



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 273 721**

51 Int. Cl.:
A61Q 15/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **00955761 .2**

86 Fecha de presentación : **21.08.2000**

87 Número de publicación de la solicitud: **1206239**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **22.05.2002**

54 Título: **Procedimiento para fabricar composiciones anhidras que contienen una sustancia activa solubilizada antitranspirante potenciada.**

30 Prioridad: **24.08.1999 US 379991**

73 Titular/es: **THE PROCTER & GAMBLE COMPANY**
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, Ohio 45202, US

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.05.2007

72 Inventor/es: **Swaile, David, Frederick**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.05.2007

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 273 721 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para fabricar composiciones anhidras que contienen una sustancia activa solubilizada antitranspirante potenciada.

5

Campo de la invención

Esta invención se refiere a un proceso para fabricar composiciones anhidras que comprenden sustancia activa antitranspirante potenciada, disuelta. El proceso proporciona una eficacia de fabricación mejorada, incluida la aplicación de menos etapas de fabricación intermedias en la fabricación de una composición anhidra estable que contiene sustancias activas antitranspirantes potenciadas disueltas.

10

Antecedentes de la invención

La mayoría de los productos antitranspirantes tópicos disponibles hoy en día contienen sustancias activas antitranspirantes tales como sales de circonio y aluminio, de forma más típica en su forma potenciada (p. ej., sustancia activa antitranspirante potenciada o activada). Estas sales de aluminio y circonio mejoradas se formulan en productos tópicos como sólidos en forma de partículas suspendidos o en forma de sustancia activa disuelta o parcialmente disuelta en un disolvente acuoso o alcohólico. Véase el documento WO 96/14052, el cual describe un proceso para preparar una solución de una sal antitranspirante de aluminio de eficacia mejorada que es un alcohol polihídrico y la patente US-3.520.911, la cual describe un método para fabricar complejos de aluminio solubles en alcohol para su uso en las composiciones en aerosol.

15

20

La sustancia activa antitranspirante potenciada disuelta puede proporcionar un producto tópico con un bajo contenido de residuos y eficacia antitranspirante potenciadas. Estas sustancias activas disueltas se pueden formular en un disolvente anhidro para proporcionar una aplicación al tacto seca, una eficacia antitranspirante y una estabilidad de la sustancia activa disuelta mejoradas. Los ejemplos de disolventes anhidros habitualmente utilizados o conocidos de otra manera para su uso en la solubilización de estas sustancias activas antitranspirantes incluyen etilenglicol, dietilenglicol, butilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,3-propilenglicol, 1,3-butilenglicol (1,3-butano-diol), glicerina (1,2,3-trihidroxi propano), 2-metil-2,4-pentano-diol (hexilenglicol), 1,2-hexanodiol, 2-etil-1,3-hexanodiol, 1,2,6-hexanotriol, etanol, tripropilenglicol, éter metílico de propilenglicol, diéter metílico de propilenglicol, etc.

25

30

Las composiciones anhidras que contienen sustancia activa antitranspirante potenciada disuelta se formulan mediante varios métodos conocidos. La mayoría de estos métodos incluyen una etapa de fabricación inicial o intermedia en la cual las sales de aluminio o de aluminio-circonio se activan para formar sustancia activa antitranspirante de eficacia mejorada o potenciada. Estas etapas de activación implican de forma típica la aplicación de calor a una solución de sustancia activa acuosa para producir el antitranspirante potenciado deseado, seguido de la evaporación rápida o eliminación de agua de la solución calentada para estabilizar así el antitranspirante potenciado en su forma mejorada o potenciada. La sustancia activa mejorada o potenciada contiene una concentración más elevada de polímeros de aluminio o aluminio-circonio de menor peso molecular para formar la sal activa. Se cree que los polímeros de la sustancia de activa de menor peso molecular proporcionan una eficacia antitranspirante potenciada.

35

40

Se conocen muchas variaciones del método anteriormente descrito para fabricar composiciones anhidras que contienen sustancia activa antitranspirante potenciada disuelta. Una variación de este tipo implica la disolución de polvo o sólidos de sustancia activa antitranspirante potenciada en una solución acuosa que contiene un disolvente anhidro, seguida de la evaporación rápida de agua de la solución de sustancia activa potenciada. Al igual que el proceso anteriormente descrito, es importante evaporar rápidamente el agua tras la disolución para evitar o minimizar la desviación polimérica de la sustancia activa antitranspirante potenciada en una especie de mayor peso molecular y menos eficaz. Se cree que cualquier desviación polimérica de este tipo tendrá como resultado una pérdida de eficacia antitranspirante.

45

50

Sin embargo, estos métodos de fabricación de composiciones anhidras que contienen sustancia activa potenciada, disuelta, implican, de forma típica una larga serie de etapas de proceso relativamente ineficaces o costosas. Por ejemplo, muchos de los métodos del estado de la técnica requieren una serie inicial de etapas que tienen como resultado la formación de polvo antitranspirante potenciado secado por pulverización, el cual se redisuelve a continuación en una solución acuosa para iniciar la siguiente secuencia de fabricación. Otros métodos han evitado esta secuencia de secado por pulverización-redisolución poco rentable fabricando inicialmente la sustancia activa antitranspirante potenciada en una solución acuosa diluida que contiene no más de 20% en peso de sustancia activa de aluminio, calentando la solución diluida hasta una temperatura de hasta 105°C durante varias horas para formar una sustancia activa que contiene aluminio potenciada, añadiendo un disolvente anhidro y evaporando a continuación rápidamente el agua de la solución para formar la composición anhidra deseada que contiene la sustancia activa de aluminio potenciada y el disolvente anhidro añadido. Aunque este proceso evita la etapa de secado por pulverización-redisolución descrita anteriormente, requiere el uso de soluciones de sustancia activa relativamente diluidas (no más de 20% en peso de la solución) lo que, a su vez, requiere cantidades importantes de energía durante la secuencia de evaporación para eliminar rápidamente estas grandes cantidades de agua.

55

60

65

Es, por consiguiente, un objeto de la presente invención proporcionar un proceso mejorado para fabricar composiciones anhidras que contienen sustancias activas antitranspirantes potenciadas disueltas, en donde el proceso mejorado

implica una secuencia de fabricación más eficaz que reduce los costes de fabricación, simplifica la secuencia de fabricación y reduce los tiempos de producción.

Sumario de la invención

5

La presente invención se refiere a un proceso para fabricar composiciones anhidras que contienen sustancia activa antitranspirante potenciada disuelta. El proceso comprende las etapas de (A) calentar una solución acuosa que comprende de aproximadamente 24% a aproximadamente 55%, en peso, de una sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio, no potenciada, disuelta, a una temperatura de 120°C a aproximadamente 200°C durante un período de tiempo de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 15 minutos para formar una sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio, potenciada, disuelta; (B) añadir una sustancia activa antitranspirante que contiene circonio a la solución calentada para obtener la solución con un intervalo de aproximadamente 24% a aproximadamente 60%, en peso, de las sustancias activas antitranspirantes que contienen circonio y que contienen aluminio, disueltas, combinadas; (C) añadir un disolvente anhidro a la solución que contiene circonio y aluminio en una relación de peso entre el disolvente anhidro y las sustancias activas antitranspirantes que contienen circonio y aluminio combinadas de aproximadamente 1:2 a aproximadamente 20:1; (D) eliminar agua de la solución que contiene el disolvente anhidro para formar una composición anhidra que contiene sustancia activa antitranspirante que contiene circonio y que contiene aluminio, potenciada, disuelta.

Se ha descubierto que el proceso de la presente invención proporciona una eficacia mejorada en la fabricación de composiciones antitranspirantes que contienen sustancia activa antitranspirante potenciada, disuelta. El proceso es especialmente útil en el sentido de que implica el uso de menos etapas de fabricación intermedias que otros métodos conocidos para fabricar soluciones activas antitranspirantes estables o ayuda a reducir los costes de fabricación y los tiempos de producción.

25

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un ejemplo de un cromatograma de una sal de circonio-aluminio potenciada. El cromatograma se genera según la metodología de cromatografía de filtración en gel (GPC) descrita en la presente memoria. Esta metodología se utiliza para ayudar a definir “sustancia activa antitranspirante potenciada” e identificar el tipo de sustancia activa antitranspirante fabricada de acuerdo con el proceso de la presente invención. El eje vertical representa índices de refracción relativos. El eje horizontal representa el tiempo (minutos) requerido por las diferentes especies de polímero de una sal de circonio-aluminio para pasar a través de una columna de GPC. Los picos I-II están representados como un único agregado a aproximadamente 5,84 minutos (A); los picos III, IV y V están representados a aproximadamente 6,09 minutos (B), 6,39 minutos (C) y 7,08 minutos (D), respectivamente. Los picos I-II corresponden a especies de polímeros de aluminio y circonio que coeluyen; los picos III, IV y V corresponden a otras especies de polímero de aluminio en la muestra inyectada. El pico no identificado en la parte más alejada de la derecha del cromatograma es un pico de halógeno asociado a la muestra de sal.

Descripción detallada

A continuación se describe detalladamente el proceso de la presente invención, incluyendo las principales limitaciones y las características opcionales. Todos los porcentajes, partes y relaciones en la presente memoria son en peso de la composición total, salvo que se indique lo contrario. Todos estos pesos al pertenecer a ingredientes enumerados están basados en el nivel de sustancia activa y, por consiguiente, no incluyen disolventes o subproductos que pudieran estar incluidos en materiales comerciales, salvo que se indique lo contrario.

El término “anhidro” en la presente memoria, salvo que se indique lo contrario, significa que el material o la composición citados contienen menos de 20%, preferiblemente menos de 10%, más preferiblemente menos de 5%, con máxima preferencia 0%, en peso, de agua.

El término “antitranspirante potenciado” en la presente memoria, salvo que se indique lo contrario, indica un material antitranspirante que contiene aluminio en el que la distribución de peso molecular del material que contiene aluminio, el cual está en forma polimérica, está desviado de forma medible hacia polímeros de peso molecular más bajo respecto a la distribución del polímero. En este contexto, la desviación medible se determina de acuerdo con la metodología GPC definida en la presente memoria.

El proceso de la presente invención puede comprender, consistir en, consistir prácticamente en, los elementos y limitaciones esenciales de la invención descrita en la presente memoria, así como otros ingredientes, componentes o limitaciones adicionales descritos en la presente memoria.

Proceso

El proceso de la presente invención proporciona un método más eficaz para fabricar composiciones anhidras que comprenden sustancia activa antitranspirante disuelta. El proceso descrito en la presente memoria puede ser un proceso continuo o discontinuo, preferiblemente un proceso continuo. Las composiciones anhidras fabricadas de acuerdo con el proceso pueden usarse como materias primas o como productos intermedios de fabricación para formular diversos productos antitranspirantes y desodorantes anhidros.

ES 2 273 721 T3

La primera etapa del proceso de la presente invención es una etapa de calentamiento inicial, en donde la etapa de calentamiento inicial comprende calentar una solución acuosa que comprende de aproximadamente 24% a aproximadamente 55%, preferiblemente de aproximadamente 30% a aproximadamente 50%, más preferiblemente de aproximadamente 30% a aproximadamente 40%, en peso, de un material que contiene aluminio disuelto a una temperatura de aproximadamente 120°C a aproximadamente 200°C, preferiblemente de aproximadamente 140°C a aproximadamente 190°C, más preferiblemente de aproximadamente 140°C a aproximadamente 180°C, durante un período de tiempo que oscila de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 15 minutos, preferiblemente de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 5 minutos, más preferiblemente de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 3 minutos.

El calentamiento inicial tendrá lugar de forma típica en un sistema intercambiador de calor cerrado, tal como un intercambiador de calor de bucle de reciclado. Los tiempos de calentamiento variarán dentro de los intervalos anteriormente citados dependiendo de diversos factores, incluido el tipo de equipo de intercambiador de calor utilizado. El intercambiador de calor de bucle de reciclado, por ejemplo, generalmente requiere tiempos de calentamiento mayores que otros sistemas intercambiadores de calor cerrados.

De acuerdo con la etapa de calentamiento inicial, la solución acuosa que contiene la sustancia activa de aluminio se puede preparar mediante cualquier medio conocido o de otra manera eficaz para preparar una solución de sustancia activa que contiene sales de aluminio o de aluminio y circonio. Estas soluciones acuosas pueden comprender otros disolventes distintos al agua, aunque de forma más típica comprenderán agua como el principal o el único disolvente líquido en este punto particular del proceso.

Una segunda etapa, aunque opcional, del proceso de la presente invención es una etapa de mezclado inicial, en donde la etapa de mezclado inicial comprende añadir un material que contiene circonio a la solución acuosa calentada para obtener la solución con un intervalo de aproximadamente 24% a aproximadamente 60%, preferiblemente de aproximadamente 30% a aproximadamente 50%, más preferiblemente de aproximadamente 30% a aproximadamente 40%, en peso, de los materiales que contienen circonio y que contienen aluminio disueltos combinados. El material que contiene circonio se puede añadir antes, durante o después de la etapa de calentamiento inicial, pero preferiblemente se añade después de la etapa de calentamiento inicial. La relación atómica entre aluminio y circonio en la solución acuosa es preferiblemente de aproximadamente 10:1 a aproximadamente 1:10, más preferiblemente de aproximadamente 6:1 a aproximadamente 1:6, aún más preferiblemente de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 1:6.

Una tercera etapa del proceso de la presente invención comprende una etapa de mezclado del disolvente anhidro, en donde la etapa de mezclado del disolvente anhidro comprende añadir un disolvente anhidro a la solución que contiene circonio y aluminio en una relación de peso entre el disolvente anhidro y los materiales que contienen circonio y aluminio combinados de aproximadamente 1:2 a aproximadamente 20:1, preferiblemente de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 10:1, más preferiblemente de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 4:1. El pH de las soluciones que contienen aluminio o aluminio y circonio a lo largo de todo el proceso de la presente invención, incluida la etapa de mezclado del disolvente anhidro, deberá mantenerse dentro de un intervalo de pH de aproximadamente 2 a aproximadamente 5.

Aminoácidos neutros tales como la glicina se pueden añadir en cualquier punto adecuado del proceso para obtener un complejo de aminoácido con materiales que contienen aluminio o aluminio y circonio. El aminoácido neutro se añade preferiblemente para obtener una relación de peso entre el aluminio (o aluminio y circonio) y el aminoácido neutro de aproximadamente 0,25:1 a aproximadamente 5:1, más preferiblemente de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 2:1.

Los disolventes anhidros adecuados para su uso en la etapa de mezclado del disolvente anhidro incluyen cualquier disolvente anhidro conocido en la técnica de formulación de modo que cuando se añade a la solución calentada, solo o junto con otros disolventes anhidros, da lugar o permite la disolución continuada de los materiales que contienen aluminio o aluminio y circonio en la solución calentada tras la eliminación del agua. Los ejemplos no limitativos de disolventes anhidros adecuados incluyen etilenglicol, polietilenglicoles, dipropilenglicol, sorbitol, dietilenglicol, butilenglicol, hexilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,3-propilenglicol, glicerina, 1,2-hexanodiol, 2-etil-1,3-hexanodiol, 1,2,6-hexanotriol, etanol, co-disolventes de ftalato, tripropilenglicol, éter metílico de propilenglicol, éter isopropílico de glicerol, diéter metílico de propilenglicol y combinaciones de los mismos. Los preferidos son propilenglicol, glicerina, butilenglicol, dietilenglicol, dipropilenglicol, 1,2-hexanodiol, éter isopropílico de glicerol y combinaciones de los mismos. Otros disolventes no acuosos adecuados incluyen los disolventes polares descritos en la patente US-5.429.816, cuyas descripciones se incorporan como referencia en la presente memoria.

Una cuarta etapa del proceso de la presente invención comprende una etapa de eliminación de agua, en la que el agua se elimina de la solución que contiene el disolvente anhidro para formar una composición líquida anhidra que contiene material que contiene circonio disuelto y material que contiene aluminio disuelto. La composición anhidra puede entonces utilizarse como una materia prima o producto intermedio de fabricación para su uso en la fabricación de diversos productos antitranspirantes y desodorantes tópicos. La eliminación del agua se puede realizar mediante cualquier medio conocido o de otra manera eficaz para extraer el agua de una composición antitranspirante que comprende sales que contienen aluminio disuelto.

El medio de eliminación de agua preferido según la cuarta etapa del proceso incluye varios métodos de evaporación relativamente rápidos, incluida la evaporación en vacío (p. ej., a 19,96 kPa [150 mm Hg]) a temperaturas de

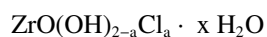
procesamiento de forma típica de menos de 150°C, de forma más típica a una temperatura de aproximadamente 20°C a aproximadamente 100°C. La evaporación en vacío puede tener lugar en cualquier sistema de evaporación en vacío adecuado, incluidos los evaporadores de vacío rotatorios o los evaporadores de vacío tipo flash, p. ej., los evaporadores de película fina. El proceso de evaporación es preferiblemente continuo y los tiempos de evaporación están minimizados a un tiempo de residencia promedio dentro del evaporador de preferiblemente menos de aproximadamente 3,5 horas, aunque estos tiempos de evaporación variarán mucho en función del tipo de equipo de evaporador utilizado, el volumen de solución dentro del evaporador en cualquier momento dado, la cantidad de agua a extraer por volumen de solución, etc. Otros medios de eliminación de agua adecuados se describen en las patentes US-5.643.558 (Provanal y col.); US-4.781.917 (Luebbe y col.); y EP 0 404 533 A1 (Smith y col.), cuyas descripciones están incorporadas como referencia en la presente memoria.

El material que contiene aluminio para su uso en el proceso de la presente invención incluye cualquier sal de aluminio inorgánica u orgánica, preferiblemente un haluro de aluminio, clorhidrato de aluminio, hidroxihaluros de aluminio, oxihaluros de zirconilo, hidroxihaluros de zirconilo o mezclas de los mismos. Las sales de aluminio adecuadas para su uso de esta manera incluyen las sales de aluminio que corresponden a la fórmula:



en donde a es de aproximadamente 2 a aproximadamente 5, la suma de a y b es aproximadamente 6, x es de aproximadamente 1 a aproximadamente 6 y en donde a, b y x pueden tener valores de números no enteros. Especialmente preferidos son los clorhidróxidos de aluminio denominados “clorhidróxido básico 5/6”, en donde a = 5, y “clorhidróxido básico 2/3”, en donde a = 4. Los procesos para preparar sales de aluminio se describen en las patentes US-3.887.692, concedida a Gilman el 3 de junio de 1975; US-3.904.741, concedida a Jones y col. el 9 de septiembre de 1975; US-4.359.456, concedida a Gosling y col. el 16 de noviembre de 1982; y GB-2.048.229, publicada por Fitzgerald y col. el 10 de diciembre de 1980, todas las cuales están incorporadas como referencia en la presente memoria. Las mezclas de sales de aluminio se describen en la patente GB-1.347.950, publicada por Shin y col. el 27 de febrero de 1974, cuya descripción también está incorporada como referencia en la presente memoria.

Los materiales que contienen circonio opcionales para su uso en el proceso de la presente invención incluyen aquellos que corresponden a la fórmula:



en donde a es cualquier número que tiene un valor de aproximadamente 0 a aproximadamente 2; x es de aproximadamente 1 a aproximadamente 7; y en donde a y x pueden ser ambos valores que no sean números enteros. Estas sales de circonio se describen en la patente belga 825.146, concedida a Schmitz el 4 de agosto de 1975, cuya descripción está incorporada como referencia en la presente memoria. Las sales de circonio especialmente preferidas son aquellos complejos que además contienen aluminio y glicina, habitualmente conocidos como complejos ZAG. Estos complejos ZAG contienen clorhidróxido de aluminio e hidroxilo cloruro de zirconilo que corresponden a las fórmulas anteriormente descritas. Dichos complejos ZAG se describen en la patente US-3.679.068, concedida a Luedders y col. el 12 de febrero de 1974; la solicitud de patente GB-2.144.992, concedida a Callaghan y col., publicada el 20 de marzo de 1985; y la patente US-4.120.948, concedida a Shelton el 17 de octubre de 1978, todas las cuales están incorporadas como referencia en la presente memoria.

Las diversas soluciones utilizadas en el proceso de la presente invención pueden comprender además otros ingredientes adicionales adecuados para su uso como coadyuvantes de la fabricación, o que de otra manera sean conocidos o eficaces para su uso en los productos antitranspirantes y desodorantes tópicos, siempre que estos otros ingredientes adicionales sean compatibles con los ingredientes de la solución correspondiente o no afecten indebidamente al proceso de la presente invención y a las ventajas previstas derivadas de los mismos.

Los ejemplos no limitativos de ingredientes opcionales para su uso en el proceso incluyen agentes tamponadores del pH; codisolventes o emolientes adicionales; humectantes; agentes balsámicos; sustancia activa antitranspirante sólida; tintes y pigmentos; agentes suspensores o espesantes; agentes enmascarantes de residuos; coadyuvantes de lavado; agentes antimicrobianos; quelantes; perfumes; medicamentos u otros materiales activos tópicos; conservantes; etc. Otros ejemplos no limitativos de ingredientes opcionales incluyen aquellos descritos en las patentes US-4.049.792 (Elsnau); US-5.019.375 (Tanner y col.) y US-5.429.816 (Hofrichter y col.), cuyas descripciones están incorporadas como referencia en la presente memoria.

II. Metodología

La expresión “sustancia activa antitranspirante potenciada” se usa indistintamente en la presente memoria con las expresiones “sustancia activa antitranspirante activada” o “sustancia activa antitranspirante mejorada”. El antitranspirante potenciado tal como se considera en la presente invención indica cualquier material antitranspirante que contiene aluminio en el que la distribución de peso molecular del material que contiene aluminio, que está en forma polimérica, se desvía de forma medible hacia polímeros de peso molecular más bajos con respecto a la distribución del políme-

ES 2 273 721 T3

ro. La desviación medible se determina de acuerdo con la metodología de cromatografía de filtración en gel (GPC) descrita a continuación.

5 Las composiciones anhidras que contienen sustancia activa antitranspirante potenciada, disuelta, preparada de acuerdo con el proceso de la presente invención se disuelven en ácido nítrico 0,01M para obtener una solución al 1% de sustancia activa y se cromatografían utilizando inyecciones de 5 μ l en una serie consecutiva de tres columnas Waters μ Porasil, 3,9 x 300 mm, 10 μ m de relleno. Los cromatogramas se visualizan con un refractómetro diferencial Waters 410. Las muestras se preparan inmediatamente antes del análisis para evitar su degradación. Las relaciones entre las áreas del pico relativas y las áreas se calculan utilizando un Waters Millennium Data System (Versión 2.10 o equivalente).

15 Los picos observados en el cromatograma se designan según el orden de aparición en el cromatograma como los picos I-II (aparece como un pico único) y los picos III, IV y V (véase la Figura 1). Las áreas de los picos III, IV y V corresponden a la concentración relativa de especies poliméricas de aluminio que salen de la columna durante el período de tiempo especificado de la muestra inyectada. El área de los picos I-II corresponde a la concentración relativa de especies poliméricas de aluminio y circonio co-eluyentes que aparecen inicialmente en el cromatograma.

20 Antes de cualquier análisis, las columnas deberían acondicionarse individualmente mediante inyecciones repetidas de 100 μ l de una solución de triclorhidrato de circonio-aluminio y glicina al 10% (con un contenido de al menos 10% de circonio con respecto a la sustancia sólida). El acondicionamiento está completo cuando el porcentaje del área de los picos I-II se convierte en relativamente constante. Durante el proceso de acondicionamiento, el porcentaje del área de los picos I-II aumentará y habrá una reducción en la retención de todos los picos. Cuando los picos I y II ya no se resuelvan más del pico III, las columnas deberán desecharse.

25 A continuación las desviaciones medibles en la concentración de las especies de polímero de peso molecular para establecer una sustancia activa antitranspirante potenciada se observan por un aumento en las relaciones entre las áreas del pico III y el pico IV comparadas con la misma sustancia activa medida antes de la activación. Las sustancias activas antitranspirantes activadas preparadas según el proceso de la presente invención preferiblemente tienen una relación de área entre el pico IV y el pico III de al menos aproximadamente 0,1:1, más preferiblemente de al menos aproximadamente 0,3:1.

Ejemplos

35 El siguiente Ejemplo ilustra una realización específica del proceso de la presente invención.

Una solución al 30% (con respecto a la sustancia activa) de clorhidrato de aluminio convencional (relación metal:cloro de 2,0) se calienta hasta 175°C durante 3 minutos para obtener una solución de clorhidrato de aluminio potenciada. La solución de sustancia activa potenciada se mezcla en un flujo continuo en una relación de peso 1:1 con una solución al 30% (respecto a la sustancia activa) de hidroxiclورو de circonio y glicinato (relación molar Zr:Cl de 1:1, relación molar Zr:Gly de 1:1) dando lugar a una solución al 30% (respecto a la sustancia activa) de triclorhidrato de aluminio-circonio y glicina potenciado (relación molar AlZr 3,11, relación molar metal:cloro 1,58). El aluminio-circonio potenciado se mezcla en un flujo continuo con 1,2-hexanodiol en una relación de peso 1:0,6. La mezcla se añade a continuación a aproximadamente 11,4-15,1 litros/hora (3-4 galones/hora) en un evaporador tipo flash JHE (APV Crepacao Inc., Tonawanda, Nueva York, evaporador que se ha modificado montando en la parte superior de la cámara flash una torre de rectificación de 0,9 m [3 pies] rellena con aproximadamente 0,8 m [2,5 pies] de sillas de Berl de cerámica de 1,3 cm [0,5 pulgadas] mantenida a aproximadamente 7,9 kPa (60 mm Hg) (presión absoluta) a partir de la cual se extraen aproximadamente 3,8 litros/hora (1 galón/hora) de una solución transparente que comprende 62% de 1,2-hexanodiol, aproximadamente 33%, en peso, de triclorhidrato de aluminio-circonio y glicina (desviación medible en la relación de área entre el pico IV y el pico III) y aproximadamente 5%, en peso, de agua.

50 La solución transparente resultante del proceso ilustrado se puede usar tópicamente como un producto antitranspirante para inhibir o evitar la transpiración y el olor en la axila, o se puede usar como un producto intermedio de fabricación para fabricar otras formulaciones de productos antitranspirantes y desodorantes.

55

60

65

ES 2 273 721 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para fabricar composiciones que contienen menos de 20%, en peso, de agua y sustancia activa antitranspirante potenciada disuelta, tal proceso comprende las etapas de:
- 10 (A) calentar una solución acuosa que comprende de 24% a 55%, en peso, de una sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio, no potenciada, disuelta a una temperatura de 120°C a 200°C durante un período de tiempo de 1 minuto a 15 minutos para formar una sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio, potenciada, disuelta;
- 15 (B) añadir a la solución calentada una sustancia activa antitranspirante que contiene circonio para obtener la solución con un intervalo de 24% a 60%, en peso, de las sustancias activas antitranspirantes que contienen circonio y que contienen aluminio disueltas combinadas;
- 20 (C) añadir un disolvente anhidro a la solución que contiene circonio y aluminio en una relación de peso entre el disolvente anhidro y las sustancias activas antitranspirantes que contienen circonio y aluminio combinadas de 1:2 a 20:1;
- (D) eliminar agua de la solución que contiene el disolvente anhidro para formar una composición anhidra que contiene sustancia activa antitranspirante que contiene circonio y que contiene aluminio, potenciada, disuelta.
- 25 2. El proceso de la reivindicación 1, en el que la relación de peso entre el disolvente anhidro y la sustancia activa antitranspirante que contiene circonio y que contiene aluminio combinada es de 1:1 a 10:1.
3. El proceso de la reivindicación 1, en el que la relación de peso entre el disolvente anhidro y la sustancia activa antitranspirante que contiene circonio y que contiene aluminio combinada es de 2:1 a 4:1.
- 30 4. El proceso de la reivindicación 1, en el que el disolvente anhidro se selecciona del grupo que consiste en etilenglicol, polietilenglicoles, dipropilenglicol, sorbitol, dietilenglicol, butilenglicol, hexilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,3-propilenglicol, glicerina, 1,2-hexanodiol, 2-etil-1,3-hexanodiol, 1,2,6-hexanotriol, etanol, tripropilenglicol, éter metílico de propilenglicol, éter isopropílico de glicerol, éter metílico de dipropilenglicol y combinaciones de los mismos.
- 35 5. El proceso de la reivindicación 1, en el que el disolvente anhidro se selecciona del grupo que consiste en propilenglicol, glicerina, 1,2-hexanodiol, éter isopropílico de glicerol y combinaciones de los mismos.
- 40 6. El proceso de la reivindicación 1, en el que la sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio de la etapa (A) se selecciona del grupo que consiste en haluro de aluminio, clorhidrato de aluminio, hidroxihaluros de aluminio, y combinaciones de los mismos.
7. El proceso de la reivindicación 1, en el que la sustancia activa antitranspirante que contiene circonio se selecciona del grupo que consiste en oxihaluros de circonio, hidroxihaluros de circonio, y combinaciones de los mismos.
- 45 8. El proceso de la reivindicación 1, en el que la solución acuosa de la etapa (A) comprende de 30% a 50%, en peso, de la sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio, disuelta.
9. El proceso de la reivindicación 1, en el que la solución acuosa de la etapa (A) se calienta hasta una temperatura de 140°C a 190°C.
- 50 10. El proceso de la reivindicación 1, en el que la solución calentada de la etapa (B) comprende de 30% a 50%, en peso, de la sustancia activa antitranspirante que contiene circonio y que contiene aluminio combinada, en donde la relación atómica entre circonio y aluminio es de 1:1 a 4:1.
- 55 11. Un proceso para fabricar composiciones que contienen menos de 20%, en peso, de agua y sustancia activa antitranspirante potenciada disuelta, en donde el proceso comprende las etapas de:
- 60 (A) calentar una solución acuosa que comprende de 24% a 55%, en peso, de una sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio, no potenciada, disuelta a una temperatura de 120°C a 200°C durante un período de tiempo de aproximadamente 1 minuto a 15 minutos para formar una sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio, potenciada, disuelta;
- (B) añadir un disolvente anhidro a la solución que contiene aluminio en una relación de peso entre el disolvente anhidro y la sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio de 1:2 a 20:1; y
- 65 (C) eliminar agua de la solución que contiene el disolvente anhidro para formar una composición anhidra que contiene sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio, potenciada, disuelta.

ES 2 273 721 T3

12. El proceso de la reivindicación 11, en el que la relación de peso entre el disolvente anhidro y la sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio es de 1:1 a 10:1.

5 13. El proceso de la reivindicación 11, en el que la relación de peso entre el disolvente anhidro y la sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio es de 2:1 a 4:1.

10 14. El proceso de la reivindicación 11, en el que el disolvente anhidro se selecciona del grupo que consiste en etilenglicol, polietilenglicoles, dipropilenglicol, sorbitol, dietilenglicol, butilenglicol, hexilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,3-propilenglicol, glicerina, 1,2-hexanodiol, 2-etil-1,3-hexanodiol, 1,2,6-hexanotriol, etanol, tripropilenglicol, éter metílico de propilenglicol, éter isopropílico de glicerol, éter metílico de dipropilenglicol y combinaciones de los mismos.

15 15. El proceso de la reivindicación 11, en el que el disolvente anhidro se selecciona del grupo que consiste en propilenglicol, glicerina, 1,2-hexanodiol, éter isopropílico de glicerol, y combinaciones de los mismos.

16. El proceso de la reivindicación 11, en el que la sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio de la etapa (A) se selecciona del grupo que consiste en haluro de aluminio, clorhidrato de aluminio, hidroxihaluros de aluminio, y combinaciones de los mismos.

20 17. El proceso de la reivindicación 11, en el que la solución acuosa de la etapa (A) comprende de 30% a 50%, en peso, de la sustancia activa antitranspirante que contiene aluminio disuelta.

25 18. El proceso de la reivindicación 11, en el que la solución acuosa de la etapa (A) se calienta a una temperatura de 140°C a 190°C.

30

35

40

45

50

55

60

65

