
Octrooiraad



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **7908149**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Vast antitranspiratiemiddel, alsmede werkwijze ter bereiding hiervan.**
- ⑤1 Int.Cl³: A61K7/32.
- ⑦1 Aanvrager: Naarden International N.V. te Naarden.
- ⑦4 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 7908149.
- ②2 Ingediend 7 november 1979.
- ③2 --
- ③3 --
- ③1 --
- ②3 --
- ⑥1 --
- ⑥2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 1 juni 1981.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Vast antitranspiratiemiddel, alsmede werkwijze ter bereiding hiervan.

De uitvinding heeft betrekking op een middel ter bestrijding van transpiratie en een werkwijze ter bereiding hiervan. Meer in het bijzonder betreft de uitvinding een dergelijk middel in vaste vorm, bijvoorbeeld een stift, met een 5 transparant uiterlijk.

Bekend zijn antitranspiratiestiften, grotendeels bestaande uit een alcoholische oplossing van een transpiratie remmende verbinding, gegeleerd met natriumzouten van hogere vetzuren zoals natriumstearaat. In deze stiften kunnen de meest 10 gebruikelijke transpiratie remmende verbindingen echter niet toegepast worden, omdat zij zuur reageren en ontleding van de zeep veroorzaken. Speciaal ter vermindering van dit euvel ontwikkelde, alkalisch reagerende, antitranspiratiemiddelen zoals aluminiumhydroxychloride-natriumlactaat-complex hebben 15 echter het nadeel, dat zij slechts een gering transpiratie remmend vermogen bezitten (zie bijvoorbeeld E.L. Roehl, Seifen, Öle, Fette, Wachse 99 (1973), no. 6/7 blz. 155 en P. Mannheim, Soap Perfumery and Cosmetics 39 (1966), no. 10 blz. 807). Daarentegen zijn er ook samenstellingen bekend van 20 antitranspiratiestiften waarin de gebruikelijke, zuur reagerende, transpiratie remmende verbindingen worden toegepast. Deze stiften worden samengesteld uit mengsels van vaste en vloeibare wassen, maar missen het voor de gebruiker aantrekkelijke transparante uiterlijk van een gegeleerde stift. 25 Bovendien zijn deze stiften lastig te vervaardigen, omdat bij het stollen, nadat de warme vloeibare massa in vormen is gegoten, vaak ongewenste vormveranderingen optreden.

Verder is het bekend uit de Nederlandse ter inzage gelegde octrooiaanvraag 75.12239 vaste doorschijnende gegeleerde 30 antitranspiratiesamenstellingen, die zuur reagerende transpiratie remmende verbindingen bevatten, te bereiden door een oplossing van deze verbindingen in een mengsel van één- en meerwaardige alcoholen te geleren met behulp van dibenzaldehydemonosorbitolacetaal en een propyleenglycol/ethyleenglycolpolycondensaat. Hoewel kon worden verwacht, dat dibenzaldehydemonosorbitolacetaal (in het navolgende dibenzyl- 35

sorbitol genoemd) niet stabiel zou zijn in het zure milieu, dat door de transpiratie remmende verbinding wordt gevormd, bleek het toch mogelijk op deze wijze een stabiele gegeleerde samenstelling te verkrijgen.

- 5 In de bovengenoemde aanvraag worden rechten gevraagd voor antitranspiratiemiddelen met de volgende samenstelling:
- 10 - 80 gew.% lagere éénwaardige alcoholen,
 - 10 - 60 gew.% 2- en/of 3-waardige polyolen of lagere polyglycolen,
 - 10 5 - 30 gew.% propyleen-ethyleenglycolpolycondensaat met de formule $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_y\text{H}$, waarin $\frac{y}{x+y} = 0,6 - 1$ bedraagt en waarvan het gemiddelde molecuulgewicht ten minste 500 is,
 - 0,5 - 5 gew.% dibenzylsorbitol,
 - 15 2 - 15 gew.% transpiratie remmende metaalverbinding en
 - 0 - 10 gew.% mono- of dialkylolamide van hogere vetzuren.

De stabiliteit van het dibenzylsorbitol in de bovengenoemde samenstelling blijkt samen te hangen met het hydrofobe karakter hiervan. Een voordeel van het hydrofobe karakter is

20 verder een vermindering van irritatie door het antitranspiratiemiddel bij personen met een gevoelige huid.

De bovengenoemde antitranspiratiegelen hebben echter het nadeel dat zij na toepassing op de huid kleverig aanvoelen, hetgeen door de gebruiker als onaangenaam wordt ervaren.

25 ren.

Gevonden is nu dat de kleverigheid van de gelen beschreven in de Nederlandse octrooiaanvraag 75.12239 kan worden voorkomen door twee maatregelen:

- a) Het hoogmoleculaire hydrofobe polycondensaat van propyleen- en ethyleenglycol kan geheel of grotendeels worden weggelaten. Hoewel de verkregen gel dan geen of een weinig hydrofoob karakter meer heeft, blijkt verrassenderwijs het dibenzylsorbitol daarin toch niet te hydrolyseren en blijkt de gel stabiel te zijn.
- 35 b) Er kunnen stoffen worden toegevoegd die op de huid olieachtig aanvoelen en daarom hierna olieachtige verbindingen worden genoemd. Deze verbindingen werden tot dusverre gebruikt ter verzorging en versoepeling van de huid en daarom toegepast in huidverzorgingsmiddelen zoals handcrèmes en

zalven, body-lotions, crème-badoliën, baby-olie en babyzalf. Het was echter niet bekend dat deze verbindingen in staat zijn om de kleverigheid van vaste antitranspiratiesamenstellingen te verminderen.

- 5 De uitvinding heeft derhalve betrekking op vaste, doorschijnende, gegeleerde antitranspiratiesamenstellingen, die lagere eenwaardige alcoholen, twee- en/of driewaardige polyolen of lagere polyglycolen, dibenzylsorbitol, transpiratie remmende metaalverbindingen en mono- of dialkylamiden
 10 van hogere vetzuren bevatten, die daardoor worden gekenmerkt, dat het gel de volgende componenten in de aangegeven hoeveelheden bevat:

		bij voorkeur
	lagere eenwaardige alcoholen	5 - 80% 10 - 60%
15	twee- en/of meerwaardige alcoholen en/of polyglycolen en/of (poly)- glycolethers met ten minste één resterende OH-groep	5 - 75% 20 - 40%
	dibenzylsorbitol	0,5 - 10% 1 - 3,5%
20	mono- en/of dialkylolamiden van hogere vetzuren	0 - 15% 2 - 10%
	olieachtige verbindingen ter voorkoming van kleverigheid	0 - 25% 2 - 10%
	transpiratie remmende metaal- 25 verbindingen	2 - 20% 4 - 10%
	hoger vetzuur	0 - 1% 0,1-0,5%

Hoewel de gelen zonder de olieachtige verbindingen ter voorkoming van kleverigheid kunnen worden vervaardigd, bevatten zij bij voorkeur ten minste 0,1 gew.% van deze verbindingen
 30 gen en in het bijzonder 2 - 10 gew.%.

Zoals boven vermeld is het mogelijk om stabiele gelen te bereiden zonder gebruik te maken van het volgens octrooi-aanvraag 75.12239 toegevoegde propyleen-/ethyleenglycolpolycondensaat. Aangezien het echter in sommige gevallen toch
 35 aanbeveling kan verdienen om de gel een enigszins hydrofoob karakter te geven om daarmee de kans op huidirritatie te verminderen, kan men daartoe het polycondensaat toevoegen in een hoeveelheid van ten hoogste 10% en bij voorkeur niet meer dan 5 gew.%.

79 0 8 1 4 9

Zoals uit het bovenstaande blijkt, is de mate van kleverigheid afhankelijk van de hoeveelheid toegevoegde olieachtige verbindingen en polycondensaat en door wijziging in de onderlinge verhouding hiervan wordt het mogelijk de gewenste
5 geringe kleverigheid desgewenst te combineren met een zekere mate van hydrofoob karakter.

Als olieachtige verbindingen ter voorkoming van kleverigheid kunnen worden gebruikt:

- a) Esters van één- of meerwaardige alcoholen met één of meer
10 basische carbonzuren. Deze esters kunnen verzadigd of onverzadigd zijn, alifatisch en al of niet vertakt zijn of alicyclische of aromatische ringen bevatten, zij kunnen extra functionele groepen bevatten zoals hydroxy- of carbonylgroepen; voorbeelden van dergelijke esters zijn: alifatische esters van
15 adipinezuur, citroenzuur, melkzuur, geacetyleerd citroenzuur en geacetyleerd melkzuur, alifatische carbonzure esters van ethyleenglycol en propyleenglycol;
- b) Siloxanen met een viscositeit tussen 0,01 en 25 cst, bij voorkeur 0,1 - 10 cst, bijvoorbeeld: polydimethylsiloxanen,
20 polyfenylmethylsiloxanen, cyclische polydimethylsiloxanen;
- c) Koolwaterstoffen met een kookpunt van maximaal 350°C/
1 ato; in het bijzonder vertakte koolwaterstoffen.
- d) Vertakte en/of onverzadigde, bij kamertemperatuur vloeibare vetalcoholen zoals laurylalcohol, oleylalcohol, linol-
25 alcohol, linoleenlcohol en octadodecanol-2.

Ook mengsels van verbindingen uit de groepen a, b, c en d zijn zeer goed bruikbaar.

Deze olieachtige verbindingen moeten homogeen mengbaar zijn met het oplosmiddelmengsel waaruit de gel is opgebouwd.
30 Bovendien moeten deze verbindingen goed worden verdragen door de huid.

Het eventueel toe te voegen polycondensaat dient een gemiddeld molecuulgewicht van ten minste 500 en bij voorkeur 1500 - 2000 te bezitten en voor ten minste 60% en bij voor-
35 keur 80 - 90% uit propyleenoxygroepen te bestaan.

De lagere eenwaardige alcoholen zijn bij voorkeur alcoholen met ten hoogste 4 koolstofatomen. Speciaal ethanol en isopropanol zijn zeer goed bruikbaar. Voorbeelden van twee- en meerwaardige alcoholen, polyglycolen en (poly)glycol-

ethers zijn: 1.2-propyleenglycol, 1.3-butyleenglycol, hexyleenglycol, diethyleenglycol, triethyleenglycol, dipropyleenglycol, 2-methoxyethanol, 2-ethoxyethanol, 2-butoxyethanol, diethyleenglycolmonomethylether, diethyleenglycolmonoethyl-
 5 ether, diethyleenglycolmonobutylether, triethyleenglycolmonoethylether, polycondensaten van propyleenglycol, polycondensaten van ethyleenglycol, copolycondensaten van propyleen- en ethyleenglycol.

De alkylolamiden van hogere vetzuren worden toegevoegd
 10 ter verbetering van de stabiliteit van de gel. Genoemd worden alkylolamiden van vetzuren met 8-24 koolstofatomen. Ook mengsels van vetzuuralkylolamiden zoals de alkylolamiden van het vetzuurmengsel afkomstig van kokosolie zijn zeer bruikbaar. Bij voorkeur worden de monoalkylolamiden zoals
 15 monoathanolamiden gebruikt voor de gelen volgens de uitvinding.

Als transpiratie remmende metaalverbinding kunnen worden toegepast de hiervoor gebruikelijke verbindingen van aluminium, zink of zirkoon, met name aluminiumhydroxychloriden en
 20 -bromiden, waarvan de hydroxychloriden de voorkeur verdienen. Desgewenst kunnen deze verbindingen worden toegepast in de vorm van een complex, zoals met propyleenglycol, of in de vorm van een tevoren bereide oplossing in een alcohol.

Oplossingen van aluminiumhydroxychloriden hebben de
 25 neiging om bij verwarming voortijdig te geleren, waardoor de verwerkbaarheid wordt bemoeilijkt. Deze voortijdige gelering kan effectief worden onderdrukt, zonder de stabiliteit van de gereede antitranspiratiegel aan te tasten, door toevoeging van een kleine hoeveelheid van een hoger vetzuur zoals
 30 stearinezuur.

Aan de samenstelling volgens de uitvinding kan bovendien een deodorantwerking worden verleend door toevoeging van een geschikte bactericide verbinding, bijvoorbeeld een
 chloorfenol zoals hexachlorofeen of 2.4.4'-trichloor 2'-
 35 hydroxyfenylether in een hoeveelheid van bij voorkeur ten hoogste 2%.

Om de aantrekkelijkheid van het produkt voor de gebruiker te verhogen kan een parfum worden toegevoegd in een hoeveelheid, die bij voorkeur niet meer dan 5% bedraagt, alsmede

desgewenst kleurstoffen.

De bereiding van de samenstelling volgens de uitvinding kan geschieden door alle componenten te mengen onder verwarming tot een heldere homogene oplossing is verkregen, die 5 vervolgens in vormen wordt gegoten en afgekoeld.

De wijze waarop en de volgorde waarin de componenten van de samenstelling worden gemengd is niet kritisch. Het verdient evenwel de voorkeur om de metaalverbinding afzonderlijk op te lossen in een deel van de oplosmiddelen (lagere een- 10 waardige alcohol en/of lagere meerwaardige alcohol) en deze oplossing toe te voegen aan de oplossing van de overige componenten in de rest van de oplosmiddelen.

Het voorbeeld illustreert de bereiding van een samenstelling volgens de uitvinding maar beperkt deze niet.

15 Voorbeeld

Antitranspiratiestiften met verschillende, in de onderstaande tabel met de nummers 1 t/m 8 aangegeven samenstellingen werden bereid zoals hieronder is aangegeven:

Alle hoeveelheden zijn aangegeven in gew.%.

*) polyethyleenglycol met een gemiddeld molecuulgewicht van 400.

De componenten genoemd onder A werden tezamen verwarmd 5 tot 125°C tot een homogeen mengsel werd verkregen. Vervolgens werd het afgekoeld tot ca. 100°C.

Het stearinezuur en de parfumcompositie werden onder verwarmen tot 70°C opgelost in de juiste hoeveelheid van een kant en klaar in de handel verkrijgbare 20-procents op- 10 lossing van aluminiumhydroxychloride in ethanol. Deze oplossing werd vervolgens toegevoegd aan het warme mengsel A. Het totale mengsel had daarna een temperatuur van ca. 75°C. Het werd in vormen gegoten en afgekoeld.

Alle acht soorten antitranspiratiestiften hadden een 15 uitstekende transpiratie remmende werking en waren gemakkelijk aan te brengen op de huid. Geen van de acht veroorzaakte enige huidirritatie. Na gebruik van stift 1, die is samengesteld volgens de Nederlandse octrooiaanvraag 75.12239, bleef de huid hinderlijk kleverig aanvoelen. De stiften 2 en 3 ver- 20 toonden dit nadeel in veel geringere mate en bij stift 4 was het nauwelijks nog waarneembaar. De stiften 5 t/m 8 veroorzaakten in het geheel geen kleverig gevoel op de huid.

C O N C L U S I E S

1. Vaste, doorschijnende, gegeleerde antitranspiratie-samenstellingen, die lagere eenwaardige alcoholen, twee- en/of driewaardige polyolen of lagere polyglycolen, dibenzylsorbitol, transpiratie remmende metaalverbindingen en
 5 mono- of dialkylolamiden van hogere vetzuren bevatten, met het kenmerk, dat het gel de volgende componenten bevat:
 - 5 - 80 gew.% lagere eenwaardige alcoholen,
 - 5 - 75 gew.% twee- en/of meerwaardige alcoholen en/of poly-
 10 glycolen en/of (poly)glycolethers met ten minste één resterende OH-groep,
 - 0,5 - 10 gew.% dibenzylsorbitol,
 - 0 - 15 gew.% mono- en/of dialkylolamiden van hogere vetzuren,
 - 0 - 25 gew.% olieachtige verbindingen ter voorkoming van
 15 kleverigheid,
 - 0 - 10 gew.% propyleen-ethyleenglycolpolycondensaat met een gemiddeld molecuulgewicht >500 ,
 - 2 - 20 gew.% transpiratie remmende metaalverbindingen en
 - 0 - 1 gew.% hoger vetzuur.
- 20 2. Vaste, doorschijnende, gegeleerde antitranspiratie-samenstelling volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het gel is opgebouwd uit:
 - 10 - 60 gew.% lagere eenwaardige alcoholen,
 - 20 - 40 gew.% twee- en/of driewaardige polyolen of lagere
 25 polyglycolen,
 - 2 - 10 gew.% olieachtige verbindingen ter voorkoming van kleverigheid,
 - 0 - 5 gew.% propyleen-ethyleenglycolpolycondensaat,
 - 1 - 3,5 gew.% dibenzylsorbitol,
 - 30 2 - 10 gew.% mono- of dialkylolamiden van hogere vetzuren,
 - 4 - 10 gew.% transpiratie remmende metaalverbindingen,
 - 0,1 - 0,5 gew.% hoger vetzuur.
3. Vaste, doorschijnende, gegeleerde antitranspiratie-samenstelling volgens conclusie 1 of 2, met het
 35 kenmerk, dat de samenstelling de vorm heeft van een stift.
4. Werkwijze voor het bereiden van vaste, doorschijnende

7908149

gegeleerde antitranspiratiesamenstellingen, m e t h e t k e n m e r k, dat men de verschillende in de voorafgaande conclusies genoemde bestanddelen, desgewenst onder toevoeging van een bactericide verbinding en/of een parfum bijeen-
5 brengt en verwarmt tot een heldere oplossing is verkregen, deze oplossing in vormen giet en afkoelt.

5. Werkwijze volgens conclusie 4, m e t h e t k e n m e r k, dat men de metaalverbinding afzonderlijk oplost in een deel van de lagere eenwaardige alcohol en/of lagere
10 meerwaardige alcohol en deze oplossing vervolgens toevoegt aan de oplossing van de overige componenten in de rest van de oplosmiddelen.

* * *