отрегулированным значением pH содержит соль алюминия с молярным отношением OH:Al от 2:1 до 2,6:1, где молярное отношение основного органического буфера к иону щелочноземельного металла составляет от 0,22:1 до 18:1.

2. Способ по п. 1, дополнительно включающий добавление водного раствора, содержащего соединение циркония, к раствору соли алюминия с отрегулированным значением pH, чтобы тем самым получить раствор соли алюминия-циркония, имеющий молярное отношение алюминия к цирконию от 2:1 до 10:1, где соединение циркония

необязательно представляет собой $ZrOCl_2$.

3. Способ по п. 1 или 2, где температура составляет от 50°C до 120°C, необязательно от 50°C до 100°C, от 75°C до 100°C или от 90°C до 100°C.

4. Способ по п. 1 или 2, где период времени составляет от 1 до 6 часов, необязательно от 1 до 5 часов, от 1 до 4 часов, от 2 до 5 часов, от 2 до 4 часов или от 2 до 3 часов.

5. Способ по п. 1 или 2, где молярное отношение основного органического буфера к иону щелочноземельного металла составляет от 0,3:1 до 18:1, необязательно от 0,4:1 до 18:1, от 0,5:1 до 18:1, от 1:1 до 18:1, от 1,5:1 до 18:1, от 1,9:1 до 18:1, от 2:1 до 18:1, от 1:1 до 3:1, от 1,5:1 до 3:1, от 1,5:1 до 2,5:1, от 1,5:1 до 2:1, от 1,9:1 до 3:1, от 1,9:1 до 2,5:1 или от 1,9:1 до 2:1.

6. Способ по п. 1 или 2, где щелочноземельный металл выбирают из группы, состоящей из кальция, стронция и бария, где щелочноземельный металл необязательно представляет собой кальций.

7. Способ по п. 1 или 2, где предоставление иона щелочноземельного металла представляет собой добавление гидроксида кальция к раствору соли алюминия.

8. Способ по п. 1 или 2, где алюминийхлоридное соединение выбирают из трихлорида алюминия, хлоргидрата алюминия и дихлоргидрата алюминия, где алюминийхлоридное соединение необязательно представляет собой трихлорид алюминия.

9. Способ по п. 1 или 2, где основный органический буфер выбирают из группы, состоящей из аргинина, лизина, гистидина, цистеина, тирозина и мочевины, где основный органический буфер необязательно представляет собой аргинин.

10. Способ по п. 1 или 2, где хлорид алюминия представляет собой трихлорид алюминия, а источник иона щелочноземельного

металла представляет собой гидроксид кальция.

11. Способ по п. 1 или 2, где соль алюминия показывает хроматограмму, полученную эксклюзионной хроматографией (SEC), имеющую отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3, равное по меньшей мере 7, и интенсивность пика 4 превышает интенсивность пика 5 в водном растворе.

12. Способ по п. 11, где соль алюминия имеет площадь SEC-пика 4, равную по меньшей мере 50% общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6 на SEC-хроматограмме.

13. Способ п. 11, где соль алюминия имеет площадь SEC-пика 4, равную от 95 до 100% общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6 на SEC-хроматограмме.

14. Способ по п. 11, где соль алюминия имеет площадь SEC-пика 3, равную менее 10% общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6 на SEC-хроматограмме.

15. Способ по п. 11, где соль алюминия не имеет площади SEC-пика 3.

16. Способ по п. 11, где соль алюминия имеет площадь SEC-пика 5, равную менее 30% общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6.

17. Способ по п. 11, где соль алюминия не имеет площади SEC-пика 5.

18. Способ по п. 11, где соль алюминия имеет площадь SEC-пика 1, равную менее 10%, и площадь SEC-пика 2, равную менее 10% общей площади пиков 1, 2, 3, 4, 5 и 6.

19. Способ по п. 11, где композиция имеет площадь SEC-пика 4, равную от 95 до 100%, не имеет площади SEC-пика 3 и не имеет площади SEC-пика 5 относительно общей площади пиков 1, 2, 3, 4,

5 и 6 на SEC-хроматограмме.

20. Способ по п. 11, где отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3 равно по меньшей мере 16, необязательно по меньшей мере 17, по меньшей мере 18, по меньшей мере 19, по меньшей мере 20, по меньшей мере 30, по меньшей мере 40, по меньшей мере 50 или по меньшей мере 100.

21. Способ по п. 1 или 2, дополнительно включающий сушку композиции.

22. Композиция, содержащая композицию, полученную способом по любому предшествующему пункту.

23. Композиция, содержащая алюминийхлоридное соединение, имеющее молярное отношение алюминия к хлориду от 0,3:1 до 3:1, показывающая хроматограмму, полученную эксклюзионной хроматографией (SEC), имеющую отношение интенсивности SEC-пика 4 к интенсивности SEC-пика 3, равное по меньшей мере 2, и основный органический буфер.

24. Композиция по п. 23, где алюминийхлоридное соединение представляет собой по меньшей мере одно соединение из хлоргидрата алюминия, сесквихлоргидрата алюминия, дихлоргидрата алюминия и соли алюминия-циркония.

25. Композиция по п. 23 или 24, где основный органический буфер выбирают из группы, состоящей из аргинина, лизина, гистидина, цистеина, тирозина и мочевины, где основный органический буфер необязательно представляет собой аргинин.