

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00810971.0

[43]公开日 2002年8月21日

[11]公开号 CN 1365271A

[22]申请日 2000.6.2 [21]申请号 00810971.0

[30]优先权

[32]1999.6.3 [33]GB [31]9912924.9

[32]2000.5.8 [33]GB [31]0011084.1

[86]国际申请 PCT/EP00/05106 2000.6.2

[87]国际公布 WO00/74640 英 2000.12.14

[85]进入国家阶段日期 2002.1.28

[71]申请人 荷兰联合利华有限公司

地址 荷兰鹿特丹

[72]发明人 B·S·埃姆斯利

L·D·斯托伊梅诺夫

G·A·图尔纳

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 罗才希

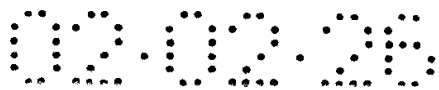
权利要求书5页 说明书39页 附图页数0页

[54]发明名称 止汗剂组合物

[57]摘要

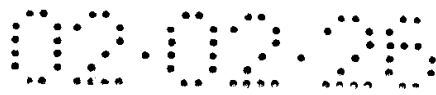
此处的止汗剂组合物包含止汗活性剂,以及载体和用于所述载体的结构化剂,所述结构化剂包含具有40至90℃的熔点的有机蜡,其中至少60%重量的蜡由至少一种满足式: -CH₂-(CH₂)_n-O-CO-(CH₂)_m-CH₃的脂族酯提供,式中n为9至39和m为0至35,以形成固体或柔软的固体。所述组合物可以是止汗活性剂的悬浮液的形式的水组合物,或者可以包括含水的乳液。由所选择的蜡结构化的制剂与常规的蜡结构化的制剂比较在局部应用区域上提供了较少的可见沉积物并且所述蜡能以比常规的蜡结构化制剂低的比例而有效地结构化/稠化。

ISSN 1008-4274



权 利 要 求 书

1. 一种止汗活性剂、液体载体和用于所述载体的结构化剂或增稠剂，其特征在于：所述结构化剂或增稠剂含有具有 40 至 90℃ 的熔点的有机蜡，其中至少 60% 重量的蜡由至少一种满足式： $-\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_m-\text{CH}_3$ 的脂族酯提供，式中 n 为 9 至 39， m 为 0 至 35。
2. 权利要求 1 的止汗剂组合物，其特征在于：至少 90% 重量的蜡由所述脂族酯提供。
3. 权利要求 1 的止汗剂组合物，其特征在于：所述蜡含有少于 2% 重量的游离羧酸。
4. 权利要求 1 的止汗剂组合物，其特征在于：所述蜡含有少于 2% 重量的烃。
5. 前述权利要求中任一项的止汗剂组合物，其特征在于：在符合所述通式的脂族酯中， n 选自 14 至 20 并且 m 选自 14 至 20。
6. 权利要求 5 的止汗剂组合物，其特征在于：在符合所述通式的脂族酯中， m 选自 16 至 20。
7. 权利要求 1 至 4 中任一项的止汗剂组合物，其特征在于：在符合所述通式的脂族酯中， n 选自 18 至 38 并且 m 选自 0 或 1。
8. 前述权利要求中任一项的组合物，其特征在于：所述止汗活性剂包括水合卤化铝、锆或铝/锆；活化的水合卤化铝、锆或铝/锆；或铝、锆或铝/锆络合物或活化的铝、锆或铝/锆络合物。
9. 权利要求 8 的组合物，其特征在于：所述止汗活性剂为混合的水合氯化锆-铝、活化的水合氯化铝或水合氯化铝加锆和甘氨酸的络合物，其任选经过活化。
10. 前述权利要求中任一项的组合物，其特征在于：所述止汗活性剂的比例为 5 至 40% 重量。
11. 前述权利要求中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物含有挥发性硅氧烷和任选的非挥发性硅氧烷和/或液体非硅氧烷疏水



有机载体，其中所述液体非硅氧烷疏水有机载体选自烃、疏水脂族酯、芳族酯、疏水醇和疏水醚。

12. 前述权利要求中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物为无水组合物并含有悬浮的颗粒状止汗活性剂。

5 13. 权利要求 1 至 11 中任一项的组合物，其特征在于：所述载体含有包括至少一部分所述止汗活性剂的水相。

14. 权利要求 13 的组合物，其特征在于：所述组合物为乳液形式。

15. 权利要求 14 的组合物，其特征在于：在所述乳液中的分散相占 5 至 80%重量，所述连续相占 95 至 20%重量。

10 16. 权利要求 13 至 16 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物含有 0.1 至 10%重量的乳化剂。

17. 权利要求 14 的组合物，其特征在于：所述连续相含有 10 至 35%的挥发性硅油，以及 5 至 15%非挥发性疏水油，

所述分散相占 40 至 75%，

15 所述止汗剂或祛臭活性剂占 0.5 至 35%，

所述蜡结构化剂占 7 至 25%，

所述乳化剂占 0.1 至 10%，

并且所述组合物优选最高含有可达 5%的不溶性颗粒物质，

其中所述百分数基于重量计算。

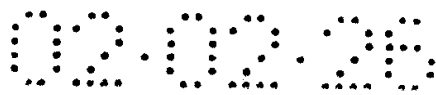
20 18. 权利要求 17 的组合物，其特征在于：所述分散相占 40 至 65%并优选 45 至 60%。

19. 权利要求 17 或 18 的组合物，其特征在于：所述组合物含有 8 至 20%并优选 10 至 15%重量的蜡结构化剂。

25 20. 前述权利要求 17 至 19 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物含有不多于 2%的 C12 至 C24 饱和直链脂族醇。

21. 权利要求 17 至 20 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物含有 10 至 20%的挥发性硅氧烷。

22. 权利要求 17 至 21 中任一项的组合物，其特征在于：所述非



挥发性油选自在 25℃ 下为液体的脂族酯、芳族酯和烃。

23. 权利要求 17 至 22 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物所含的挥发性硅油和非挥发性油的重量比为 1:1 至 3:1 并优选 5:4 至 2:1。

5 24. 权利要求 17 至 23 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物含有 10 至 30% 并优选 20 至 25% 的水溶性止汗活性剂。

25. 前述权利要求中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物所含的挥发性硅油与非挥发性油的重量比为 1:1 至 3:1 并优选 5:4 至 2:1。

10 26. 权利要求 17 至 25 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物含有 10 至 30% 并优选 20 至 25% 的水溶性止汗活性剂。

27. 权利要求 26 的组合物，其特征在于：所述止汗活性剂与非挥发性油的重量比为 1:1 至 4:1，优选 2:1 至 10:3。

15 28. 权利要求 17 至 27 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物含有 1 至 5% 重量的颗粒状不溶性物质。

29. 权利要求 28 的组合物，其特征在于：所述组合物所含的颗粒状不溶性物质选自滑石、细碎的硅石、粘土和颗粒状聚乙烯。

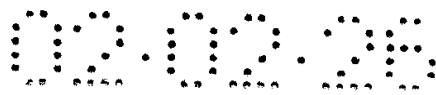
30. 权利要求 16 至 29 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物含有 0.5 至 2% 的乳化剂。

20 31. 权利要求 14 至 30 中任一项的组合物，其特征在于：所述组合物还含有最高可达 15%，优选 3 至 12% 重量的多元醇。

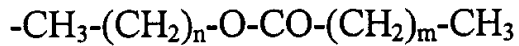
32. 权利要求 31 的组合物，其特征在于：所述多元醇选自甘油和丙二醇。

33. 一种制备止汗剂棒的方法，所述方法包括以下步骤：

25 1. 往液体载体中以足以稠化或结构化所述载体的量掺入结构化剂以形成可挤出固体或固体，所述结构化剂包括有效浓度的有机蜡，所述有机蜡具有 40 至 85℃ 的熔点，其中至少 60% 重量的蜡由至少一种满足式： $-\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_m-\text{CH}_3$ 的脂族酯提供，式中 n 为 9 至



- 39, m 为 0 至 35,
2. 高温下使所述含结构化剂的混合物变得可流动,
 3. 将所述液体载体与止汗活性剂混合, 步骤 2 或 3 在步骤 1 之前、之后或同时进行以形成含结构化剂的混合物,
- 5
4. 将所述可流动的混合物引入涂敷容器中, 并
 5. 冷却或使所述混合物冷却至其稠化或结构化的温度。
34. 权利要求 33 的方法, 其特征在于: 在高温下混合挥发性硅油、非挥发性油和蜡结构化剂形成疏水混合物; 或将所述混合物加热至所述结构化剂熔融或溶解或分散在油中的高温, 由此形成了可流动的疏水混合物,
- 10
- 同时或随后形成含水溶性或水可溶混成分的水相,
- 在乳化剂的存在下将所述可流动的疏水混合物与水相、以及任何不溶的颗粒状物质剪切混合, 由此形成含有疏水连续相和分散水相的乳液,
- 15
- 冷却或使所述乳液冷却至某一温度, 通过所述结构化剂使所述连续相结构化而形成固体, 其特征在于:
- 所述连续相含有 10 至 35% 的挥发性硅油、5 至 15% 的非挥发性疏水油,
- 所述分散相占 40 至 75%,
- 20
- 所述止汗剂或祛臭活性剂占 0.5 至 35%,
- 所述蜡结构化剂占 7 至 25%,
- 所述乳化剂占 0.1 至 10%,
- 所述组合物优选含有最多为 5% 的不溶性颗粒状物质,
- 其中所述百分数基于所述组合物的重量计算。
- 25
35. 一种阻止或减少人类皮肤出汗的方法, 所述方法包括将含有止汗活性剂、液体载体和结构化剂的止汗剂组合物局部施加在皮肤上, 其中所述结构化剂含有具有 40 至 90°C 的熔点的有机蜡, 其中至少 60% 重量的蜡由至少一种满足式:



的脂族酯提供，式中 n 为 9 至 39，m 为 0 至 35。

36. 权利要求 35 的方法，其特征在于：所述组合物的连续相含有 10 至 35% 的挥发性硅油、5 至 15% 非挥发性疏水油，

5 40 至 75% 的分散相，

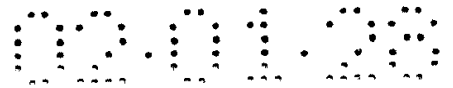
所述止汗剂或祛臭活性剂占 0.5 至 35%，

所述蜡结构化剂占 7 至 25%，

所述乳化剂占 0.1 至 10%，

并所述组合物优选含有最多为 5% 的不溶性颗粒状物质，

10 其中所述百分数基于重量计算。



说明书

止汗剂组合物

5 发明领域

本发明涉及含有增稠或结构化液体的化妆品组合物，具体涉及含有止汗剂和/或祛臭活性剂的那种组合物。

背景和先有技术

10 世界上许多地区的人都广泛使用局部涂敷的止汗剂组合物，该组合物能够使使用者避免或最大程度地减轻他们皮肤上的可见湿斑 (wet patch)，尤其是腋窝部位的湿斑。根据消费者个人的喜好而使用不同涂敷器来施用止汗剂制剂，这些涂敷器包括气雾剂式涂敷器、滚球式涂敷器、泵式喷雾涂敷器、棒式涂敷器和蘑菇型涂敷器。在
15 世界上的某些地区，棒特别流行。术语“棒”传统上是指固体物质条，所述条通常装在配料容器中并在施用过程中保持其完整，即坚固的棒。当坚固棒的一部分抹过皮肤表面时，所述棒组合物的薄膜转移到皮肤表面上。虽然棒具有固体制品的外观，但所述形成棒的物质通常具有结构液相，这样所述组合物的薄膜容易从棒转移到其
20 所接触的另一个表面上。

更近以来，术语“棒”已被应用于柔软固体，这些柔软固体在贮存过程中具有明显的固体形式，但在轻微的挤压或剪切下产生流动，这样在使用中它们可通过一个孔或多个孔挤出到待配料的表面上。在这样的非剪切/低应力条件下在挤出后，柔软固体至少保持它
25 们的外形 30 秒钟，但如果经受高剪切或高应力时，它们的结构将遭到破坏并且当将剪切/应力除去后，不多于一微小部分的结构可在大约 24 小时内得到恢复。

通常止汗剂棒具有三种类型，即悬浮液棒、乳胶棒和溶液棒。



5 悬浮液棒包含悬浮于结构化载体中的颗粒止汗活性剂物质。乳胶棒通常含有油相和含有止汗活性剂溶液的亲水相的溶液，其中连续相被结构化。在一些乳胶棒中，所述连续相为油相。在溶液棒中，通常将止汗剂溶解于结构化的液体载体相中。在溶液棒中的液相可含有水和/或可和水混溶的有机溶剂。这种三种类型可应用于硬固体和软固体组合物的棒中。

10 常规中许多棒采用天然存在或合成的蜡结构化，这些蜡的具体例子包括硬脂醇、烃蜡或硅氧烷蜡。蜡是广泛可得的，通过适当地对其本身及其在制剂中的浓度进行选择可有效地得到柔软固体或硬固体。由此，如蜡结构化的棒在 *Cosmetics and Toiletries*, 1990, 第 105 卷，第 75-78 页的文章中进行了描述。蜡增稠的霜剂在 USP 5102656(Kasat)中进行了描述。

15 虽然在上述参考文献中没有提到存在的缺点，但是已观察到蜡结构化的组合物将导致在施加于人类皮肤上时留下可见的白色沉积物，当与皮肤进行物理接触时，这些沉积物也可转移到所述衣服上，已有明显的、可能越来越多比例的止汗剂消费者表明对可见沉积物的厌烦。因此，止汗剂行业，包括本发明人投入了大量的时间和资源以发现改善或克服消费者对白色沉积物的感觉的方法。

20 在用于或考虑用于增稠或结构化止汗剂或祛臭组合物的油状液相的天然存在蜡类型中，动物源蜡包括蜂蜡、植物源蜡包括小烛树蜡和巴西棕榈蜡。这些蜡的每一种通常包括以下物质的混合物：a)酯，通常包括衍生自脂肪酸或脂肪醇的具有至少 8 个碳原子的烷基部分，和/或芳族烃部分，b)非酯化脂肪酸，c)非酯化脂肪醇，d)非气态烃和 e)树脂。蜡成分的比例可根据具体所选的蜡而定，但与其生产地区和生产年限不大有关。

25 由于掺入了天然存在的蜡(尤其包括蜂蜡)而导致存在各种各样的缺点，例如由于这些蜡的天然组成的不同而产生性质上的不同的缺点以及由于在蜡混合物中存在非酯化酸和/或醇而产生的缺点。因此，



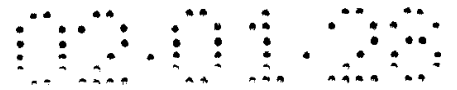
在众多的公开文献中，已在将一些蜡掺入化妆品制剂中之前对它们进行化学处理以提高它们的酯含量。

例如，在 USP 5176902 中通过采用 C1-60 单或多羟基醇将所有存在于蜡中的天然存在的 C12-60 脂肪酸转换成它们各自的酯而将所述蜡酯化，随后掺入这些蜡得到彩色的化妆品棒。在日本未审查专利公开 58-092605 中描述了改性蜂蜡的生产，其中将游离酸酯化。表明所述产物使得颜料在如按摩霜剂中具有优异分散性。在 EPA 319062 和 USP 4948584 中，Koster Keunen 描述了一种通过除去游离酸改性蜂蜡的方法。所得的产物具有自乳化的性能。这些公开中没有提到结构化或稠化的止汗剂或祛臭组合物的可见白色残余物，随后也没有提及如何改善或解决所述问题。

然而，在制剂中掺入蜡的主要问题常常为结构化或稠化载体流体形成一种硬或柔软的固体。最好是确定具有优异的结构化或稠化载体流体的性能的蜡。例如，仅仅需要小部分的蜡来达到所需的稠化或结构化程度，由此增加了化妆品组合物生产者的选择机会来改变剩余的成分。此外，本发明人认识到现在可推断出蜡至少与在皮肤上的沉积物的可见性有关，因此他们得出的结论是如果需要更少的蜡则可见到的沉积物的程度将越少。

在 WO 98/09609 中描述了使用聚硅酮化(polysiliconyl)改性的蜂蜡稠化或结构化的化妆品组合物和在 WO 98/09712 中描述了使用己二醇-二十二烷基蜂蜡稠化或结构化的化妆品组合物。但是，本发明人通过对含有它们的制剂的研究，发现蜂蜡衍生物对止汗剂或祛臭载体流体的增稠或结构化的能力根据改性的性质而变化。由此，观察到例如聚硅酮化改性的蜂蜡和蜂蜡中游离脂肪酸的脂肪酸酯化(如生产己二醇-二十二烷基蜂蜡)均产生具有较差的结构化能力的物质。所以，对蜂蜡的预处理并不能得到具有优异结构化能力的改性蜂蜡。

一种考虑用于止汗剂或祛臭剂应用类型的棒包含乳胶棒。这种棒包含连续相，其中分散了第二种液体相的液滴(通常称为分散相)。



5 所述连续相为疏水或水性的其中一类，而分散相为另一类。可方便地将止汗剂或祛臭活性剂掺在水相中。可通过掺入蜡结构化剂将疏水相结构化，所述蜡结构化剂为一般在环境温度下为固体的物质，但在高温，如 60 至 120℃ 下(根据所选择的油和蜡而不同)熔化、溶解或分散到构成疏水相的油中。当将蜡结构化剂和油的混合物冷却至低于其凝固温度时，所述油相将固化。

10 当配制乳胶棒时，应考虑到各种因素。其中的一些因素是相互抵抗的。一个首要和非常重要的因素涉及所述两相各自的比例。所述止汗剂盐在水相中具有有限的溶解度，由此止汗剂的效果可能随着水相比例的增加而得到提高。但是，在所述制剂中水相比例的任何提高将导致疏水相可用空间的相应减少。结合其组成油的选择，这将影响疏水相提供强的支持连续相的能力，并由此影响所述棒的强度和完整性。此外，其还影响该相包含有利的疏水成分的能力。

15 蜡通常用于或被提议用于结构化无水制剂，其中将颗粒止汗剂悬浮在油相中，但且很少涉及到将它们用于结构化乳胶棒。

20 用于腋下的产品的市场不断地随着消费者的品味和生活方式的变化而发展。近年来消费者主要考虑的腋下制剂的一个特性是所述制剂施加在皮肤上后即刻或随后的几天中的可见程度。这通常称为可见沉积物。蜡和止汗剂盐可在人类皮肤上留下可见的沉积物，因此考虑到现在消费者的喜好，希望能够减少或最好是避免它们。涉及制剂在任何衣服上的可见性的特性可能发生在其施加于皮肤上时，或者发生于随后通过皮肤与衣服接触而发生的转移。同样，希望能够减少或最好是消除在衣服上的可见沉积物。

25 一些油是用于在皮肤上分布止汗剂或祛臭活性剂，而又几乎不会产生可见沉积物的有效载体。各种各样其他的油可改善可见沉积物的外观，但这种油在乳液中的可用空间受到水相所占据的比例的限制。

可用于配制乳胶棒的油的作用在前面已有描述。另一个因素涉



及使用不同油制备的乳胶棒的感觉特性的变化。由此，例如当将所述制剂涂抹在皮肤上时具有高的拖动阻力或它们可能在皮肤上显示出薄的沉积物。当它们在配料容器或施加于皮肤上时显得发粘或感觉到它们较油腻。

5 先有技术包括各种公开了含有水性组分的棒的公开。由此，例如 US-A-4265878 举例了一种基本上不含有非挥发性油的制剂。该制剂具有高的可见沉积物。US-A-5162378 公开了含有水相的乳液，但不含非挥发性油。象'878 没有提及与含非挥发性油的制剂有关的问题以及如何解决这些问题。US-A-4704271 公开了含有高比例的分散液
10 相、含有低比例的非挥发性油和高的挥发性油与非挥发性油比例的连续相，并采用硬脂醇结构化的制剂。该制剂本身具有高水平的来自其活性剂和结构化剂的可见沉积物，而只能在有限范围内降低。

 WO 98/17238 举例了含有非挥发性油的乳液制剂，该制剂不含挥发性硅氧烷。因此，该专利没有提及对要求含有这两种成分的制
15 剂的限制以及按选择的比例含有它们两种的益处。

 EP-A-0291334 通过使用液晶相来结构化产物从而避免了使用蜡。因此，该专利没有提及蜡结构化的含有挥发性硅氧烷和非挥发性油的乳液的措施(provision)。

 EP-A-0281288 举例了一种采用硬脂醇结构化的其中油相只含有
20 小比例的非挥发性油的止汗制剂。这种制剂具有高的拖动阻力并实际上还具有较高的可见沉积物。因此，该专利没有提及如何解决这些问题。EP-A-0295071 公开了采用基于多羟基醇的分散相的乳胶棒，该乳胶棒还可含有少量的水。举例了在分散相中丙二醇与水的重量比为 4:1。基于丙二醇作为主要疏油成分的棒一般具有粘性。

25

本发明的目的

 本发明的一个目的是提供一种增稠或结构化的止汗剂组合物，在使用具有优异的结构化能力的蜡的同时所述止汗剂组合物改善或



克服了可见沉积物的缺点。

某些优选的实施方案的另一个目的是提供一种采用具有优异的结构化能力的蜡配制的乳胶棒，所述乳胶棒具有所需的特性、棒的整体性和减少可见沉积物的组合。

5

本发明概述

本发明的第一方面提供一种含有止汗活性剂、液体载体和用于所述载体的结构化剂或增稠剂的止汗剂组合物，其特征在于：所述结构化剂或增稠剂含有具有 40 至 90°C 的熔点的有机蜡，其中至少 60% 重量的蜡由至少一种满足式： $-\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_m-\text{CH}_3$ 的脂族酯提供，式中 n 为 9 至 39 和 m 为 0 至 35。

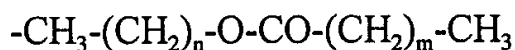
10

通过采用符合特定成分的化学组成的选择标准的蜡，并且将其作用蜡的主要部分，可以实现采用能改善可见沉积物的缺点的蜡而同时提供有效的结构化能力的目标。

15

本发明的详细描述

在本发明的组合物中，所述增稠/结构化的蜡的主要成分为符合以下通式的酯：



20

式中 n 为 9 至 39 和 m 为 0 至 35。

所选择的符合所述通式的酯，或更普遍的酯混合物可包含(如果需要)最多可达 100% 的蜡，蜡的剩余部分为蜂蜡或一种或多种其组分或为第二种蜡状结构化剂或增稠剂。在许多实施方案中，所选择的酯的比例占所述蜡的至少 70% 重量、优选至少 80% 重量并最优选至少 90% 重量。

25

此处使用的蜡最好包含至少至多不多于小比例的游离羧酸和烃。优选所述蜡含有不多于大约 4% 并尤其不多于大约 2% 重量的非酯化羧酸。高度要求在所述蜡中烃的含量较少，并实际上少于在常规的蜂蜡中的含量，具体少于所述蜡的 5% 重量，特别是 0 至 2% 重

量。

5 在所述酯的通式中，优选的酯的范围包括那些其中 n 选自 14 至 24、尤其 16 至 20 同时 m 选自 14 至 24、尤其 16 至 20 的酯。在所述通式中优选的酯的第二范围中， n 选自 18 至 38， m 为 0 或 1。应理解可使用各优选范围的酯混合物或一种优选范围的酯与另一种优选范围的酯的混合物。方便的混合物包括含有 $n = 14$ 至 20 和 $m = 14$ 至 20 的酯的蜡与含有 $n = 16$ 至 20 和 $m = 14$ 至 20 或优选 16 至 20 的酯的蜡的混合物。

10 符合此处所给的式的酯可通过常规的酯化反应得到，所述酯化反应在文献中描述的用于具有适合于提供上述“ n ”范围的链长的醇与具有适合于产生上述“ m ”范围链长的羧酸之间的反应的常规反应条件下实施。

15 此处所用的蜡通常占所述组合物重量的 2 至 25%。当需要硬固体组合物时，蜡的比例通常至少为 5% 重量，通常选择在所述组合物重量的 6 至 15% 的范围内。当需要柔软固体组合物时，蜡的比例通常低于 5% 重量，特别是 2 至 4% 重量。应理解当在或接近所述边界的量使用蜡时，即在 5% 的比例使用蜡时，所得的物质可为柔软固体或在标准球面压痕测试中具有较低硬度的硬固体。

20 止汗剂组合物的主要成分为止汗活性剂。优选止汗活性剂以 0.5-60%，尤其 5-30% 或 40%，特别是 10%-30 或 35% 的量掺入。

用在此处的止汗活性剂通常选自收敛剂活性盐，具体包括铝盐、锆盐和混合铝-锆盐，包括无机盐、有机盐和络合物。优选的收敛剂盐包括铝、锆和铝-锆卤化物以及水合卤化物，如水合氯化物。

25 优选的铝盐包括具有通式 $Al_2(OH)_xQ_y \cdot wH_2O$ 的水合卤化铝，式中 Q 表示氯、溴或碘， x 为 2-5，并且 $x+y=6$ ， x 和 y 为整数或非整数，而 w 表示可变的水合量，其可为 0。一些特别优选的水合卤化物盐包括活化的水合氯化铝，如在 EP-A-6739 (Unilever NV 等) 中描述的那些，将该专利说明书中的内容结合到本文作为参考。活化的



盐保持它们增强的活性并有利地用于基本上无水的制剂，即不含明显的水相的制剂中。一些活化的盐也可在含水制剂中保持它们增强的活性。

5 可在此处的止汗剂组合物中按需使用的锆盐可以用以下经验通式表示： $ZrO(OH)_{2n-nz}B_z \cdot wH_2O$ ，式中 z 为 0.9-2.0 的整数或非整数， n 表示 B 的化合价， $2-nz$ 的值至少为 0， B 选自卤素负离子(包括氟负离子)、氨基磺酸根、硫酸根和它们的混合物，用 w 表示可能发生水合作用的程度，其可为 0。在优选的锆盐中 B 表示氟负离子， z 可在 1.5-1.87 的范围内变化。在实践中，这类锆盐通常不单独使用，而以
10 结合的铝和锆基止汗剂的组分使用，所述铝组分通常根据上述水合卤化物的式进行选择。特别理想的盐包含混合的水合氯化铝-锆，任选经过活化。

应认识到上述铝盐和锆盐的式是经验式并可以是具有不同数量的配位水和/或结合水的化合物以及聚合物和混合物和络合物。具体地讲，锆的氢氧化物盐常表示具有不同羟基数目的盐。
15

在本发明中可有利地使用基于上述收敛剂铝盐、锆盐和铝/锆盐的止汗剂络合物。优选水合卤化铝和/或水合氯化锆物质为络合的。所述络合物通常使用羧酸或羧酸根，最好是氨基酸。适合的氨基酸的例子包括 dl-色氨酸、dl-β-苯基丙氨酸(aniline)、dl-缬氨酸、dl-蛋氨酸和β-丙氨酸，优选具有式 $CH_3(NH_2)CO_2H$ 的甘氨酸。
20

最理想是使用水合卤化铝和水合氯化锆的组合与氨基酸如甘氨酸结合的络合物，如在 US-A-3792068 (Luedders 等)中公开的那些。在文献中通常将某些这类 Al/Zr 络合物称为 ZAG。ZAG 活性剂通常含铝、锆和氟负离子，其中 Al/Zr 的比例为 2-10，特别是 2-6，(Al-Zr)/Cl 的比例为 2.1-0.9 以及各种量的氨基酸，特别是甘氨酸。这类优选的活性剂可得自 Westwood、Summit 和 Reheis。
25

在一些制剂中，特别优选使用活化的 ZAG 络合物，该络合物可通过在 USP 5486347(Callaghan 等)中公开的方法制备。

其它可以使用的活性剂包括例如那些在 GB 2299506A 中描述的乳酸铝、硼酸盐交联的铝盐和收敛剂钛盐。而其他活性剂包括 chlorlinergenic、antihistamines 和 antiandrenics。

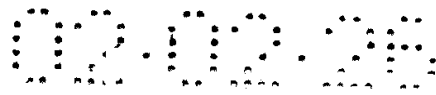
5 在组合物中固体止汗盐的比例通常包括水合作用中任何水的重量和任何可以存在的络合剂。但是，当止汗剂盐溶在溶液中时，它的重量不包括任何存在的水。

10 在本发明的一些实施方案中，所述止汗剂盐在此处以颗粒形式使用，具体在不含水性或亲水相的组合物中使用。这类组合物方便地称为无水或基本无水的组合物。如当使用常规的浇注方法填充常规的筒时，在这类组合物中的止汗剂盐的粒径大小通常为 1 至 200 μm ，平均粒径通常为 3 至 20 μm 。也可考虑较大和较小的平均粒径，如 20 至 50 μm 或 0.1 至 3 μm 。

15 在其它的实施方案中，所述止汗活性剂可以溶液形式使用，例如其中所述组合物含有极性相(通常包含水和/或水可溶混的溶剂)。在这类实施方案中，在溶液中(在分散极性相中)止汗活性剂的浓度通常为 3-60%(仅基于所述极性相计)，特别是 10%或 20%至最高可达 55%或 60%(基于该相计)。

所述组合物的第三种主要成分是液体载体，通常的比例占所述组合物的 30%至 95%，特别是 40 至 90%。

20 掺在此处的组合物中的载体包含一种或多种在所述组合物使用温度下为液体，并可被结构化剂胶凝或结构化以在该使用温度下提供硬或可挤出固体的物质，其中所述使用温度通常为居住的环境温度，常常低于 40 $^{\circ}\text{C}$ ，在许多情况下低于 30 $^{\circ}\text{C}$ 并通常至少为 15 $^{\circ}\text{C}$ 。所述载体可为疏水的载体或可为疏水物和亲水物的混合物，后者通常
25 以乳液的形式存在。特别需要的是此处的载体含有足够的疏水物质以得到连续相，其中可分散不连续的亲水相或颗粒相。本发明的双胶凝剂系统特别适合于胶凝疏水介质并还可结构化分散的油相，只要该相存在。



所述疏水载体液体可以具有一定的挥发性或含有挥发性成分，但在 25℃ 下的蒸汽压通常小于 4 kPa，因此这些物质可称为是油或油的混合物。更具体地说，希望至少 80% 重量的疏水载体液体应当由在 25℃ 下的蒸汽压值不超过 4 kPa 的物质组成。

5 为了在使用所述制剂的时候促进良好的感觉特性，此处特别需要的一类载体为疏水的载体并包含液体硅氧烷。优选至少主要部分的硅氧烷载体由至少一种挥发性聚有机硅氧烷，即在环境条件下(大约 20℃ 至 25℃)具有可测蒸气压力的液体物质构成。通常挥发性硅氧烷在 25℃ 的蒸汽压为 1 或 10 Pa - 2 kPa。挥发性聚有机硅氧烷可以是
10 线形或环状或它们的混合物。优选的环状硅氧烷包括聚二甲基硅氧烷，特别是那些含 3-9 个硅原子，更优选不超过 7 个硅原子，最优选 4-6 个硅原子的聚二甲基硅氧烷，或常被称为环二甲基硅酮。优选的线形硅氧烷包括含 3-9 个硅原子的聚二甲基硅氧烷。通常所述挥发性硅氧烷自身表现出低于 $1 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ (10 厘施)，特别是高于 1×10^{-7}
15 m^2/s (0.1 厘施) 的粘度，线形硅氧烷通常表现出低于 $5 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ (5 厘施) 的粘度。所述挥发性硅氧烷也可以含支化的线形或环状硅氧烷，如上述被一个或多个侧-O-Si(CH₃)₃-基取代的线形或环状硅氧烷。商品硅油的例子包括来自 Dow Corning Corporation 的级别牌号为 344、345、244、245 和 246 的油，来自 Union Carbide Corporation 的 Silicone
20 7207 和 Silicone 7158 以及来自 General Electric[US] 的 SF1202。挥发性硅氧烷通常存在于所述组合物中的比例最高可达 80%，特别是 10 至 70%，在许多情况下为 20 至 60%。

在本发明的组合物中使用的疏水载体可以选择性地或另外含有非挥发性硅油，其包括聚烷基硅氧烷、聚烷基芳基硅氧烷和聚醚硅
25 氧烷共聚物。这些非挥发性硅油可以适当地选自聚二甲基硅酮和聚二甲基硅酮共聚醇。商品非挥发性硅油包括 Dow Corning 556 和 Dow Corning 200 系列(具有至少 50 厘施的粘度)。非挥发性硅氧烷通常以不多于所述组合物重量的大约 30%、优选 1 至 15% 的量存在。在许

多情况下,当存在非挥发性硅油时,其与挥发性硅油的重量比为 1:3 - 1:40。

5 除了或代替液体硅氧烷,可在本发明的组合物中掺入不含硅的疏水有机载体,如 0 至 100%的疏水载体液体。这种不含硅的疏水有机载体物质可包括液体脂族烃如矿物油或氢化聚异丁烯,经常选择它们以具有较低的粘度。液态烃的其它例子为聚癸烯和具有至少 10 个碳原子并通常最高可达 30 个碳原子的异构石蜡。

10 其它适合的疏水载体包括液态脂族酯或芳族酯,作为水不溶混载体的一部分,理想的是不超过水不溶混载体的重量的 20%,在许多情况下低于 10%。

15 适合的脂族酯含至少一个长链烷基,如衍生自被 C₈-C₂₂ 链烷酸或 C₆-C₁₀ 链烷二酸酯化的 C₁-C₂₀ 链烷醇的酯。优选链烷醇和酸部分或它们的混合物,从而使它们具有低于 20°C 的熔点。合适的酯包括十四烷酸异丙酯、十四烷酸十二烷基酯、十六烷酸异丙酯、癸二酸二异丙酯和己二酸二异丙酯。

优选熔点低于 20°C 的适合的液体芳族酯包括苯甲酸脂肪烷基酯。这类酯的例子包括适合的苯甲酸 C₈-C₁₈ 烷基酯或它们的混合物。

20 适合的疏水载体的其它例子包括衍生自至少一种脂肪醇的液体脂族醚,例如十四烷基醚衍生物(如 PPG-3 十四烷基醚)或聚二元醇的低级烷基醚(如 PPG-14 丁醚)。在本发明的制剂中所述醚的比例通常为 0 至 40%重量/重量,在一些制剂中特别为 1 至 30%重量/重量。

25 而其他适合的疏水载体包括在 20°C 下为液体的含有至少 10 个碳原子的脂族醇。这些醇的例子包括支链醇,如乙基己醇、辛基十二烷醇和异硬脂醇。在本发明的制剂中所述醇的比例通常为 0 至 40%重量/重量,特别为 1 至 30%重量/重量。

总的非硅氧烷疏水载体的总比例通常占所述载体重量的 0 至 80% 并特别为 5 至 70%。可使用疏水非硅氧烷有机载体的混合物。如果使用含氧无硅有机疏水液体,则要求所述液体的量不超过疏水载体



重量的 70%。较低比例的疏水相，最高可达 20、30 或 35%总重量也是可能的。

此处可适当地使用硅氧烷和非硅氧烷载体的按任何重量比的混合物，在许多测试实施方案中，所述比例为 20:1 至 1:20。

5 在本发明中使用的载体或载体混合物可为并在许多有效的组合物中为无水的，即不含游离水，这可通过仅仅采用一种或多种疏水载体来实现。或者，如果需要，除了上述那些疏水载体外，所述组合物还可包含亲水载体，具体如水和/或水可溶混的有机溶剂如醇类水可溶混的溶剂。同时含有疏水和亲水载体的组合物一般将它们其中的一种作为分散相。

10 含有分散相的制剂在实践中一般还含有乳化表面活性剂，如阴离子型、阳离子型、两性离子和/或非离子型表面活性剂。

15 在此处的乳液中，所述包含任何溶解在其中的物质的分散相一般构成所述组合物重量的 5 至 80%，在许多情况下最高可达 65%重量并且在这些或其他实施方案中优选至少为 25%重量。含有结构化剂的连续相构成了所述组合物的剩余部分，如 20 至 95%重量。此处的乳液通常含有油包水乳液，即所述分散相为亲水相。当使用乳液时，可在将所述乳液与所述组合物的剩余成分混合之前，方便地在独立的步骤中制备所述乳液。

20 在许多情况下往乳液中掺入一种或多种乳化剂，所述乳化剂通常为非离子型的。通常选择在所述乳液中乳化剂或乳化剂体系(即乳化剂的混合物)的比例为 0.1 至 10%重量/重量，在许多情况下为 0.25 至 5%重量/重量。最优选为 0.1 或 0.25%至最高可达 3%重量/重量。最好使用总 HLB 值为 2-10，优选 3-8 的乳化剂或乳化剂体系。

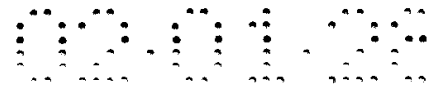
25 可方便地采用乳化剂体系，所述体系包含一种乳化剂具有高于所需总值的 HLB 值和一种具有低于所需值的 HLB 值的组合。通过以适当的比例一起使用这两种乳化剂，很容易可以获得促进乳液形成的重均 HLB 值。

许多适合的乳化剂为非离子酯或醚乳化剂，这些乳化剂含一个聚氧化烯部分，特别是聚氧乙烯部分，通常含有大约 2 至 80，特别 5 至 60 个氧化乙烯单元，和/或含多羟基化合物如甘油或山梨糖醇或其它糖醇作为亲水部分。所述亲水部分可含有聚氧丙烯。所述乳化剂还另外含有疏水烷基、链烯基或芳烷基部分，通常含约 8-50 个碳原子，特别是 10-30 个碳原子。所述疏水部分可以是线形或分枝的，尽管可以是不饱和的，但通常是饱和的，并任选是氟化的。疏水部分可以含不同链长的混合物，例如那些衍生自牛脂、猪油、棕榈油、葵花籽油或大豆油的物质的混合物。这些非离子型表面活性剂也可以衍生自多羟基化合物如甘油或山梨糖醇或其它糖醇。乳化剂的例子包括 cetareth-10 至-25、cetech-10-25、steareth-10-25 和 PEG-15-25 硬脂酸酯或异硬脂酸酯。其它适合的例子包括 C10-C20 脂肪酸单-、二或三甘油酯。其它例子包括聚环氧乙烷(8-12 个 EO)的 C18-C22 脂肪醇醚。

通常具有 2-的低 HLB 值的辅助乳化剂的例子为多元醇如甘油或山梨糖醇、赤藓醇或三羟甲基丙烷的脂肪酸单酯或可能的二酯。脂肪部分通常为 C14-C22，并且在许多情况下为饱和的，包括十六烷基、十八烷基、二十烷基和二十二烷基。例子包括棕榈酸或硬脂酸的单甘油酯，肉豆蔻酸、棕榈酸或硬脂酸的山梨糖醇单或二酯，以及硬脂酸的三羟甲基丙烷单酯。

特别理想的一类乳化剂包括聚二甲基硅氧烷共聚物，即聚氧化烯改性的二甲基聚硅氧烷。聚氧化烯基团通常为聚氧化乙烯(POE)或聚氧化丙烯(POP)或 POE 和 POP 的共聚物。所述共聚物通常以 C1-C12 烷基封端。

适合的乳化剂可以得自各种各样的商品，这些商品包括 AbilTM、ArlacelTM、BrijTM、CremophorTM、DehydrolTM、EmerestTM、LameformTM、Quest PGPHTM、PluronicTM、ProsorineTM、SpanTM、TweenTM、SF1228、DC3225C 和 Q2-5200。



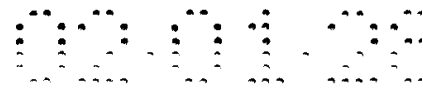
所述亲水载体通常包含水，并除了水外或者代替水而可包括一种或多种水溶性或水可混溶液体。在本发明乳液中水的比例通常选择在最高可达60%的范围，并具体为5%至40%。可将一些水作为所述止汗活性剂的溶剂引入。

5 一类水溶性或水可混溶溶剂包括短链单羟基醇，如C1-C4，特别是乙醇或异丙醇，其可赋予制剂祛臭的能力。另一类亲水液体包括优选熔点低于40℃或者为水可混溶的二醇或多元醇。二元或多元醇的例子包括乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丁二醇、己二醇、二甘醇、双丙甘醇、2-乙氧基乙醇、二甘醇单甲醚和三甘醇单甲醚。特别优选含有甘油或山梨糖醇以及相关的能够作为润湿剂的化合物的多元醇。
10 单、二或多元醇在所述制剂中的比例最高可达15%、在许多情况下为0.5至12%，方便地最高可达大约5%并优选大约0.2至3%。

在本发明的某些优选的实施方案中，所述组合物为乳液的形式，其中连续相含有10至35%的挥发性硅油，以及5至15%非挥发性疏水油。所述分散相占40至75%，所述止汗剂或祛臭活性剂占1至35%，
15 所述蜡结构化剂占7至25%，所述乳化剂占0.1至10%，并且优选所述组合物含有最高可达5%的不溶性颗粒物质，其中所述重量百分数基于所述组合物的重量计算。

通过在优选的实施方案中采用在上述指定范围内选择的成分的组合物，可以制备出具有以下两种或多种优异性能的结合的止汗剂
20 或祛臭剂乳胶棒：避免或改善可见沉积物、避免或改善薄的沉积物、避免或改善拖动阻力、避免或改善粘性、以及改进或保持消费者可接受的滑感(glide)，同时继续享受可接受的棒硬度。换句话说，可以由乳液制备出棒，其中采用本发明的蜡进行结构化并且其具有许多
25 消费者所喜爱的特性。

在所述优选的实施方案中仔细地选择水相和油相的相对比例以便获得性质的平衡。所述水相的比例一般在30至70%重量的范围，所述重量百分数考虑了任何溶解在水中或与水形成单相而存在的物



质。优选所述水相成分不多于所述组合物重量的 65%并在许多理想的实施方案中为 45 至 60%重量。许多有利的组合物含有 50%重量的水相。

5 在所述优选实施方案中水相的水含量通常占该相重量的 40 至 75%、并通常不多于 65%重量。在实践中，水的比例通常占所述组合物重量的 20 至 40%重量，在许多情况下为 24 至 36%重量。

在乳液中存在大比例的水通常可预期消费者将感觉到湿和凉的特性。但是，令人惊讶的是，本发明优选实施方案的乳胶棒在感觉上与无水棒的那些特性相似。

10 除了水外，在乳液中的水相通常含有止汗剂或水溶性祛臭剂。这些物质的比例通常至少为 0.5%重量、通常至少为 2%重量，在许多情况下至少为 5%重量而在相同情况或其他情况下最高可达 30%重量。在所述优选的实施方案中优选所述止汗剂的存在量至少为 10%重量并在许多优选的乳液中为 20 至 25%重量。

15 可在所述优选的乳液实施方案中理想地掺入少量的 C₂-C₆二羟基或多羟基脂族醇，例如以最高可达所述水相的水重量的一半的比例掺入。通常，所述二羟基或多羟基醇的比例占所述乳液的 0 至 15%重量，特别是 3 至 12%重量。优选的二羟基或多羟基醇的例子包括丙二醇、甘油或山梨糖醇。通过限制只掺入少量的这类醇，可以进
20 一步限制来自所述水相的凉的程度以及蒸发和伴随的可见沉积物出现的程度，并且所述组合物没有不舒服的发粘或其他负面感觉特性，如在乳液中采用这类化合物作为所述疏油相的主要的流体成分所产生的感觉特性那样。一些特别优选的乳液含有 3 至 10%重量的甘油。

25 尽管本发明乳液的一个益处是所述乳液不具有明显的清凉感，可通过掺入选择比例的挥发性单羟基脂族醇(如乙醇或异丙醇)来控制清凉的程度，例如选择比例为最高可达 5%重量，如至少 0.1%重量。但是，在优选实施方案类型中许多特别优选的制剂不含挥发性醇。

在本发明乳液的所述优选实施方案中使用的疏水载体液体包含



挥发性硅油和非挥发性油的混合物，在规定的范围内进行两种成分的比例选择。

5 在所述优选实施方案中，优选挥发性硅油的比例不高于 25%重量并通常为 10 至 20%重量。优选非挥发性油的比例为至少 8%重量，在许多情况下不多于 12%重量。要求不仅考虑到油在所述乳液中的绝对比例，而且还应考虑到它们的相对比例。优选所存在的挥发性硅油与非挥发性油的重量比为至少 1:1、特别是至少 5:4。优选该比例不高于 3:1 并更优选不高于 2:1。通过仔细地考虑所述比例以及所述挥发性硅酮和非挥发性油的绝对比例，可以将所述乳液减少可见
10 沉积物，同时避免过量的拖动阻力和油腻的益处结合起来。

还要求考虑到它们与产生可见沉积物的物质，如任何收敛剂盐(如止汗剂盐)和/或蜡结构化剂的比例。优选选择在所述优选的实施方案中止汗剂盐对非挥发性油的重量比为 1:1 至 4:1 并特别为 2:1 至 10:3，而同时保持所述非挥发性油的绝对比例在上述比例的范围內。

15 在选择用于所述优选实施方案的非挥发性油中，最好考虑到上述各种非挥发性油，具体包括非挥发性硅油、液体脂族烃和芳族酯。可考虑用于为低熔点蜡(如那些具有最高可达 65°C 熔点的蜡)提供部分非挥发性成分(例如最高可达 30%重量的成分)、但可能至少为高熔点蜡(例如那些具有至少 70°C 或更高熔点的蜡)提供主要部分的其他非挥发性油可含有至少一个长链烷基的脂族酯，如衍生自采用 C₈-C₂₂ 链
20 烷酸或 C₆-C₁₀ 链烷二酸酯化的 C₁-C₂₀ 链烷醇的酯。优选链烷醇和酸部分或它们的混合物，使它们具有低于 20°C 的熔点。适合的酯包括十四酸异丙酯、十四酸月桂酯、十六酸异丙酯、癸二酸二异丙酯和己二酸二异丙酯。这种非挥发性油的其他类型如脂族酯包括含有至少 12
25 并优选最高可达 30 个碳原子的脂族支化的脂肪醇油，如异硬脂醇或辛基十二烷醇和衍生自至少一个脂肪醇的液体脂族醚，如十四烷基醚衍生物(如 PPG-3 十四烷基醚)或聚二元醇的低级烷基醚(如 PPG-14 丁醚)。



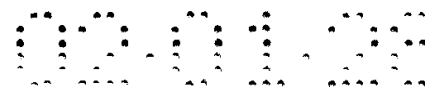
要求在本发明组合物、特别是在乳液中包括至少一种小粒径的颗粒状不溶性物质，优选最高可达5%重量的比例，特别是1至5%重量。这种不溶性物质可为无机物，如滑石、细碎的硅石或粘土。或者，所述物质可为小颗粒状的固体烃，如细碎的聚乙烯。这些成分的存在可改进所述棒的滑感。在悬浮制剂中，这些物质可被加入到任何颗粒状止汗剂盐中。

在本发明组合物中的任选成分可包括例如浓度最高可达约10%重量/重量的消毒剂。适合的祛臭活性剂可含有效祛臭浓度的止汗金属盐、祛臭香料(deoperfume)和/或杀菌剂，具体包括含有双胍衍生物的杀细菌剂如氯代芳族化合物，具体可提及的这类物质如 Igasan DP300™、Triclosan™、Tricloban™和 Chlorhexidine。还有一类为含有双胍盐的祛臭剂，如商标为 Cosmosil™ 的商品。

其它任选成分包括洗脱剂(wash-off agent)，通常以最高可达10%重量/重量的量存在，以帮助从皮肤或衣服上除去所述制剂。这类洗脱剂通常为非离子表面活性剂，如含C₈-C₂₂烷基部分和亲水部分的酯或醚，所述亲水部分可以含聚氧化烯基团(POE或POP)和/或多元醇。

除了所述酯(主要的结构化剂)外，所述制剂的另一种任选组分包括一种或多种辅助结构化剂。在制剂中这类辅助结构化剂的量通常为0，并且通常不超过制剂的15%。通常不超过主要结构化剂的量。应认识到在许多优选的实施方案的乳液中，这类辅助结构化剂可不存在或不需。

可在此处使用的辅助结构化剂可以是非聚合的或聚合的。非聚合结构化剂，有时称为胶凝剂，可选自脂肪酸或其盐，如硬脂酸或硬脂酸钠或12-羟基硬脂酸。其它适合的胶凝剂可包含二亚苄基糖醇，如二亚苄基山梨糖醇。其它适合的胶凝剂可包含羊毛甾醇，选择的N-酰基氨基酸衍生物(包括酯和酰胺衍生物，如N-月桂酰基谷氨酸二丁基酰胺)，考虑该胶凝剂可以与羟基硬脂酸或其酯或酰胺衍生物共



同发挥作用。另外的胶凝剂包括二或三元羧酸的酰胺衍生物，如烷基 N,N'-二烷基琥珀酰胺，例如十二烷基 N,N'-二丁基琥珀酰胺。如果需要可使用硬脂醇和/或天然植物或动物衍生的蜡或相似合成的蜡作为辅助结构化剂。

5 在一些实施方案中，所述辅助结构化剂包含小烛树蜡或酯化的小烛树蜡，其优选含有 12 至 36 个碳原子、特别含有 16 至 24 个碳原子，可通过采用脂肪醇将所述蜡的侧羧基酯化得到。主要的蜡与辅助的小烛树蜡或酯化的小烛树蜡的重量比方便适合地为最高可达 1:4，在许多情况下为至少 10:1，如 3:1、1:1 和 1:3。已证明这样的结
10 合得到的棒比相应的单独采用小烛树蜡作为结构化剂得到的制剂的硬度高。

 可以使用的聚合结构化剂可包括有机聚硅氧烷高弹体，如以乙
烯基封端的聚硅氧烷与交联剂或烷基或烷基聚氧化烯封端的聚(甲基
取代的)或聚(苯基取代的)硅氧烷的反应产物。也公开了许多作为疏
15 水液体的结构化剂的聚酰胺。如果所述组合物含有水相，则聚丙烯
酰胺、聚丙烯酸酯或聚醚可用以结构化该相。

 优选包括所述优选的乳液实施方案的此处制剂基本不含一般为
水不溶性，并通常具有 12 至 30 个碳原子的固体脂肪醇，如硬脂醇
或二十二醇，如含量低于 2%重量、尤其是低于 0.5%重量。

20 此处的组合物可以掺入一种或多种通常考虑用于止汗剂固体或
柔软固体的化妆品添加剂。这类化妆品添加剂可包括例如最高达约
10%(重量/重量)的肤感改进剂如滑石或细碎的聚乙烯；例如最高达约
5%(重量/重量)的益肤剂(skin benefit agent)如尿囊素或类脂；色料；
通常最高达 2%(重量/重量)的不同于已提到的醇类的皮肤清凉剂如薄
25 荷醇和薄荷醇衍生物。通常使用的添加剂为香料，通常以 0-4%的浓
度存在，在许多制剂中香料的浓度为 0.25-2%。

 此处描述的组合物可通过常规的制备悬浮液或乳液固体或柔软
固体的方法制备。



由此，本发明的另一方面提供了制备止汗剂棒的方法，所述方法包括以下步骤：

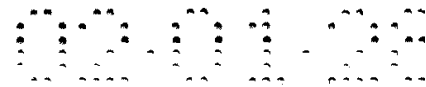
1. 往液体载体中以足以稠化或结构化所述载体的量掺入有机蜡以形成可挤出固体或固体，所述有机蜡具有 40 至 90°C 的熔点，其中至少 60% 重量的蜡由至少一种满足式： $-\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_m-\text{CH}_3$ 的脂族酯提供，式中 n 为 9 至 39 和 m 为 0 至 35，
2. 高温下使所述含结构化剂的混合物变为可流动的，
3. 将所述液体载体与止汗活性剂混合，步骤 2 和 3 在步骤 1 之前、之后或同时进行以形成含结构化剂的混合物，
4. 将所述可流动的混合物引入配料容器中，并
5. 冷却或使所述可流动的混合物冷却至其稠化或结构化的温度。

一种方便的悬浮止汗剂制剂的加工顺序包括首先将所述蜡与载体在足够高以熔融所述蜡的温度下混合。随后，可将颗粒状的止汗活性剂与所述载体溶液掺混，并在高于所述掺混物的凝固点 5 至 10°C 的温度下将其引入所述配料容器中，如采用适合的装填方法引入筒中并冷却或使其冷却至环境温度。

一种适合的制备乳液止汗剂制剂的方法包括首先形成蜡与疏水载体的可流动混合物，例如在悬浮液棒的制备中一样。通过将止汗活性剂(如果需要，因为这类活性剂可方便地分布在水溶液中)引入相中，单独制备水相或亲水相。优选将所述溶液加热至与油相接近的温度，随后将各相混合。或者，可在对所述混合物温和加热下并在保持所述混合物温度的速率下将亲水相引入到油相中。随后与悬浮液棒相似的方法将所述混合物填装/冷却。

25 优选的乳液实施方案可通过以下方法制备：

通过高温下混合挥发性硅油、非挥发性油和蜡结构化剂形成疏水混合物或将所述混合物加热至所述结构化剂熔融或溶解或分散在油中的温度，由此形成了可流动的疏水混合物，



同时或随后形成含水溶性或水可溶混成分的水相，在乳化剂存在下将所述可流动的疏水混合物与水相、以及任何不溶的颗粒状物质混合，由此形成含有疏水连续相和分散水相的乳液，

5 冷却或使所述乳液冷却至某一温度，使得通过所述结构化剂结构化所述连续相而形成固体，其特征在于所述连续相含有 10 至 35% 的挥发性硅油、5 至 15% 的非挥发性疏水油，

10 所述分散相占 40 至 75%，所述止汗剂或祛臭活性剂占 0.5 至 35%，所述蜡结构化剂占 7 至 25%，所述乳化剂占 0.1 至 10%，并且优选所述组合物最多含有 5% 的不溶性颗粒状物质，其中所述重量百分数基于所述组合物的重量计算。

此处描述的乳液制剂可通过迄今描述的任何方法制备或用于制备含有高内相体积，如至少 40% 重量内相的止汗剂乳液。

一种适合的方法包括：

15 1. 将所述蜡以足以稠化或结构化油相的量引入到所述挥发性硅氧烷和非挥发性油的混合物中，

2. 高温下使所述含结构化剂的混合物变得可流动，步骤 1 和 2 可按顺序或同时进行，

3. 得到所述止汗剂或祛臭剂的水溶液，任选含有乳化剂，

20 4. 在乳化剂存在下，将在步骤 2 中制备的可流动物质与步骤 3 的水溶液混合并在高温剪切下形成乳液，

5. 将所述仍为可流动的混合物的乳液引入配料容器中，并

6. 冷却或使所述乳液冷却至其固化的温度。

25 在步骤 2 中，高度要求保持所述混合物在所选择的高温并在高于最高熔点的蜡的熔点的 5 至 10°C 的温度下，直到所述蜡完全分散在所述油相中。

在步骤 3 中，通常方便地将乳化剂引入含有所述止汗剂盐的预形成溶液，但在其他情况下，可将固体止汗剂溶解在水相中。该步骤通常在高温下实施或通常将所述溶液在步骤 4 中与所述可流动的

油相混合之前加热至高温。通常将所述水相加热至所述油相温度的 20 °C 内。

5 在步骤 4 中，在剪切条件及乳化剂存在下将所述两液相混合在一起。这样得到分散相的液滴。该步骤在保持在高于制剂的固化温度的温度下实施，根据其组成，通常选择在大约 50 至 70°C 的范围内。

10 在步骤 5 中，将步骤 4 的可流动乳液引入棒配料器(通常称为筒)。这可使用常规的浇注方法实施，或可使用如在 PCT 申请号 PCT/EP 99/07249 中描述的注塑技术来实施。同样，在悬浮方案的步骤 3 中制备的可流动的悬浮液可在压力下，优选在所述制剂的常规凝固温度的 3°C 左右的温度范围内注入筒中。

在步骤 6 中，强制将含有所述可流动乳液的配料器冷却，如输送通过冷却通道，或例如如果它们已在步骤 5 中(或在悬浮方案的步骤 4 中)通过注塑技术填装(在所述制剂的常规凝固温度的 3°C 范围内操作)，则可简单地使其在环境温度下冷却。

15 此处的组合物适合于局部施加在人类皮肤上，特别是止汗剂组合物施加在腋窝上，由此减少了可见的汗液。

20 由此，本发明第三方面提供了阻止或减少人类皮肤出汗的方法，所述方法包括将含有止汗活性剂、液体载体和结构化剂的止汗剂组合物局部施加在皮肤上，其中所述结构化剂含有具有 40 至 90°C 的熔点的有机蜡，其中至少 60% 重量的蜡由至少一种满足式： $-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_m-\text{CH}_3$ 的脂族酯提供，式中 n 为 9 至 39 和 m 为 0 至 35。

25 特别理想的是局部施加所述特别优选的止汗剂或祛臭剂乳液组合物，即那些含有连续相和 40 至 75% 分散水相的组合物，所述连续相含有 10 至 35% 挥发性硅油、5 至 15% 非挥发性疏水油，其中所述分散水相含有 1 至 35% 的止汗剂或祛臭活性剂、7 至 25% 的蜡结构化剂、0.1 至 10% 的乳化剂，优选最多含有 5% 的不溶性颗粒状物质，其中所述重量百分数基于所述组合物的重量计算。

已对本发明通常术语进行了描述，其具体实施方案将更完全地



进行描述，但仅仅是示例性地描述。

在初步试验中，将以下各种疏水油与 10%重量的各种特定的蜡混合形成混合物，并将所得的混合物加热至高温(在该温度下所有的蜡都已熔融)，并随后冷却至环境温度。

5 油 - 挥发性硅氧烷、苯基三甲基硅氧烷、聚苯基甲氧基硅氧烷、异硬脂醇、甲氧基肉桂酸辛酯、PPG-14 丁醚、苯甲酸 C₁₂₋₁₅ 烷基酯、矿物油。

蜡 - K62、K66、K69、K82H 和 K82N。

10 所得的物质全为不透明凝胶，其可为最软(软/硬)至最硬(非常硬)。

实施例 1 至 15 和对比实施例 C16 至 C18

在实施例 1 至 15 和对比实施例 C16 至 C18 中，根据在下表 1 中总结的配方的悬浮液棒通过以下的通用方法制备：

15 首先将各种油结合以得到载体混合物。将所述蜡引入到所述载体中并加热搅拌至 80°C 至 100°C 并高于所述蜡的熔点的温度下使其溶解。随后在缓慢搅拌下将所得的可流动的混合物冷却，接着在搅拌下加入特定的颗粒状止汗活性剂并使其完全分散。当所述混合物已达到高于其胶凝点大约 5-10°C 的温度时，将其倒入棒筒中，在实
20 验室中(环境温度)使其冷却并固化。

实施例的成分如下：

- (1) vol.sil-DC345(Dow Corning Inc)
- (2) vol.sil-DC245(Dow Corning Inc)
- (3) 异壬酸辛酯-(Stepan)
- 25 (4) PPG-14 丁醚-Fluid AP(Amercol)
- (5) 苯甲酸 C₁₂₋₁₅ 烷基酯-Finsolv TN(Fintex)
- (6) 聚癸烯-Silkflo 364 NF(Albermarle)
- (7) 聚二甲基硅氧烷-DC 350(Dow Corning Inc)
- (8) PEG-8 二硬脂酸酯-Estol E04DS 3724(Unichema)

(9) ECDC-鲸蜡基聚二甲基硅氧烷共聚醇-- Abil EM90

(Goldschmidt)

(10)滑石-Suprafino Talc(Luzenac America Inc)

(11) AZAG- Al/Zr Tetrachlorohydrate 甘氨酸络合物(Summit)

5 (12) AZCH-水合五氯化 Al/Zr 的 50%水溶液(Giulini)

(13) AZG 370-Al/Zr 水合氯化甘氨酸络合物(Summit)

(14) K62-硬脂酸二十二烷酸 C_{16-22} 烷基酯(C_{16-22} alkyl stearate behenate)蜡(熔点 62°C)(Koster Keunen)

(15) K69-乙酸 C_{18-38} 烷基酯蜡(熔点 69°C)(Koster Keunen)

10 (16) K82N-硬脂酸二十二烷酸 C_{16-22} 烷基酯蜡(熔点 82°C)(Koster Keunen)

(17) K82H-硬脂酸 C_{18-38} 烷基酯蜡(Koster Keunen)

(18) K62/K82H-K62 与 K82H 的重量比为 2:1

(19) K80P-硬脂酸二十二烷酸 C_{16-22} 烷基酯蜡(熔点 80°C)(Koster Keunen)(对比蜡)

15

(20) BW67-硬脂基蜂蜡(熔点 67°C)(Koster Keunen)(对比蜡)

(21) SiBee-硅酮化蜂蜡(Koster Keunen)(对比蜡)

(22) 甘油-(Aldrich)

(23) 氯化聚异丁烯-Panalene-L-14E (Amoco)

20 (24) Cetearyl 酯化的小炷树蜡(candellilate wax)(Koster Keunen)

(25) 油酸癸酯-Cetiol V

(26) 去离子水

(27) 水合五氯化铝锆-Rezal 67

(28) 铝锆 Tetrachlorohydrate GLY- Zirconal 50

25 (29) 细碎的颗粒状聚乙烯-Acumist B18

(30) 香料

(31) 聚甘油二异硬脂酸酯-Lameform TGI

(32) 聚甘油基多聚蓖酸酯(Polyglyceryl polyricinoleate)-Quest

PGPR

- (33) 氢化聚异丁烯-Fancol 800
- (34) 氢化聚异丁烯-Fancol 250
- (35) 32 碳 diguerbet-Lambent DG 3200
- (36) 异十六烷-Permethyl 101A

5

在表 1 中，SOFT 表明所述产物为具有针入度计穿透>50mm 的柔软固体，其沉积物分数没有使用可用的设备进行测试。在下文中，球硬度表明硬度采用球面压痕技术进行测试，penet 硬度表明硬度采用针的穿透深度进行测量(正如此处所描述的)。

10

对比棒-采用常规的蜡结构化(CWS)一般具有 0.217N/mm² 球硬度和在此处描述的测试中 61 的黑色羊毛沉积物分数。

表 1

实施例编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
成分	制剂中的重量百分数%								
vol sil ⁽¹⁾	54.55	48.49	54.55	60.00	54.55	54.55	51.0		
vol sil ⁽²⁾								66.75	49.75
异壬酸辛酯 ⁽³⁾	6.75	6.00	6.75						
PPG-14 丁醚 ⁽⁴⁾							15.0		15.0
苯甲酸 C ₁₂₋₁₅ 烷基酯 ⁽⁵⁾				6.00					
聚癸烯 ⁽⁶⁾						6.75			
聚二甲基硅氧烷 ⁽⁷⁾					6.75				
PEG-8 二硬脂酸酯 ⁽⁸⁾									
ECDC ⁽⁹⁾								4.5	4.5
滑石 ⁽¹⁰⁾	3.94	3.50	3.94		3.94	3.94			
AZAG ⁽¹¹⁾	24.76	22.0	24.76	24.0	24.76	24.76	24.0		
AZG 370 ⁽¹³⁾								20.0	20.0
K62 ⁽¹⁴⁾	10.0			10.0	10.0	10.0		8.0	10.0
K69 ⁽¹⁵⁾			10.0						
K82N ⁽¹⁶⁾							10.0		
K62/K82H ⁽¹⁸⁾		20.0							
K80P ⁽¹⁹⁾									
BW67 ⁽²²⁾									
SiBee ⁽²¹⁾									
香料								0.75	0.75
球硬度(N × 10 ⁻³ /mm ²)	224	183	320	98	201	190	33		
穿透硬度 mm								16.1	12.1
黑色羊毛的沉积物 分数	19	16	42	nm	29	53	25	39	54

表 1(续)

实施例编号	10	11	12	13	14	15	C16	C17	C18
成分	制剂中的重量百分数%								
vol sil ⁽¹⁾							54.55	54.55	54.55
vol sil ⁽²⁾	61.75	49.75	51.75	57.75	54.75	59.75			
异壬酸辛酯 ⁽³⁾						5.0	6.75	6.75	6.75
PPG-14 丁醚 ⁽⁴⁾	5.0		15.0		10.0				
苯甲酸 C ₁₂₋₁₅ 烷基酯 ⁽⁵⁾		15.0		5.0					
聚癸烯 ⁽⁶⁾									
聚二甲基硅氧烷 ⁽⁷⁾									
PEG-8 二硬脂酸酯 ⁽⁸⁾	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5			
ECDC ⁽⁹⁾									
滑石 ⁽¹⁰⁾							3.94	3.94	3.94
AZAG ⁽¹¹⁾							24.76	24.76	24.76
AZG 370 ⁽¹³⁾	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0			
K62 ⁽¹⁴⁾									
K69 ⁽¹⁵⁾	8.0	10.0			10.0				
K82N ⁽¹⁶⁾			8.0	10.0		10.0			
K62/K82H ⁽¹⁸⁾									
K80P ⁽¹⁹⁾							10.00		
BW67 ⁽²²⁾								10.00	
SiBee ⁽²¹⁾									10.00
香料	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75			
球硬度(N × 10 ⁻³ /mm ²)							SOFT	SOFT	SOFT
穿透硬度 mm	19.8	18.8	30.4	13.8	16.5	13.8			
黑色羊毛的沉积物 分数	39	29	30	49	35	49	SOFT	SOFT	SOFT

由表 1 可见, 在实施例中得到所有产物具有可测量的硬度,

这与采用相似比例的三种对比蜡得到的产物(C16至C18)不同,表明本发明的蜡与采用对比改性的蜂蜡在结构化止汗剂组合物,特别是结构化含挥发性硅氧烷制剂的方面相比具有优异的性能。

5 应看到本发明的产物与常规的蜡结构化(硬脂醇)悬浮液止汗剂组合物(CWS)比较通常显著减少了白色沉积物的产生。另一方面,C16至C18的对比蜡的产物太软而无法用上述方法对白色沉积物进行测量。

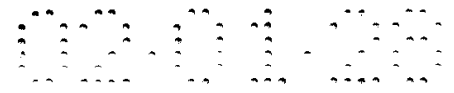
在其他测试中,由经过训练的评估员小组对实施例1的制剂与CWS对比棒进行头对头测试(head to head test)作比较。将一种产物施加在一个腋下而另一种施加在另一个腋下。对左/右施加进行平衡。
10 本发明的制剂较为有利,可见白色沉积物分数的差别为16(48/64),确认了通过将所述产物施加到非皮肤基体上所得到的结果。这个差别具有统计学上的显著性,具有大于95%的置信度。

15 实施例 19 至 31

在这些实施例中,通过一种或其他的以下通用方法制备具有下面表2中总结的配方的乳胶棒:

20 通过将所述蜡引入到所述油和乳化剂的混合物中制备连续油相。将所述混合物加热至80°C至100°C并保持在高于所述蜡的熔点大约10°C的温度范围内,在Silverson混合器中轻微混合(低剪切)直到所述蜡溶解。在实施例19至23中将所述混合物冷却至大约80°C。通过加热铝锆活性止汗剂在水中或在水和多元醇的混合物中的溶液至与所述连续油相相似的温度制备分散相(也称为内相)。

25 在实施例19至23中,在高剪切混合条件下将所述热分散相引入到所述连续相中。直到所述混合物达到高于制剂凝固温度大约5至10°C的浇注温度时才停止高剪切混和,倒入到所述棒筒中并自然冷却至实验室的环境温度。在实施例24至31中,将所述热分散相缓慢引入到油相中,同时逐渐提高所述Silverson混合器的混合速率。



当完全引入所述分散相后，再次以更高的速度混合所述制剂 5 分钟，随后以较低的速度混合直至达到高于所述制剂的凝固温度大约 10-15 °C，此时将其倒入到所述棒筒中并自然冷却至实验室的环境温度。

表 2

实施例编号	19	20	21	22	23	24	25	26	
成分	在制剂中的重量百分数%								
vol sil (1)	38.92	34.50	30.08						
vol sil (2)				25.65	25.65	21.48	19.49	16.31	
异壬酸辛酯(3)	5.08	4.50	3.92	3.35	3.35				
聚癸烯(6)						27.15	24.64	20.61	
PPG-14 丁醚(4)						5.37	4.87	4.08	
ECDC(5)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
AZCH(12)	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	30.0	30.0	30.0	
甘油(22)									
水									
K62(14)	5.0			20.0		15.0	20.0	28.0	
K69(15)					20.0				
K82N(16)		10.0							
K62/K82H(16)			15.0						
内相	50	50	50	50	50	30	30	30	
球硬度(N × 10 ⁻³ /mm ²)	6	44	37			0.05	0.12	0.25	
穿透硬度 mm				8.4	8.2	14.4	8.2	3.7	
黑色羊毛的沉积物分数	14	20	21	28	28	25	23	18	

表 2(续)

实施例编号	27	28	29	30	31	32	33	34	35
成分	在制剂中的重量百分数%								
vol sil (1)									
vol sil (2)	17.5	15.51	13.92	11.54	7.65	9.15	7.96	6.76	3.58
异壬酸辛酯(3)									
聚癸烯(6)	22.12	19.61	17.60	14.58	9.55	11.56	10.05	8.55	4.52
PPG-14 丁醚(4)	4.38	3.88	3.48	2.88	1.89	2.29	1.99	1.69	0.90
ECDC(5)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
AZCH(12)	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0
甘油(22)				5.0	10.0	10.0	15.0	15.0	5.0
水				5.0	10.0	10.0	15.0	15.0	15.0
K62(14)	15	20	24	20.0	20.0	16.0	9.0	12.0	20.0
K69(15)									
K82N(16)									
K62/K82H(18)									
内相	40	40	40	50	60	60	70	70	70
球硬度(N × 10 ⁻³ /mm ²)	0.05	0.16	0.18	0.21	0.21	0.10	0.04	0.09	0.20
穿透硬度 mm	13.6	5.8	5.1	4.5	5.0	7.7	12.4	12.3	4.8
黑色羊毛的沉积物分数	23	24	17	19	17	22	18	16	18



实施例 32-36

在这些实施例中，如下表 3 总结并含有少量结构化剂的制剂通过如下通用方法制备：

5 在 Silverson 混合器中以 3000rpm 的速度混合挥发性硅氧烷、油和蜡结构化剂，同时加热至大约 70℃。在相同的条件下引入颗粒物，随后降低搅拌器速度至 1000rpm 并同时冷却所述混合物至大约 57℃。随后，在没有再进行搅拌的情况下冷却所述混合物至环境温度。

表 3

实施例编号	36	37	38	39	40	41
成分	制剂中的重量百分数%					
vol sil ⁽²⁾	61.5	65.75	61.5	65.75	61.5	65.75
异壬酸辛酯 ⁽³⁾	7.25					
苯甲酸 C ₁₂₋₁₅ 烷基酯 ⁽⁵⁾		7.25				
PPG-14 丁醚 ⁽⁴⁾				7.25		
聚癸烯 ⁽⁶⁾			7.25			
聚二甲基硅氧烷 ⁽⁷⁾					7.25	
聚异丁烯 ⁽²³⁾						7.25
滑石 ⁽¹⁰⁾	4.25		4.25		4.25	
AZAG ⁽¹¹⁾	24.0	24.0	24.0	24.0	24.0	24.0
K62 ⁽¹⁴⁾	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0

10

在这些实施例中制备的制剂全部为柔软固体的形式。

实施例 42 至 44

15 在这些实施例中，重复实施例 1，但采用蜂蜡酯和酯化小烛树蜡的结合代替单独采用蜂蜡酯，其中蜂蜡酯和酯化小烛树蜡的比例如下表 4，表中还列出所得制剂的性质。

表 4

实施例编号	42	43	44
成分	在制剂中的%(重量/重量)		
K62 ⁽¹⁴⁾	2.5	5.0	7.5
酯化的小烛树蜡 ⁽²⁴⁾	7.5	5.0	2.5
实施例 10 的非蜡成分	90	90	90
性质			
针入度计硬度 mm	11.7	19.7	7.5
黑色羊毛的沉积物分数	53	56	60

在上表中总结所述棒的各种性质是通过以下描述的方法分析得到并将结果总结于该表中。评估是在将所得棒贮存在实验室环境温度中至少 24 小时后进行。

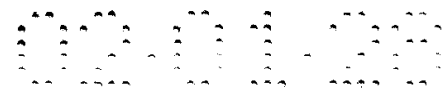
所得的物质均为不透明凝胶，其为软/硬(最软)至极硬(最硬)。

实施例 46 至 51 和对比实施例 C45 至 C52

实施例 46 至 51 和对比实施例 C45 的制剂通过以下通用方法制备：

通过将所述蜡引入到所述油和乳化剂的混合物中制备连续油相。将所述混合物加热至 80°C 至 100°C，然后保持在高于所述蜡的熔点大约 10°C 的温度范围内，在 Silverson 混合器中轻微混合(低剪切)直到所述蜡溶解。将所述混合物冷却至大约 80°C。通过加热铝锆活性止汗剂在水中或在水和多元醇的混合物中的溶液至与所述连续油相相近的温度制备分散相(也称为内相)。

将所述热分散相缓慢引入到油相中，同时逐渐提高所述 Silverson 混合器的混合速度。当完全引入所述分散相后，再次以更高速度混合所述制剂 5 分钟，随后以较低的速度混合直至达到高于所述制剂的凝固温度大约 10-15°C，此时将其倒入到所述棒筒中并自然冷却至实验室的环境温度。



除了对比实施例 C52(采用常规蜡结构化的悬浮止汗剂棒)外, 所得制剂及其特性总结于下表 5 中。术语 u/a 表示腋下。

表 5

成分	C45	46	47	48	49	50	51	C52
vol sil 1	30.65	12.6	12.6	12.6	18.5	12.6	12.6	
油 4	3.35	---	---	---	---	---	---	
油 5	---	8.4	8.4	8.4	12.5	---	---	
油 25	---	---	---	---	---	8.4	---	
油 23	---	---	---	---	---	---	8.4	
乳化剂 9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
水 26	---	---	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	
甘油 22	---	4.5	---	---	---	---	---	
滑石 10	---	---	---	2.0	2.0	2.0	2.0	
AZCH 27	---	58.0	58.0	58.0	---	58.0	58.0	
AZCH 28	50.0	---	---	---	48.0	---	---	
蜡 14	15.0	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5	
PE 29	---	2.0	2.0	---	---	---	---	
油 30	---	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	

5

表 5(续)

	特征							
	8.4	5.9	5.7	5.7	7.4	4.1	6.1	7.3
硬度(mm)	8.4	5.9	5.7	5.7	7.4	4.1	6.1	7.3
白羊毛(0h)	13	18	18	20				36
羊毛(24h)	72	27	32	23				87
	关键感觉数据							
清凉	10	30	32	41				14
白点(flakes)	17	1	9	10				14
拖动阻力	41	16	14	6				11
清凉(2分钟)	15	25	23	33				12
滑感(2分钟)	37	57	42	45				49
白色可见沉积物 u/a	25	7	12	11		8		51
薄的可见沉积物 u/a	33	6	9	7				38
白色沉积物(30分钟)u/a	25	8	6	6		5		40
薄的沉积物(30分钟)u/a	23	4	3	3				18
滑感(30分钟)	33	57	43	43				43

实施例 53 至 55

在实施例 53 至 55 中，再次使用用于实施例 46 的方法制备制剂。

5 所述配方总结于下表 6 中。

表 6

成分	53	54	55
蜡 14	15.0	15.0	15.0
vol sil 1	16.8	14.7	12.6
油 5	4.2	6.3	8.4
甘油 22	10.0	10.0	10.0
乳化剂 9	1.0	1.0	1.0
PE 29	2.0	2.0	2.0
AZCH 28	50.0	50.0	50.0
油 30	1.0	1.0	1.0
特征			
硬度(mm)	5.4	8.7	6.5
白度			
羊毛(0h)	18	19	17
羊毛(24h)	16	17	17

实施例 56 至 60

在实施例 56 至 60 中，再次使用用于实施例 46 的方法制备制剂。

5 所述配方总结于下表 7 中。

表 7

成分	56	57	58	59	60
vol sil 1	13.05	12.9	13.35	13.2	12.9
油 5	8.7	8.6	8.9	8.8	8.6
蜡 14	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5
PE 29	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
甘油 22	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
乳化剂 31	1.25	1.5	---	---	---
乳化剂 32	---	---	0.75	1.0	1.5
AZCH 27	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0
硬度					
穿透(mm)	9.9	10.0	6.7	6.6	7.5

实施例 61 至 65

在实施例 61 至 65 中，再次使用用于实施例 46 的方法制备制剂。所述配方总结于下表 8 中。

5

表 8

成分	61	62	63	64	65
vol sil 1	12.6	12.6	12.6	12.6	12.6
油 36	8.4	--	--	--	--
油 33	--	8.4	--	--	--
油 34	--	--	8.4	--	--
油 35	--	--	--	8.4	--
油 6	--	--	--	--	8.4
乳化剂 9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
AZCH 27	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0
水 26	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
蜡 14	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5
滑石 10	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
油 30	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
硬度					
穿透(mm)	8.8	6.6	8.4	7.5	5.5
白度					
羊毛(0hr)	29	21	23	17	19
羊毛(24hr)	68	26	26	21	16

通过球压痕测量硬度(球硬度)

固体或柔软固体的硬度可通过使用球压入其表面来测量。这种测试装置可以控制的速度移动球进出样品并同时测量施加的力。作为硬度测定的参数是最大力和压痕处凸出区域的函数。

10

具体测试方案使用配有 10N 负荷室的台式英斯特朗万能试验机(5566 型)。将直径 9.5mm 的金属球固定到所述负荷室从而可将其用于将位于其下方而在仪器基板上的样品压陷。在放置好样品后，调

节球的位置直到刚好在样品表面上。使用所述测试设备的控制软件产生用于所述测试方法的连续移动曲线(subsequent motion profile)。该曲线最初以 0.05 mm/s 的压陷速度将球压入到样品中直到达到指定的力，所选的指定的力使刺入样品的距离小于所述球的半径。到该
5 负荷时，球移动的方向立即反转以将球以 0.05 mm/s 的相同速度从样品中拉出。在该测试过程中，获得的数据为时间(s)、距离(mm)和力(N)并且数据获得速率为 25Hz。

适用于测量的样品可装于棒筒中(具有螺旋机械装置)。将棒旋转直到其凸出筒沿外，然后使用刀切掉筒的顶端从而留下平整均匀的表面。然后尽可能远将棒推回筒中以最大程度减少任何来自包装内
10 螺旋机械装置柔顺性的机械干扰。两次压陷通常压在螺旋的各侧。使用标准 spreadsheet 软件处理每次测试有关的数据并用于采用下面方程计算硬度 H:

$$H[\text{N/mm}^2] = F_{\max}[\text{N}] / A_p[\text{mm}^2]$$

15 式中 F_{\max} 是最大负荷， A_p 为卸载后保留的压痕的凸出面积。该面积可从塑性压痕深度进行几何计算得到。因为样品的弹性变形，所述塑性压痕深度稍低于负荷下测量的总穿透深度。塑性压痕深度从卸载力对总穿透深度的图计算。该卸载数据的最初斜率取决于样品的最初弹性恢复率。从零力轴与以对应塑性变形的卸载斜率部分的正
20 切的直线间的截距估计塑性压痕深度。

通过针入度计测量硬度

采用装配有 θ -蜡针，质量 = 2.5 克，针尖处的锥角规定为 $9^{\circ}10' \pm 15'$ (ASTM D1321; IP376; DIN 51579)、最大下垂距离为 50mm
25 的实验室设备 PNR 10 针入度计测量硬度。将棒旋转出筒平面，然后切成平整均匀的表面。将针小心放到棒的表面并随后让在其针夹中的针(组合重量为 50 克)下降 5 秒钟，然后记录穿透的深度，这样来测量穿刺硬度。该方法在棒表面的六个不同点进行。

所用的硬度为 6 个测量值的平均值。

用于开口端配料容器的止汗剂物质的适合硬度低于 30mm，尤其为 5mm 至 20mm。

5 沉积物的测量

所述方法包括使用松卷装置(pay-off rig)在标准条件下将 AP 棒样品采用设备施加到基材上，并然后使用图象分析测量白色沉积物的平均水平。

10 I)将样品施加到基材上

所用的基材为 12 × 28 cm 精纺羊毛织物条。

所述 AP 棒先前未使用过并且具有未改变的圆顶表面。

所述松卷装置包括在每端通过夹子连接有平面基材的平面基底。具有接受标准尺寸棒筒的装备的柱安装在可通过气动活塞控制水平沿基材移动的臂上。在固定所述棒筒时置一偏斜的弹簧使得每次所述棒对基材产生相同的垂直压力。

在测试前将每支棒保持在实验室的环境温度中过夜。使所述棒横向通过基材八次。小心将基材从所述装置取下并使用图象分析仪直接测量沉积物分数，即白色沉积物的评价。

20

II)图象分析

使用高角荧光管照明所述样品基材以消除阴影。通过具有 Cosmocar 16mm 焦距透镜的 Sony XC77 相机来记录图象。所述相机垂直置于参比玻片上并对所述装置进行校正。将所述样品基材放在所述相机下，并拍摄图象。随后使用 Kontron IBAS 图象分析仪分析所得图象以获得平均灰度值。这抽象地将图象分成大的象素阵列并测量各象素的白度。在 0 到 255 的范围测量白度，255 为最白而 0 为黑色。假定低数值表明透明沉积物，可见到基材的颜色(灰色或黑色)。



感觉特性

5 通过评估小组对感觉特性进行评价。评估人员经过多方面训练以确保它们感觉评估的一致性和敏感性，涉及对各种关键感觉特性的不同水平进行示例的标准系统的评估。此处报导的感觉特性包括在施加时或 2 分钟后的清凉感觉、白点(flakiness)、拖动阻力、滑感和薄的沉积物。

产物的施加

10 由评估人员将经过编码的制剂棒产物以 $300\text{mg}\pm 30\text{mg}$ 的测量剂量施加。

方法

15 在测试前 24 小时，将评估人员的腋毛除去。所有测试对至少 14 位评估人员，在对比测试区域上实施。在施加测试产物前，要求评估人员采用未加香的 Lux™ 香皂、以温水洗涤他们的腋下和前臂并完全干燥。

20 评估人员将第一种产物施加到他们的左腋下并完成相关的分数表。在一张描述性的固定并分开的 10cm 直线刻度上记录各个产物的感觉特性的浓度和强度。当完成左腋下的分数表后，将第二产物施加到右腋下并在第二分数表上重复所述方法。将评估人员在所述直线刻度上的标记转换为在 1-100 范围内的分数。随后计算平均分数用于各个产物的各种感觉特性。直到评估人员报道感到不舒服时才将所述产物从他们的腋下除去。