

213417

申請日期	81.05.05
案 號	81103494
類 別	A61K7/32, 31/40

(以上各欄由本局填註)

A4
C4發明
專利說明書

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

一、發明 名稱	中 文	含2-噁唑烷酮衍生物之凝膠棒止汗劑組合物及其製備方法
	英 文	"GEL STICK ANTIPERSPIRANT COMPOSITIONS CONTAINING 2-OXAZOLIDINONE DERIVATIVE AND PROCESS FOR MAKING THEM"
二、發明 人	姓 名	1. 加德林克, 約翰·麥可 2. 赫夫瑞契特, 布萊安·大衛
	籍 貫 (國籍)	均美國
	住、居所	1. 美國俄亥俄州辛辛那提市米克立夫路9109號 2. 美國俄亥俄州辛辛那提市梅菲爾街8344號
三、申請人	姓 名 (名稱)	美商寶鹼公司
	籍 貫 (國籍)	美國
	住、居所 (事務所)	美國俄亥俄州辛辛那提市寶鹼廣場1號
	代表人 姓 名	理查·西·維特

五、發明說明 (1)

技術範疇

本發明係關於呈固體膠棒形式之止汗組成物。更特定言之，本發明係關於含有二苯叉糖醇之止汗膠棒。本發明進一步關於一種製法以製成止汗膠棒組成物。

發明背景

茲有三種主要止汗棒狀配方型式：壓製粉棒、膠棒、及蠟棒。雖則這些配方型式中每一種在某些特定用途情況中具有優點，但是各種亦具有缺點。例如，壓製粉棒經常易碎裂且質硬，一旦施用時，則在化粧上留下不能接受之粉末。以蠟為基之配方亦產生在化粧上不能接受之產物，由於此類因素之故如質硬、油膩及黏性。此類蠟棒之不透明性且由使用所產生殘留物亦在化粧上造成不便。

以膠體為基之棒比壓製粉棒及蠟棒皆更具有若干優點。例如，膠棒在皮膚上傾向於留下少許或無殘留物或粉末。膠棒亦提媒劑而在皮膚表面容易滑動而產生極容易而舒適地施用產物。

不幸地，要調製具有效而安定膠棒形式之止汗組成物係不易的。在止汗膠棒中之一種關鍵成份係膠化劑。許多已知化粧膠棒包括膠化醇系溶液。普遍使用膠化劑（如硬脂酸鈉）以形成膠體。此類膠化劑在醇系具止汗活性鹽類之存在下係不能使用的，由於介於膠化劑（為鹼性）與止汗有效體間之交互作用之故。

更有用以製備止汗膠棒之膠化劑係二苯叉糖醇。例如，二苯叉糖醇（DBS）係一種廣為熟知之膠化劑。見例如美國

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝
訂
線

五、發明說明 (2)

專利 4,154,816 (1979年 5月 15日 頒予 Roel 諸位)；美國專利 4,816,261 (1989年 3月 28日 頒予 Luebbe 諸位)；及美國專利 4,743,444 (1988年 5月 10日 頒予 McCall)。已發現各類經取代二苯叉糖醇膠化劑係有益於止汗膠棒中，因為彼等在止汗膠棒之酸系環境中具有經改良穩定性，結果延長產品本身之壽命。

1989年 3月 8日 為 Kao 氏刊出之日本專利公開申請案第 64-62377 號中說明氟化二苯叉多元醇衍生物而用於含有廣泛範圍有機溶劑之化粧品組成物方面係有效的膠化劑。

1984年 元月 31日 頒予 Murai 諸位之美國專利 4,429,140 號中揭示用以產製 DBS 及其衍生物之方法。所揭示之 DBS 衍生物係包含這些，其中將苯環取代而以從 1 至 3 個低級烷基、低級烷氧基、鹵素原子或硝基。

1983年 2月 1日 頒予 Mahaffey 之美國專利 4,371,645 號中說明用以改良透明性而包含 DBS 衍生物之塑膠組成物。這些 DBS 衍生物在間位及 / 或對位中必須包含氯或溴取代基且亦包含低級烷基、羥基、甲氧基、單-或二烷-胺基、或氟取代基。而將二(對-氯)DBS、二(對-氟)DBS、及二(對-甲氧基)DBS 全部特別加以揭示。

1988年 12月 1日 為 Roquette Freres 刊出之歐洲專利申請案 0286522 號中說明高純度糖醇二縮醛之製法。而所揭示係對-氯 DBS。

經發現特別有用於止汗膠棒之 DBS-型化合物類在 1991年 5月 6日 由 Oh, Juneja, 及 Connor 提出申請之美國專利申請

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

.....
裝.....
訂.....
線.....

五、發明說明 (3)

系列號 696,377 號而標題為 "止汗膠棒組成物" 中有揭示，(與本發明專利同日申請)，及 1990 年 4 月 6 日由 Oh, Juneja, 及 Connor 提出之原申請案 07/505,807 號中有揭示。所揭示經取代二苳叉糖醇在苯環之間位有取代。示範性化合物包含二(間-氟)DBS 及二(間-氯)DBS。這些間位取代二苳叉糖醇在酸性條件下具有經改良穩定性。

於含有二苳叉糖醇膠化劑之止汗膠棒之製程及製造期間，需要將膠化劑溶於溶劑中，後者典型為一元醇或多元醇。為了完成此而需要將成份加熱達一種溫度而高到足以誘發溶解，且此種溫度係超過膠化劑 / 溶劑溶液之膠化點。不幸地，在酸系止汗有效體，或其它酸系物質之存在下，即使最佳的二苳叉糖醇膠化劑也因需要相對高溫而傾向於造成彼之降解。因此，需要提供含有二苳叉糖醇膠化劑之止汗膠棒組成物而在經降低製程溫度下製成。此在製程期間能減少二苳叉糖醇膠化劑之分解，而提供最有效利用在最終產物中之膠化劑。在較低製程溫度下操作以形成膠體之能力亦能減少副產品且改良穩定性和操作典型含於止汗組成物中之其它成份，(例如香料及其它揮發性成份)，以及(加入受熱融熔止汗組成物中而)進行塑膠包裝之相容性。故進一步需要提供此種止汗膠棒組成物之製法。

過去為了達成這些目的而已進行各種不同努力。例如，1988 年元月 12 日頒予 Randhawa 諸位之美國專利 4,719,102 號中，揭示含下列成份之止汗膠棒之製法：酸系止汗有效體、二苳叉單山梨糖醇縮醛膠化劑、醇溶劑、及具有不大

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

.....裝.....訂.....線.....

五、發明說明 (4)

於約 5 個碳原子之可相容有機系溶劑，而此係良好的氫鍵供體或受體。並且討論及環系酯、醯胺、胺、酮、脲、胺基甲酸酯、磷氧化物、及磷類。更特定言之，所討論者係此類物質如內酯、內醯胺、環系酮類、脲、環系胺基甲酸酯、環系磷氧化物、環系磷，及彼等之開放鏈類似體而具有超過 5 個碳原子。其特例為嗎啡啉、吡啶、乙酸、伸乙基碳酸酯、碳酸伸丙酯、N-甲基四氫吡咯酮、四氫吡咯酮、丁內酯、二甲基亞磷醯、二甲基甲醯胺、2-乙基乙醇、及己內醯胺。在 1988 年 2 月 2 日頒予 Schanyser 諸位之美國專利 4,722,835 號中，提議將小(分子)而具極性之有機化合物與下列物質結合而併入止汗棒中：二苳叉單山梨糖醇縮醛膠化劑，止汗有效體、鹼系金屬鹽、及醇共溶劑。小分子而具極性有機系化合物係嗎啡啉、吡啶、乙酸、碳酸伸乙酯、碳酸伸丙酯、N-甲基四氫吡咯酮、四氫吡咯酮、丁內酯、二甲基亞磷醯、二甲基甲醯胺、2-乙氧基乙醇、及己內醯胺。雖然據說這些專利之組成物能在低溫下操作，不幸地，經加入以減低製程溫度之示範用溶劑傾向於最終產物中殘留氣味，而在鹼系條件下並不穩定，或不與皮膚相容，如(但不限於此)刺激皮膚。因此，既為所需要又為本發明之目的者，係提供組成物及製法，既能降低所要求製程溫度而不會招致與先前已知組成物有關之缺點。

亦為本發明之目的係提供組成物及彼等之製法(如上述)，此能提供有效膠體供使用於止汗施用中，且皆能提供良好止汗效力及化粧上之特質。

五、發明說明 (5)

本發明所提供止汗組成物係含有與羟基溶劑（如單元醇及多元醇）結合使用之特定共溶劑而在含二苳叉糖醇之止汗膠棒組成物中且能在降低溫度下製成組成物。詳細言之，指2-噁唑烷酮化合物而在雜環之3-位置具有低級烷基（例如C₁至C₄）取代基。本發明亦提供此種組成物之製法，藉此種方法而能將溫度降低至比不含經選取2-噁唑烷酮共溶劑為低。

在含二苳叉糖醇膠棒組成物中，若使用2-噁唑烷酮化合物作為共溶劑，則能降低所需製程溫度，結果於製程中能降低膠化劑降解。彼等在最終產物中亦改良膠化劑效力及膠體特性。

所揭示2-噁唑烷酮化合物係供使用於各類應用中，如電化學應用，例如，在美國專利3,951,685號及日本專利JP 61 55,196(1985)號中有說明。亦將彼等揭示例如作為抗磨損/抗氧化劑化合物而用電子裝置中之潤滑劑，例如，日本專利JP 6155196(1986)，且作為局部驅蚊劑，例如，由A. Skinner, H. T. Crawford, D. Skidmore, 及I. Maifach 在J. Pharmaceutical Sciences, 66期4號，(1977年4月號)第587至589頁而標題為“局部驅蚊劑X：2-噁唑烷酮”。例如H. L. Huffman, Jr. 及P. G. Sears 在J. Solution Chemistry 等1期第2號(1972年)187至196頁而標題為“液態2-噁唑烷酮，1.若干液態2-噁唑烷酮之介電常數、粘度及其它物理性質”中亦揭示2-噁唑烷酮且作為溶劑、清潔劑，顏料、染料組成物、聚合體

五、發明說明 (6)

、和化學中間體。雖然上述 Schamper 諸位及 Randhawa 諸位之專利中有普遍提及環系胺基甲酸酯，即 2-噁唑烷酮類，但是彼等並未揭示其 3-(烷基)取代 2-噁唑烷酮類，也未提議在雜環 3-位置所需之取代基以達成於此之目的，即用於穩定、有效力而與皮膚相容之止汗膠棒。

發明概述

本發明提供呈膠棒形式而具有酸系 pHs 之固體止汗劑組成物，包括：

- (a) 約 0.5 % 至約 35% 止汗劑有效體；
- (b) 約 0.5 % 至約 10% 膠化劑而選自經取代和不經取代二苯叉糖醇(如山梨糖醇、木糖醇、和核糖醇)，和其混合物類；
- (c) 約 5 % 至約 98% 羥基溶劑而用於該膠化劑，該溶劑係選自一元醇及多元醇所組成群組；且
- (d) 約 0.5 % 至約 40% 2-噁唑烷酮共溶劑而在雜環之 3-位置具有 C₁至 C₄烷基取代基，或其混合物。

本發明亦關於具有酸系 pH 之止汗劑膠棒組成物之改良製法，而此組成物含有羥基溶劑、經取代或不經取代二苯叉糖醇膠化劑，及止汗劑有效體，該方法包括將膠化劑溶於受熱溶劑系統中以形成溶液，接著將溶液冷卻以形成膠體，其中改良處包括將足量 2-噁唑烷酮（在其雜環之 3-位置有 C₁至 C₄烷基取代）併入溶劑系統中以顯著降低溶液之膠化溫度。

發明詳細說明

五、發明說明 (7)

由本發明所涵蓋之固態止汗組成物係呈膠棒形式。這些棒類因具有合宜硬度以致於彼等於常規使用期間，在皮膚上沉積了有效止汗物質。測定棒硬度而以各種方法，包含美國試驗及材料協會 (ASTM) D-5 方法。此種方法包括使用具特定重量及尺寸之針或抱光圓錐體，而容許於預定好期間往下插入棒材。由 (撞) 針或圓錐體所途經之距離係棒硬度之一種相對性量測。D-5 方法係採用具有 ASTM-D1321 箭頭形穿針 (13-401-10 型，由 Fischer 科技公司所出售)，稱重 50 克，及 13-399-10 型穿透計 (由 Fischer 科技公司所出售)，本發明之較佳的棒組成物係具有平均穿透值為約 60 至約 200 (以毫米之十分之一為單位而在周遭溫度下量測歷超過 5 秒期間)，而以約 100 至約 160 更佳。這些值代表在所給予批之產物內，用於棒之平均穿透值，因為在此批內各棒之穿透值係可變的。

由於本發明棒組成物併入有效止汗劑，故其本質呈酸性。詳細言之，彼等具有表觀 pH 係約 1.5 至約 4。將 "表觀 pH" 名稱使用於此係因為組成物通常係非水性，且因此組成物之 pH 係在非水性系統中量得。詳細言之，測定 pH 而以將棒溶解且使用標準 pH 計而在 25℃ 量測其 pH。若將棒在相對高溫下溶解 (例如，在約 120℃ 歷約 1 小時)。一旦冷卻，則彼不再固化且在 25℃ 很容易量得 pH。在這些條件下，本發明組成物之表觀 pH 應約 1.5 至約 1.4。

除非另加指明，否則於此所指明之全部份數，百分比及比率係以重量計。

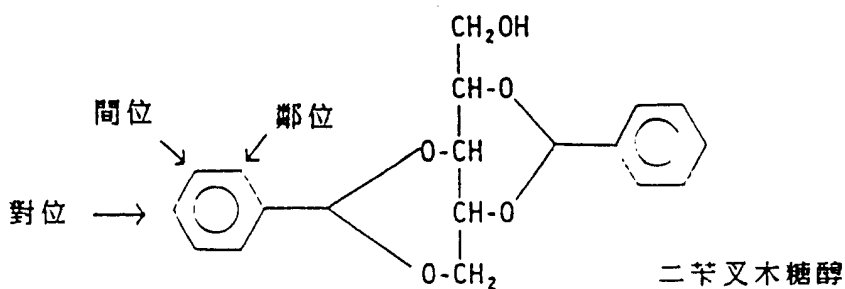
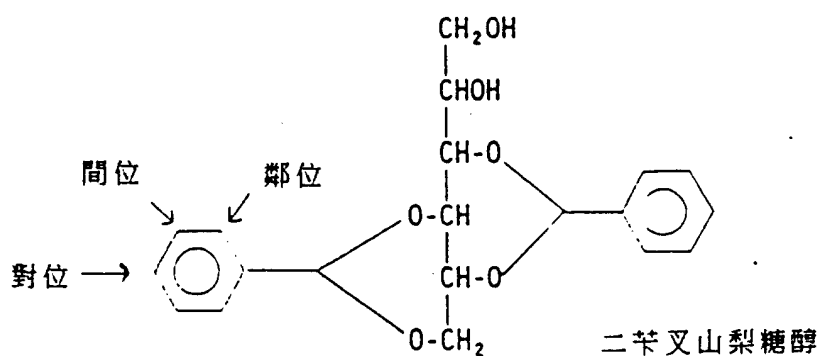
五、發明說明 (8)

將本發明所需以及任意成份詳細說明如下：

膠化劑

本發明組成物中所包含特別界定膠化劑成份係佔有約 0.5 % 至約 10 %，以約 2 % 至約 5 % 較佳，而以約 2 % 至約 3.5 % 最佳。膠化劑成份係經取代或不經取代之二苳叉糖醇（例如，山梨糖醇、木糖醇或核糖醇）。較佳者係二苳叉山梨糖醇 (DBS) 及 DBS 衍生物。

為了協助了解本發明，而將二苳叉山梨糖醇及二苳叉木糖醇圖示如下並指出所具有之鄰位、間位及對位之位置。



五、發明說明 (9)

二苳叉核糖醇在構造上係類似於二苳叉木糖醇，除了彼係以核糖醇為基而非以木糖醇為基。

其它未經取代二苳叉糖醇包含二苳叉木糖醇 (DBX) 及二苳叉核糖醇 (DBR)。

較佳的經取代二苳叉糖醇係以一個或多個拉電子基取代。尤佳的取代基係位於間位之拉電子基，雖然取代基亦可位於對位或鄰位。類似地，取代基亦可以下列結合方式配置：間位及對位、間位及鄰位、或對位及鄰位。較佳的拉電子取代基包括 $-\text{CH}_2\text{F}$ 、 $-\text{CH}_2\text{Cl}$ 、 $-\text{F}$ 、 $-\text{Cl}$ 、 $-\text{Br}$ 、 $-\text{I}$ 及 $-\text{CH}=\text{CHNO}_2$ 。較佳方式係將至少一個拉電子取代基置於苯環之間位。在這些較佳膠化劑中可利用多重取代基（包含這些而無列出者）又要所列出之至少一種係位於間位即可。最佳的糖醇係山梨糖醇。

在其它較佳膠化劑中，至少一種某些特定取代基係置於苯環之間位或對位。在某些特定分子中可包含超過一種這些取代基（或即使取代基為表中所無者），只要從所列出中至少一種係位於間位或對位。這些取代基包含：

$-\text{NO}_2$ 、 $-\text{NH}_3$ 、 $-\text{NR}_3$ 、 PR_3 、 PH_3 、 $-\text{SR}_2$ 、 $-\text{CF}_3$ 、 $-\text{CCl}_3$ 、 $-\text{CHF}_2$ 、 $-\text{CHCl}_2$ 、 $-\text{CHClF}$ 、 $-\text{CCl}_2\text{F}$ 、 $-\text{CF}_2\text{Cl}$ 、 $-\text{SO}_3\text{H}$ 、 $-\text{SO}_3\text{R}$ 、 $-\text{CO}_2\text{H}$ 、 CO_2R 、 $-\text{CONH}_2$ 、 $-\text{CHO}$ 、 $-\text{COR}$ 、及 $-\text{C}\equiv\text{N}$ ，其中 R 係 C_1 至 C_4 烷基。

在本發明中所使用之尤佳取代基包含在間位之下列取代基： $-\text{CH}_2\text{F}$ 、 $-\text{CH}_2\text{Cl}$ 、 $-\text{F}$ 、 $-\text{Cl}$ 、 $-\text{Br}$ 、 $-\text{I}$ 及 $-\text{CH}=\text{CHNO}_2$ ；特佳者係 $-\text{F}$ 及 $-\text{Cl}$ 取代基。這些間位取代以僅在苯環上進

五、發明說明 (10)

行較佳。於此所說明之取代基一般係見諸於化合物之二個苯環上。特別佳者係二(間位-氟化二苳叉)山梨糖醇及二(間位-氯化二苳叉)山梨糖醇。

上列取代基所提供膠化劑在止汗組成物之酸系環境中具有良好穩定性。這些取代基之較佳亞基為這些具有較小分子大小者，因為彼等一般傾向於提供較強膠體。因此，例如，由經氟或氯取代化合物所提供膠體強於由三氟甲基取代化合物所提供之一種。若在本發明組成物中所利用之膠化劑具有高純度，則亦較佳。例如，彼等在實質上不含對甲苯磺酸或在彼等合成中所使用任何其它觸媒以及這些膠化劑之任何鹽形式(例如，鈉)。存在此種不存物傾向於減弱所形成膠體。

可將於此所指明之膠化劑混合物使用於本發明組成物中。

於此所使用之膠化劑一般在下列文件中有揭示：1972年10月4日所刊出之英國專利1,291,819號；1985年5月28日頒予Schamper諸位之美國專利4,518,582號；1979年5月15日頒予Roehl諸位之美國專利4,154,816號；1989年3月28日頒予Luebbe諸位之美國專利4,816,261號；1988年5月10日頒予McCall之美國專利4,743,444號及1984年元月31日頒予Murai諸位之美國專利4,429,140號，於此將全部彼等併於本文供參考。較佳的不經取代DBS有市售，例如，GELL-ALL-D(由新日本化學股份有限公司製造)及MILLITHIX 925(由Milliken化學公司及

五、發明說明 (11)

Milliken分部製造)。

一般形成較佳的經間位取代膠化劑而以將經間位取代苯甲醛轉化成為相常經間位取代的DBS且使用一種反應即如在歐洲專利申請案0286522(1988年12月1日為Roquette Freres所刊出)中有教示，於此併於本文供參考。就以特殊例而言，將間-氟DBS及間-氯DBS之合成說明如下。

將D-山梨糖醇(1006克；5.52莫耳)而在3000毫升純水中、間-氟苯甲醛(1240克；9.99莫耳)、及單水合對-甲苯磺酸(1310克；6.87莫耳)之溶液在30℃攪拌歷21小時。將所得懸浮液以10% NaOH水溶液中和達pH為7.0至7.5，而後以過濾收集沉澱物。然後將固體連續地在試劑級丙酮(3 x 10.0升)、及熱(60℃)純水(3 x 10.0升)中懸浮及攪拌，收集且在50℃之下抽真空乾燥而得1113克(47%)純的二(間-氟)DBS。

將二(間-氯)DBS合成而以使用類似方法，除了使用間-氯苯甲醛取代間氟苯甲醛以外。

將在本發明中所使用對位取代化合物合成而以使用類似方法，除使用對位取代苯甲醛作為起始物質以外。經取代二苯叉木糖醇及經取代二苯叉核糖醇之一般合成方法在1989年5月8日為Kao刊出之日本專利公開申請案64-62377號及1984年元月31日頒予Murai諸位之美國專利4,429,140號中皆有教示，於此皆併於本文供參考。鄰位取代化合物可以類似方式製得。

有效止汗劑

五、發明說明 (12)

本發明組成物亦含有效止汗劑而佔有約 0.5 % 至約 35 %，以佔有約 5 % 至約 35 % 較佳，而以約 5 % 至約 25 % 更佳。此種有效止汗劑係具收斂性有效止汗劑之金屬鹽和此類鹽之收斂性複合體。可將有效物併入經溶解或粒狀形式中。若所需要係澄清或透明棒狀組成物，則組成物必須包括有效止汗劑而以經溶解形式存在於溶劑系統中。此種溶劑系統係與膠化劑形成鹼基質所使用之相同溶劑。或者除了膠化劑溶劑以外，可使用其它溶劑作為有效止汗溶劑。這些重量百分比係以無水金屬鹽為基準計算（排除甘胺酸、甘胺酸鹽、或其它複合劑）。若以粒狀形式使用，則較佳物質具有粒子大小為約 1 至約 100 微米，而以約 1 至約 50 微米較佳。彼等係呈不可觸知或細球體形式且較佳者係具有高堆積密度（例如大於約 0.7 克 / 立方厘米）。此種物質包含例如許多鋁或鋅之收斂性鹽類或複合體類且在止汗劑技藝中係廣熟知。

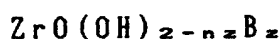
於此可使用任何種鋁收斂性止汗劑鹽或鋁及 / 或鋅收斂性複合體。有用以作為收斂性止汗劑鹽或作為收斂複合體成份之鹽類包含鹵化鋁、經鹵化鋁、氧鹵化氧鋅、經鹵化氧鋅、及這些物質之混合體。

此種形式之鋁鹽包含氯化鋁及具有通式為 $Al_2(OH)_xQ_y \cdot xH_2O$ 之經鹵化鋁，其中 Q 係氯，溴或碘；其中 X 係約 2 至約 5， $x + y =$ 約 6，而 x 及 y 並不需要為整數；而 X 係約 1 至約 6。製得此種形式鋁鹽而以在下列二項文件中更完整說明之方式：1975 年 6 月 3 日頒予 Gilman 之美國

五、發明說明 (13)

專利 3,887,692 號及 1975 年 9 月 9 日頒予 Jones 及 Rubino 之美國專利 3,904,741 號，於此併於本文供參考。

在本發明中有用的銮化合物皆包含氧銮鹽及羥銮鹽。將這些化合物以下列一般實驗式代表：



其中 z 係可變的而從約 0.9 至約 2 而不必為整數， n 係 B 之價數， $2-nz$ 係大於或等於 0，且 B 係選自下列所組成群組：鹵化物、硝酸鹽、胺磺酸鹽、硫酸鹽、及其混合體。雖然僅銮化合物在本專利說明書中有示範，應知在本發明中可使用其它 IVB 族金屬化合物而包含銮。

就以鹼式鋁化合物類而言，應知已將上式極度簡化且欲代表及包含具不同數量而經配位及 / 或結合水之化合物，以及上述聚合物、混合物及複合體。如從上式所知，真實的羥基銮鹽係代表一種具有不同羥基數量之化合物範圍，其變化範圍係每分子具約 1.1 至僅稍大於零個羥基。

利用上述止汗劑鹽類之若干形式之止汗複合體在技藝上係已知。例如，1974 年 2 月 12 日頒予 Luedders 諸位之美國專利 3,792,068 號中揭示鋁、銮及胺基酸（如甘胺酸）之複合體。如在 Luedders 諸位專利中所揭示之這些複合體及其它類似複合體係普遍已知為 ZAG。ZAG 複合體由於存在鋁、銮及氯而在化學上係可分析的。確定有用於此之複合體而以指明鋁對銮之莫耳比率（於後文，稱為 "Al: Zr" 比率）及全金屬對氯之莫耳比率（於後文稱為 "金屬: Cl" 比率）。有用於此之 ZAG 複合體具有 Al: Zr 比率係約 1.67 至約 12.5 而

五、發明說明 (14)

金屬：Cl比率係約0.73至約1.93。

形成較佳的ZAG複合體而以：

(A) 將下列共溶於水中

- (1) 一份 $Al_2(OH)_6 - mQ$ ，其中Q係陰離子而選自氯、溴及碘所組成群組，且m係約0.8至約2.0之數目；
- (2) x份 $ZrO(OH)_2 - aQ \cdot nH_2O$ ，其中Q係氯、溴或碘；其中a係約1至約2；其中n係約1至約8；且其中X係具有約0.16至約1.2之數值；
- (3) p份中性胺基酸而選自甘氨酸、dl-色胺酸、dl-β-苯丙胺酸、dl-纈胺酸、dl-甲硫胺酸及β-丙胺酸，且其中p具有約0.06至約0.53之值；

ⓑ 將所得混合體共乾燥成為易碎裂固體；且

○ 將所得經乾燥無機系、有機系止汗複合體還原成為粒狀形式。

用以製備此種ZAG型複合體之較佳鋁化合物係具實驗式為 $Al_2(OH)_6Cl \cdot 2H_2O$ 之氯氫氧化鋁。用以製備此種ZAG-型複合體之較佳的鋯化合物係經氯化氧鋯 [具有實驗式為 $ZrO(OH)Cl \cdot 3H_2O$] 及經鹵化氧鋯 [具有實驗式為 $ZrO(OH)_2 - aCl_2 \cdot nH_2O$] 其中a係約1.5至約1.87，且n係約1至約7。用以製備此種ZAG-型複合體之較佳胺基酸係具式 $CH_2(NH_2)COOH$ 之甘胺酸。亦可將此種胺基酸鹽類使用於止汗複合體中。見美國專利4,017,599(1977年4月12日頒予Rubino)，於此併於本文供參考。

廣泛各類其它型式之止汗複合體在技藝上亦為已知。例

五、發明說明 (15)

如：1975年9月-2日頒予Siegal之美國專利3,903,258號，揭示製成一種鋁鋅複合體而以氯化鋁與氫氧化鋁及氫氧化鋁起反應。1976年9月7日頒予Rubino之美國專利3,979,510號揭示形成止汗複合體而以從某些特定鋁化合物，某些特定鋅化合物、及某些特定複合鋁緩衝劑。1976年9月21日頒佈的美國專利3,981,896號揭示製得一種止汗複合體而以從鋁多元醇化合物、鋅化合物及有機緩衝劑。1976年7月20日頒予Mecca之美國專利3,970,748號揭示近似通式為 $[Al_2(OH)_4Cl][H_2CNH_2COOH]$ 之氯羥基甘胺酸鋁複合體。於此將全部這些專利併於本文供參考。

在全部上述型式之有效止汗劑中，較佳的化合物包含具實驗式為 $Al_2(OH)_5Cl \cdot 2H_2O$ 之5/6鹼式鋁鹽，普通將此類化合物稱為氯水合鋁("ACH")； $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 及 $Al(OH)_5Cl \cdot 2H_2O$ 混合物所具氯化鋁對羥氯化鋁之重量比率為至高約0.5；ZAG型複合體其中鋅鹽係 $ZrO(OH)Cl \cdot 3H_2O$ ，鋁鹽係 $Al_2(OH)_5Cl \cdot 2H_2O$ ，或前述 $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 及 $Al_2(OH)_5Cl \cdot 2H_2O$ 之混合體，其中在複合體內總金屬對氯化物之莫耳比率係小於約1.25而Al:Zr之莫耳比率係約3.3，且胺基酸係甘胺酸；和ZAG-型複合體其中鋅鹽係 $ZrO(OH)_2 \cdot aCl \cdot nH_2O$ 而其中之a係從約1.5至戀1.87且n係約1至7，鋁鹽係 $Al_2(OH)_5Cl \cdot 2H_2O$ 且胺基酸係甘胺酸。

在本發明中所使用之經溶解有效止汗劑在技藝中係亦廣為熟知，而包含上述有效物。含經溶解有效止汗劑之組成

五、發明說明 (16)

物於將彼併入產物前，利用溶劑（如單元或多元醇或水）以溶解有效止汗劑。供此種用途之有效物之實例在下列文件中有教示：例如1979年元月30日頒予Rubino之美國專利4,137,306號，Smith及Ward於1989年6月23日提出申請之美國專利申請案系列號370,559號及1988年12月14日刊出之歐洲專利公開申請案0295070號，於此將其全部內容併於本文供參考。ACH係供含經溶解有效止汗劑中之較佳型式之有效物。

尤佳有效物之例包含經改良效力之ACH (IACH)及經改良效力之ZAG (IZAG)。強化效力係由於經改良分子分佈。此種物質在下列文件中有說明：1982年11月16日頒予Gosling諸位之美國專利4,359,456號；1980年元月9日為Unilever股份有限公司刊出之歐洲專利申請公報6,739號；1986年6月4日為Armour製藥公司刊出之歐洲專利申請公報183,171號；1980年12月10日為Gillette公司刊出之英國專利說明書2,048,229號；1986年8月20日為Unilever PLC公司刊出之歐洲專利申請公報191,628號；1985年3月20日為Gillette公司刊出之英國專利說明書2,144,992號；1980年元月23日為Unilever股份有限公司刊出之歐洲專利申請公報7,191號；將其全部內容併於本文供參考；以及在前面所併入而於1989年6月23日提出申請之美國專利申請系列號370,559號及歐洲專利0295070號。

經溶劑

五、發明說明 (17)

本發明組成物亦包含用於膠化劑之經溶劑而彼係佔有約 5 % 至約 98 %，以約 7 % 至約 90 % 較佳而以約 60 % 至約 85 % 最佳。若將溶劑先與 2-噁唑烷酮共溶劑，再與膠化劑結合，則形成固態棒基質。如由精於此項技藝者之這些所感知，特定經溶劑之選取係依所需棒之特性而定。例如，經溶劑亦可溶解在(具有經溶解有止汗物質)配方中之有效止汗成份。用於其它例而言，選取經溶劑以提供此種化粧益處而於施用至皮膚上可作為潤滑劑。於此有用的溶劑包括例如單元醇(特定言之，低級單元醇)、多元醇及其混合物。亦可含有水作為溶劑部份。然而，溶劑一般包括水而其濃度係不大於最終濃度之約 5 重量 %。

在本發明所使用經溶劑之例包含液體聚乙二醇(例如二乙二醇、三乙二醇)、液體聚丙二醇(例如二丙二醇、三丙二醇、三乙二醇)、液體聚伸丙基聚乙二醇共聚物、水、乙醇、正-丙醇、正-丁醇、第三丁醇、2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇、乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,2-丁二醇、異丙醇、異丁醇、二乙二醇單甲醚、二乙二醇單乙醚、1,3-丁二醇、2,3-丁二醇、2,4-二羟基-2-甲基戊烷、三伸甲二醇、甘油、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇等，及其混合物。如於此所使用之聚乙二醇、聚丙二醇、及聚伸丙基聚乙二醇共聚物包含這些化合物之烷基醚衍生物(例如乙基、丙基、及丁基醚衍生物)。此種化合物之例係聚伸丙基聚乙二醇共聚物類，如 PEG-5-buteth-7。

這些溶劑在下列文件中有完整說明：例如 1985 年 5 月

五、發明說明 (18)

21日頒予 Schamper 諸位之美國專利 4,518,582 號，及 1984年5月2日為 Luebbe 諸位刊出之歐洲專利申請案 107,330 號，於此皆併於本文供參考。於此所使用之較佳溶劑包含液體聚乙二醇、液體聚丙二醇、液體聚伸丙基聚乙二醇共聚物、丙二醇、1,3-丁二醇、及 2,4-二羟基-2-甲基戊烷（有時候稱為己二醇）、及其混合物。尤佳溶劑包含丙二醇、二丙二醇、三丙二醇、三乙二醇、己二醇、及其混合物。

共溶劑

本發明組成物包含用於膠化劑之專一性共溶劑作為必須成份。共溶劑係一種 2-噁唑烷酮化合物而在雜環之 3-位置具有 C₁ 至 C₄ 烷基取代基，或此類化合物之混合物。共溶劑應亦能與脛溶劑相混合。共溶劑必須比脛溶劑更能溶解膠化劑，此係為了共溶劑能抑制組成物之膠化溫度，而因此降低操作組成物之溫度。為了此目的，膠化劑應能充份溶於溶劑中才能形成在實質上澄清而各向同性之溶液。

3-烷基取代 2-噁唑烷酮在組成物中所存在之一般濃度係佔組成物之約 0.5 重量% 至約 40 重量%，以約 1 % 至約 25% 較佳，而以約 5 % 至約 15% 更佳。

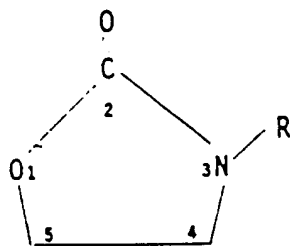
本發明組成物應含有足量之 2-噁唑烷酮共溶劑才能顯著降低溶劑系統（該系統含有脛溶劑及 2-噁唑烷酮共溶劑）及膠化劑之溶液之膠化溫度。所測出者係有關於含膠化劑及脛溶劑（而非 2-噁唑烷酮共溶劑）之溶液之膠化溫度。膠化溫度測定方法在技藝上係廣為熟知。雖然為了整個任何膠

五、發明說明 (19)

化溫度相比較用而必須使用相同方法，但是測定膠化溫度之特定方法並無嚴格標準。在比較中，溶劑總濃度應一致。為此理由，成比例降低脛溶劑以代償所加入之共溶劑。在脛溶劑混合物中所使用脛溶劑間之相互比例應亦相同。如精於此項技藝者所感知，為了降低所發生之膠化溫度，而共溶劑必須比脛溶劑更能溶解膠化劑。如於此所使用所謂以足量共溶劑來顯著降低膠化溫度意指使用足量之2-噁唑烷酮共溶劑比不用2-噁唑烷酮共溶劑之相關系統能降低膠化溫度至少約 2°C ，以至少約 3°C 較佳，而以至少約 5°C 更佳。在最佳之情況中，溫度差係約 10°C 至約 30°C 。

脛溶劑對2-噁唑烷酮共溶劑之重量比率以約1:1至約50:1較佳，而以約3:1至約20:1更佳，且膠化劑對2-噁唑烷酮共溶劑之重量比率以約0.05:1至約2:1較佳，而以約0.1:1至約1:1更佳。

較佳的3-烷基取代2-噁唑烷酮化合物係具下式：



其中在3位置之R基係 C_1 至 C_4 烷基，以 C_1 至 C_2 烷基較佳，而以 C_1 更佳（即甲基）。

較佳的共溶劑係3-（ C_1 至 C_4 烷基）-2-噁唑烷酮，以3-（ C_1 至 C_2 烷基）-2-噁唑烷酮更佳，而以3-甲基-2-噁唑烷

21341.7

A 6
B 6

五、發明說明 (20)

酮最佳。

3-烷基取代2-噁唑烷酮亦可在其雜環之4及5位置具有取代基以取代氫。若使用此類取代基，則以低級烷基為宜，例如C₁至C₄烷基，以C₁至C₂烷基較佳，而以甲基更佳。可存在其它取代基，只要不會造成化合物與經溶劑不相混合或降低膠化劑在其內之溶解度而達低於經基溶劑。而且化合物在下列條件下應維持穩定以對抗分解：在膠棒組成物之製程，典型貯存及使用條件下。

製得3-烷基取代2-噁唑烷酮共溶劑而以根據在技藝上已知方法。示範性方法在下列文件中有揭示：1956年7月17日頒予Bell諸位之美國專利2,755,286號，1946年4月23日頒予Hofmeyer之美國專利2,399,118號，及前文所參照而由Huffman及Sears在J. of Solution Chemistry，第1期第2號，(1972年)187至196號，而標題為"液態"2-噁唑烷酮，1.若干液態2-噁唑烷酮之介電常數、粘度、及其它物理性質"。3-甲基-2-噁唑烷酮有市售，例如取自Terochem Laboratories股份有限公司之Raylo化學品分部(加拿大Alberta省Edmonton城)，及取自Aldrich化學公司(美國威斯康辛州米瓦基城)。

任意成份

本發明組成物亦含有其它任意成份而用以改良組成物之物理特性或若沉積在皮膚上時用以作為"有效"成份，此係除了含有止汗物質以外。有用於此之任意成份在下列文件中有說明，於此將其全部併於本文供參考：1977年9月20

五、發明說明 (21)

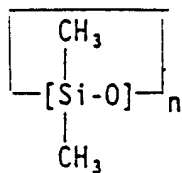
日頒予 Elsnau 之美國專利 4,049,792 號；1984 年 3 月 27 日頒予 Beckmeyer 諸位之加拿大專利 1,164,347 號；1984 年 8 月 29 日為 May 刊出之歐洲專利 117,070；及 Geria, "止汗及除臭棒之配方" Cosmetics & Toiletries, 99:55 至 60 頁 (1984)。

專一性而非有效成份係有用的而依用於特定棒組成物所需特性而定。此類成份包含例如潤滑劑、濕潤劑、硬化劑 (例如蠟)、填料及粒狀物質、色料、香料、及乳化劑。如於此所使用 "粒狀物質" 為這些物質, 包括膠體分散劑, 此於製棒期間, 既不溶於組成物成份中也不溶解。

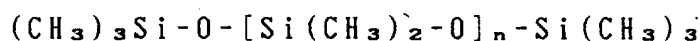
本發明組成物含有約 1 % 至約 40 % 之一種或多種柔軟劑。這些潤滑劑可具有中度極性, 如己二酸、鄰苯二甲酸及癸二酸之乙酯、異丙酯及正 - 丁酯。此種柔軟劑之較佳例包含鄰苯二甲酸二 - 正 - 丁酯、癸二酸二乙酯、己二酸二異丙酯及鄰苯二甲酸羧甲酯乙酯, 全部在 1977 年 8 月 30 日頒予 Luedders 諸位之美國專利 4,045,548 號中有揭示, 於此併於本文供參考。其它有用潤滑劑包含 C₁₂ 至 C₁₈ 醇苯甲酸酯 (市面上取自 Finsolv, 係 Finetex 公司所出品之商標名)。有用的潤滑劑亦包含脂肪醇, 如鯨蠟醇及硬脂醇, 若使用彼等, 則所存在濃度以約 1 % 至約 10 % 較佳, 而以約 1 % 至約 5 % 更佳。本發明組成物亦包含非極性潤滑劑, 如揮發性矽油, 非極性非揮發性潤滑劑、及其混合物。如於此所使用之 "揮發性" 名稱係指這些物質而在周遭溫度下具有可量得蒸氣壓。

五、發明說明 (22)

有用於本發明化粧棒組成物中之揮發性矽酮油以環系或線性聚二甲基矽氧烷較佳，而此係含有約3至約9個矽原子，且以約4至約5個碳原子較佳。下式說明有用於此所揭示止汗棒組成物中之環系揮發性聚二甲基矽氧烷類：



其中 n 等於約1至約7。線性聚二甲基矽氧烷每分子含有約3至約9個矽原子且具有下列通式：



其中 n 等於約1至約7。線性揮發性矽酮物質一般具有粘度為小於約5厘泊（在25℃），同時環系物質典型具有粘度為小於約10厘泊。各種不同類揮發性矽酮油之說明見諸於Todd諸位之“用於化粧品之揮發性矽酮流體”，Cosmetic & Toiletries, 91, 27至32頁（1976），於此將所揭示內容併於本文供參考。

有用於此之較佳揮發性矽酮油之例包含：Dow Corning 344, Dow Corning 345, 及 Dow Corning 200（由 Dow Corning公司製造）；Silicone 7207及Silicone 7158（由破合破化公司製造）；SF1202（由通用電子公司製造）；及 SWS-03314（由 SWS Silicones公司製造）。

有用以作為柔軟劑材料之非揮發性矽酮油包含聚烷基矽氧烷類、聚芳基矽氧烷類及聚醚矽氧烷共聚物類。有用於

五、發明說明 (23)

此之在本質上非揮發性聚烷基矽氧烷類包含例如聚二甲基矽氧烷而在25℃具有粘度為約5至約100,000厘泊。其中有用於本發明組成物中之較佳非揮發性潤滑劑係聚二甲基矽氧烷類而在25℃具有粘度為約2至約400厘泊。此種聚烷基矽氧烷類包含Viscasil系列產品(售自通用電子公司)及Dow Corning 200系列產品(售自Dow Corning公司)。聚烷基芳基矽氧烷類包含聚甲基苯基矽氧烷類而在25℃具有粘度為約15至約65厘泊。這些係取自例如SF 1075 甲基苯基流體(售自通用電子公司)及556 化粧品級流體[Cosmetic Grade Fluid (售自Dow Corning公司)]。有用的聚氧化伸烷基醚共聚物在25℃具有粘度為約1200至1500厘泊。此種流體係取自SF1066有機矽酮表面活性劑(售自通用電子公司)。聚矽氧烷乙二醇醚共聚物係在本發明組成物中使用之較佳的共聚物類。

本發明組成物可包含安定劑，其作用係在製程之高溫階段期間、於產品貯存期間、或二者期間用以安定組成物(詳細言之，膠化劑)。這些物質之一般使用濃度係佔組成物之約0.05%至約5%。這些物質之例包含乙酸鋅、甲胺、乙酸鎂、乙酸鈣、三乙醇胺、二乙醇胺、及其混合物。較佳的安定劑係下列酸之鹽類：C₄至C₆(飽和)二羧酸、C₆至C₈(飽和)單羧酸、及飽和和不飽和苯甲酸。將以鹽形式加入之這些係至少部份溶於溶劑系統中。合宜鹽形成陽離子包含鈉、鉀、鋰、鎂、鈣、及鋅。較佳的鹽形成陽離子係鈉、鉀、鎂、及鈣，詳細言之，鈉。尤佳的安定劑包

五、發明說明 (24)

含苯甲酸鹽、丁二酸鹽、及辛酸鹽，如丁二酸二鈉、苯甲酸鈉、及辛酸鈉。

本發明組成物亦含有惰性填料物質而約 0.5 % 至約 10 %，合宜填料物質包含膠態矽土（如 Cab-O-Sil，售自 Cabot 公司）、粘土（如皂土）、疏水系（四級化）粘土、矽土 / 鋁氧稠化劑、矽酸鹽粉劑如滑石、鋁氧矽酸鹽、及矽酸鎂、經改良玉米澱粉、金屬系硬脂酸鹽、及其混合物。在化粧棒中用以作為安定劑之填料用途在 1987 年 11 月 21 日頒予 Davy 諸位之美國專利 4,126,679 號中有揭示，於此併於本文供參考。本發明組成物亦包含香料、乳化劑及色料而在技藝中廣為熟知者，其濃度係約 0.1 % 至約 5 %。

除了上述止汗劑有效體以外，本發明止汗劑棒亦含有安全而有效數量之一種或多種額外成份，此意指沉積在人類組織上。此種有效成份包含收斂劑、制菌劑、制黴菌劑、顏料、染料、色料、香料、潤滑劑、紫外光吸收劑、及其混合物。這些成份在本發明配方中必須是穩定的。此類有效成份之“安全而有效”數量係指一種數量以用於人類使用之合理益處 / 危險比率而產生所需益處。有用於本發明之各類有效成份在 1980 年 10 月 7 日頒予 Yuhas 之美國專利 4,226,889 號中有說明，於此併於本文供參考。

本發明進一步關於止汗膠棒組成物之製法，此係利用二苯叉糖醇膠化劑、在 3-位置以 C_1 至 C_4 烷基取代之 2-噁唑烷酮而伴隨羥溶劑作為共溶劑和止汗劑有效體。

此項方法係利用足量的 2-噁唑烷酮共溶劑以顯著降低溶

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝
訂
線

五、發明說明 (25)

液之膠化溫度。如上述，測定此係關於含膠化劑及脛溶劑之溶液（而非2-噁唑烷酮共溶劑）之膠化溫度。

其較佳成份及濃度在前文已有更詳細說明。因此，本發明亦關於具有酸系pH之止汗膠棒，組成物含有脛溶劑、經取代或不經取代二苄叉糖醇膠化劑、及止汗劑有效體，該方法包括將膠化劑溶於受熱溶劑中以形成溶液，接著冷卻該溶液以形成膠體，其中改良部份包括將足量2-噁唑烷酮（在雜環3-位置具有C₁至C₄烷基取代基）併入該溶劑系統中以降低溶液之膠化溫度。

在較佳方法中，製得止汗膠棒組成物而以根據下列步驟：

(a) 製備含下列成份之溶液：脛基溶劑、經取代或不經取代二苄叉糖醇膠化劑，及2-噁唑烷酮而在其雜環3-位置具有C₁至C₄烷基取代基，或其混合物，該膠化劑係可溶於2-噁唑烷酮中，而較佳方式係該組成物具有脛溶劑對該2-噁唑烷酮之重量比率為約1:1至約50:1，該膠化劑對該2-噁唑烷酮之重量比率係約0.05:1至約0.1:1；

(b) 將止汗劑有效體混合入該溶液中；

(c) 將溶液冷卻至周遭溫度；

其中該組成物在周遭溫度下具有平均穿透值為約6至約20毫米。

脛溶劑、共溶劑、膠化劑、及止汗劑有效體在最終組成物中之較佳濃度係如上述。

與上述方式相一致地，製得本發明組成物而以精於此項

五、發明說明 (26)

技藝者所普遍熟知之方法。此項方法在"膠體及棒配方",
Cosmetics & Toiletries, 99, 77至84頁(1984)中有說明
，於此併於本文供參考。於將有效止汗劑及任意成份加入
後，將溶液倒入棒模子內。一旦冷卻，則形成固態膠體。
一旦將棒組成物冷卻，則快速固化，又應小心進行，如此
係為了維持升高溫度，同時將組成物混合物操作。

本發明膠體形式之止汗棒組成物係以習知方式使用。詳
細言之，使用組成物以預防及 / 或控制汗濕而以每天乙次
或多次將有效量組成物局部施用至特別傾向於發汗之身體
區域(例如腋下或腋窩區域)。

下列非限制性實例闡釋在本發明中所說明之組成物、製
法、及用法。

例 I 至 III

將不透明膠棒組成物在這些例中示範之。製得組成物而
以根據下列方法。

A 相 - 將水(若施用)稱重而置入燒杯內，將苯甲酸鈉加入
而在室溫下攪拌直到將苯甲酸鈉溶解以形成苯甲酸鈉溶液
為止。

將苯由酸鈉溶液(如有的話)、A 相部份之羥溶劑、及
3-甲基-2-噁唑烷酮(3M20)加至裝有回流冷凝器、溫度計
、及磁攪拌棒之3-頸圓底燒瓶內。將燒瓶置於接有變阻器
之加熱罩內。

將膠化劑稱重後加至燒瓶內。將燒瓶加熱同時攪拌直到
膠化劑完全溶解為止而在例 I 中係於約 110℃ 至約 132℃，

五、發明說明 (27)

在例Ⅱ中係於約100℃至約122℃，且在例Ⅲ中係於約90℃至約110℃。將彼固定在可施用溫度範圍內並攪拌之。

B相 - 將B相部份之二異丙醇及乙醇(若施用)稱量並置入裝有回流冷卻器、溫度計、及機械攪拌器之圓底燒瓶中。將有效止汗劑加入並混合直到完全分散為止。或者進行混合而以高切變混合器。於施用時，將發煙砂土、發煙氧化鋁、及發二酸鈉加至燒瓶內，將燒瓶置於加熱罩中而連接至變阻器，將燒瓶加熱(同時攪拌)至下列溫度，用於例Ⅰ係約65℃至約90℃，用於例Ⅱ係約55℃至約80℃，且用於例Ⅲ係約45℃至約70℃。將彼攪拌並固定在可施用溫度範圍內。

將B相加至A相燒瓶內之後，將彼等混合直到均勻為止。冷卻至接近但高於膠化溫度以避免過早膠化，例如，高於膠化溫度約5至約10℃，測定見到(以肉眼)膠化劑開始從溶液脫離(即開始膠化)之溫度。用於例Ⅰ，其膠化溫度典型係低於在不用3M20之類組成物所預期約12至15℃(以成比率地增加羥溶劑以取代3M20為基準)。用於例Ⅱ，膠化溫度典型低於不用3M20者約18至21℃。用於例Ⅲ，膠化溫度典型係低於不用3M20約7至10℃。因此，於膠化前之操作期間，將組成物在經降低溫度下操作且維持藉以減少膠化劑之分解且改良膠棒性質。其實際益處係例如可得到減少膠化劑分解同時於包裝期間以整體方式維持預膠化產物[(膠化前之產物)，例如，依順序將產物倒入罐內用於接著冷卻至低於膠化溫度以下)。

五、發明說明 (28)

成 份	例 [重 量 %]		
A 相	I	II	III
苯 甲 酸 鈉	1.00	-	1.00
水	2.00	-	2.00
脛 溶 劑			
二 丙 二 醇	15.00	-	42.50
丙 二 醇	15.00	31.00	-
3-甲 基 -2-噁 唑 烷 酮 (3M20)	10.00	15.00	5.00
二 (間 氟 二 苄 叉) 山 梨 糖 醇	3.00	3.00	-
二 苄 叉 山 梨 糖 醇 (不 經 取 代)	-	-	3.50
B 相			
脛 溶 劑			
二 丙 二 醇	27.00	30.00	20.00
乙 醇	10.00	-	10.00
Trichlorohydrex Gly 化 鋅 鋁 (ZAG)*	15.00	15.00	15.00
發 煙 矽 土 **	1.67	1.00	1.00
發 煙 氧 化 鋁 ***	0.30	-	-
癸 二 酸 二 乙 酯	-	5.0	-

* 取自 Westwood 化 學 公 司 WESTCHLOR ZR 30B DM 粉 (美 國 紐 約 Middletown)。

** 取自 Cabot 公 司 之 CABOSIL (美 國 伊 利 諾 州 之 Tuscola 城)。

*** 取自 Degussa 公 司 之 氧 化 鋁 C (Aluminum Oxide) (美 國 新 澤 西 州 之 Teterboro 城)。

五、發明說明 (29)

此種不透明棒具有極佳膠體性質而係具貯存安定性且若將彼施用至腋窩區域，則提供極佳止汗效力。

例 IV - VI

將透明止汗膠棒組成物在這些例中示範之。製得此類組成物而以根據下列方法。

A 相 若施用，則將 A 相部份之水稱量後置入燒杯內。將苯由酸鈉加入後在室溫下攪拌直到將苯甲酸鈉溶解以形成苯甲酸鈉溶液為止。將苯甲酸鈉溶液（若施用）、A 相部份經溶劑、癸二酸二乙酯、及 3-甲基-2-噁唑烷酮加至裝有回流冷凝器、溫度計、及磁攪拌棒之 3-頸圓底燒瓶中。將燒瓶置於加熱罩內而此有變阻器連接。

將膠化劑稱重並將彼加至燒瓶中。將燒瓶加熱（分別達下列程度）同時攪拌直到膠化劑完全溶解為止：用於例 IV 係約 110℃ 至約 132℃，用於例 V 係約 100℃ 至約 122℃，且用於例 VI 係約 90℃ 至約 110℃。將彼攪拌並固定在所施用溫度範圍內。

B 相 - 將丙二醇稱量後置入燒瓶內。將止汗有效體加入後混合直到均勻為止。將 B 相部份之水加入。以高能混合器混合並加熱達約 45℃ 至約 85℃ 同時攪拌直到有效體溶解為止。將彼脫氣。

將經溶解有效體且（若施用）將乙醇及砂石加至裝有回流冷卻器、溫度計、及磁攪拌棒之圓底燒瓶內。將燒瓶置於加熱罩內而此有變阻器連接。將燒瓶攪拌並加熱達約 65℃ 至約 90℃（用於例 IV）、達約 70℃ 至約 95℃（用於例 V）、及

五、發明說明 (30)

達約 45℃ 至約 70℃ (用於例 VI)。將彼攪拌並固定在所施用溫度範圍內。

將 B 相加至 A 相燒瓶後混合直到均勻為止。將彼等冷卻至接近 (但高於) 膠化溫度以避免過早膠化，例如，高於膠化溫度約 5 至約 10℃，測定見到 (以肉眼) 膠化劑開始從溶液脫離 (即開始膠化) 之溫度。用於例 IV，其膠化溫度典型係低於在不用 3M20 之類組成物中所預期約 12 至 15℃ (以成比率地增加經溶劑以取代 3M20 為基準)。用於例 V，膠化溫度典型低於不用 3M20 者約 12 至 15℃。用於例 VI，膠化溫度典型係低於不用 3M20 約 7 至 10℃。因此，於膠化前之操作期間，將組成物在經降低溫度下操作並維持，藉以減少膠化劑之分解且改良膠棒性質。其實際益處係例如可得到減少膠化劑之分解同時於包裝期間以整體方式維持預膠化產物 [例如，依順序將產物倒入罐內用以接著冷卻至低於膠化溫度以下)。

成 份	例 [重量 %]		
A 相	I	II	III
苯 甲 酸 鈉	1.00	-	1.00
水	2.00	-	2.00
經 溶 劑			
二 丙 二 醇	43.00	-	47.50
丙 二 醇	-	47.00	-
3-甲 基 -2-噁 唑 烷 酮 (3M20)	10.00	15.00	5.00
癸 二 酸 二 乙 酯	-	5.00	-

五、發明說明 (31)

二 (間 氟 二 苯 叉-) 山 梨 糖 醇	3.00	3.00	-
二 苯 叉 山 梨 糖 醇 (不 經 取 代)	-	-	3.50
B 相			
經 溶 劑			
乙 醇	10.00	-	10.00
丙 二 醇	15.00	15.00	15.00
氯 水 合 鋁 *	13.50	13.50	13.50
發 煙 矽 土 **	1.00	-	1.00
水	1.50	1.50	1.50

* 取自 Westwood 化學公司之 WESTCHLOR DM 200 粉劑 (位於美國紐約之 Middletown 城)。

** 取自 Cabot 公司之 CABOSIL (美國伊利諾州之 Tuscola 城)。

此類棒具有極佳膠體性質而且具存穩定性，若將彼施用至腋窩區域，則提供極佳止汗效力，組成物係呈透明或半透明。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

.....裝.....訂.....線.....

四、中文發明摘要(發明之名稱：

含2-噁唑烷酮衍生物之凝膠棒止汗劑組合物及其製備方法

本發明係揭示呈膠棒形式而具有酸性 pH 之止汗劑組成物，此包含：止汗劑有效體、膠化劑而包括二苯叉糖醇或其混合物、用於膠化劑之羥溶劑、及 2-噁唑烷酮衍生物而在雜環之 3-位置具有 C₁ 至 C₄ 烷基取代基。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

英文發明摘要(發明之名稱：

"GEL STICK ANTIPERSPIRANT COMPOSITIONS CONTAINING 2-OXAZOLIDINONE DERIVATIVE AND PROCESS FOR MAKING THEM")

Antiperspirant compositions in the form of gel sticks, having acidic pH, and including an antiperspirant active, a gelling agent which comprises a dibenzylidene alditol, or mixture thereof, a hydroxy solvent for the gelling agent, and a 2-oxazolidinone derivative having a C₁-C₄ alkyl radical substituted at the 3 position of the heterocyclic ring are disclosed.

附註：本業已向 美 國(地區) 申請專利，申請日期：1991.5.6 案號： 696375

六、申請專利範圍

公 告 本

修正 82.2.13
本 年 月 日
補充

1. 一種呈膠棒形式而具有酸性 pH 值之固態止汗劑組合物，其包括：
 - (a) 約 0.5 % 至約 35% 止汗活性成份；
 - (b) 約 0.5 % 至約 10% 膠化劑，其係選自由經取代和不經取代之二亞苄基醛醇及其混合物所組成之族群；
 - (c) 約 5 % 至約 98% 用於該膠化劑之羥基溶劑，其係選自一元醇及多元醇所組成之族群；且
 - (d) 約 0.5 % 至約 40% 在雜環之 3-位置有 C_1-C_4 烷基取代之 2-噁唑烷酮，或其混合物，其中膠化劑在 2-噁唑烷酮中比在該羥基溶劑中更能溶解。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之固態止汗劑組合物，其中該組合物具有羥基溶劑對 2-噁唑烷酮之重量比率係約 1:1 至約 50:1，且膠化劑對 2-噁唑烷酮之重量比率係約 0.05:1 至約 2:1。
3. 根據申請專利範圍第 2 項之固態止汗劑組合物，其中 2-噁唑烷酮化合物係 3-(C_1-C_4 烷基)-2-噁唑烷酮，或其混合物。
4. 根據申請專利範圍第 3 項之固態止汗劑組合物，其中 2-噁唑烷酮化合物係 3-甲基-2-噁唑烷酮。
5. 根據申請專利範圍第 3 項之固態止汗劑組合物，其中該羥基溶劑對 2-噁唑烷酮之重量比率係約 3:1 至約 20:1；且膠化劑對 2-噁唑烷酮之重量比率係約 0.1:1 至約 1:1。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

6. 根據申請專利範圍第5項之固態止汗劑組合物，其包括約7%至約90%羥基溶劑，約1%至約25% 2-噁唑烷酮，及約2%至約5%膠化劑。
7. 根據申請專利範圍第4項之固態止汗劑組合物，其中羥基溶劑對2-噁唑烷酮之重量比率係約3:1至約20:1，且膠化劑對2-噁唑烷酮之重量比率係約0.1:1至約1:1。
8. 根據申請專利範圍第7項之固態止汗劑組合物，其包括約7%至約90%羥基溶劑，約1%至約25% 2-噁唑烷酮，及約2%至約5%膠化劑。
9. 根據申請專利範圍第8項之固態止汗劑組合物，其包括約60%至約85%羥基溶劑及約5%至約15% 2-噁唑烷酮。
10. 根據申請專利範圍第1項之固態止汗劑組合物，其中經取代及不經取代之二亞苄基醛醣醇係選自下列所組成之族群：經取代或不經取代之二亞苄基山梨糖醇、經取代或不經取代之二亞苄基木糖醇、經取代或不經取代之二亞苄基核糖醇、及其混合物。
11. 根據申請專利範圍第4項之固態止汗劑組合物，其中膠化劑係經取代或不經取代之二亞苄基山梨糖醇，或其混合物。
12. 根據申請專利範圍第11項之固態止汗劑組合物，其中膠化劑係二(間-氟二亞苄基)山梨糖醇、二(間-氯二亞苄基)山梨糖醇、不經取代之二亞苄基山梨糖醇，或其混合物。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

13. 根據申請專利範圍第1項之固態止汗劑組合物，其中羥基溶劑係選自下列所組成之族群：液體聚乙二醇、液體聚丙二醇、液體聚乙二醇聚丙二醇共聚物、乙醇、正-丙醇、正-丁醇、第三丁醇、2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇、乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,2-丁二醇、異丙醇、異丁醇、二乙二醇單甲醚、二乙二醇單乙醚、1,3-丁二醇、2,3-丁二醇、2,4-二羥基-2-甲基戊烷、三甲二醇、三乙二醇、甘油、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、及其混合物。
14. 根據申請專利範圍第13項之固態止汗劑組合物，其中溶劑係選自三乙二醇、丙二醇、二丙二醇、三丙二醇、己二醇、及其混合物。
15. 根據申請專利範圍第1項之固態止汗劑組合物，其中止汗活性成份係呈溶解形式。
16. 根據申請專利範圍第1項之固態止汗劑組合物，其中止汗活性成份係呈粒狀形式。
17. 一種呈膠棒形式而具酸性pH值之固態止汗劑組合物，其包括：
- (a) 約5%至約35%止汗活性成份；
 - (b) 約2%至約35%膠化劑，其係選自經取代及不經取代之二亞苄基山梨糖醇所組成之族群；
 - (c) 約60%至約85%羥基溶劑，其係選自一元醇及多元醇、和其混合物所組成之族群；及
 - (d) 約5%至約15%共溶劑，其係選自3-(C₁-C₄)甲基

六、申請專利範圍

-2- 噁唑烷酮所組成之族群；

其中膠化劑在共溶劑中比在羥基溶劑中更能溶解。

18. 一種製備具有酸性 pH 值之止汗膠棒組合物之方法，此組合物含有羥基溶劑、經取代或不經取代之二亞苄基醛醇膠化劑、及止汗活性成份，該方法包括之步驟為：將膠化劑溶於經加熱之溶劑中，接著將溶液冷卻以形成膠體，其中改良處包括將有效量在雜環 3-位置具有 C₁-C₄ 烷基之 2-噁唑烷酮併入該溶劑系統中以降低溶液之膠化溫度。
19. 一種製備具有酸性 pH 值之止汗膠棒組合物之方法，其包括：
- (a) 製備一種溶液，其含有醇溶劑、經取代或不經取代之二亞苄基醛醇膠化劑，及在雜環 3-位置具有 C₁-C₄ 烷基取代基之 2-噁唑烷酮，和其混合物，其中膠化劑在 2-噁唑烷酮中比在羥基溶劑中更能溶解，且該組合物具有醇溶劑對 2-噁唑烷酮之重量比率為約 1:1 至約 50:1，且該膠化劑對 2-噁唑烷酮之重量比率係約 0.05:1 至約 2:1；
 - (b) 將收斂性止汗活性成份在溶液中混合；及
 - (c) 將溶液冷卻至周遭溫度；
- 其中該組成物在周遭溫度下具有平均穿透值為約 6 至約 20 毫米。
20. 一種由根據申請專利範圍第 18 項之方法所製得之產物。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

21341.7

A7
B7
C7
D7

六、申請專利範圍

21. 一種由根據申請專利範圍第19項之方法所製得之產物。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線