



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8300106**

Nederland

⑲ NL

-
- ⑤4 **Produktsystemen van een olieachtige vloeistof/polaire vloeistof suspensie en werkwijze voor het bereiden daarvan.**
- ⑤1 Int.Cl³: A61K7/00, A61K9/10, A61K45/08// C10M1/10.
- ⑦1 Aanvrager: Bristol-Myers Company te New York.
- ⑦4 Gem.: Ir. H.M. Urbanus c.s.
Vereenigde Octrooibureaux
Nieuwe Parklaan 107
2587 BP 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8300106.
- ②2 Ingediend 12 januari 1983.
- ③2 Voorrang vanaf 15 januari 1982.
- ③3 Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 339555 .
- ⑥2 - -

-
- ④3 Ter inzage gelegd 1 augustus 1983.

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

Produktsystemen van een olieachtige vloeistof/polaire vloeistof suspensie en werkwijze voor het bereiden daarvan.

De uitvinding heeft betrekking op microscopisch kleine capsules van polaire vloeibare produkten, verdeeld in een olieachtig vloeibaar suspenderend medium, alsmede op werkwijzen voor het bereiden daarvan. Meer in het bijzonder heeft de uitvinding betrekking op produktsystemen, die een olieachtige vloeibare suspenderende component bevatten met daarin gesuspendeerd kleine deeltjes van een polaire vloeistof, die niet mengbaar is met genoemde olieachtige vloeibare suspenderende component; waarbij de fijne deeltjes van de polaire vloeistof in de suspenderende componenten in suspensie worden gehouden dankzij de aanwezigheid van ultrafijne deeltjes van hydrofoob metaal of metalloïd oxyde (verder gezamenlijk aangeduid als hydrofoob oxyde) in het produkt. In een aspect van de onderhavige uitvinding, kan de deeltjesgrootte van de gesuspendeerde polaire vloeibare materialen voldoende fijn zijn om de transmissie van licht door het produkt toe te laten. In deze gevallen liggen de deeltjesgrootten van genoemde polaire vloeistoffen in het microngebied.

In het verleden zijn pogingen ondernomen om vloeibare produkten te verschaffen, waarin een waterige fase gesuspendeerd of verdeeld is in een continue oliefase. Deze hebben de vorm gekregen van water-in-olie-emulsies waarin organische emulgeermiddelen worden gebruikt om de waterige fase in de olie te emulgeren.

Dergelijke systemen hebben echter verscheidene nadelen. Op de eerste plaats hebben de gebruikte organische emulgeermiddelen vaak negatieve invloeden op de functie of organoleptische eigenschappen van de samenstelling waarin ze worden gebruikt. Bijvoorbeeld, laten de emulgeermiddelen bij gebruik in antitranspiratiesamenstelling na het aanbrengen van de samenstelling hun residu achter op de huid, welk residu de werkzaamheid van het produkt aantast. Evenzo wordt in sommige voedingpreparaten de smaak van het produkt op nadelige wijze aangetast door de aanwezigheid van organische emulgeermiddelen. Bovendien zijn water-in-olie-emulsies waarin organische oppervlakte-actieve stoffen worden gebruikt, onderhevig aan onbetrouwbaarheid en vertonen ze significante variaties tussen verschillende partijen. Dit komt vaak tot uiting in het "uitoliën" van de oliefase in de water-in-olie emulsieprodukten waarin deze organische oppervlakte-actieve stoffen zijn gebruikt, en in het verlies van

integriteit van de waterige fase.

Door de hydrofobe oxyde volgens de onderhavige uitvinding te gebruiken worden de bovenstaand vermelde nadelen opgeheven. De hydrofobe oxyden zijn schadelijke materialen, die de werkzaamheid van de produkten waarin ze aanwezig zijn niet zullen aantasten, noch negatieve organoleptische eigenschappen aan dergelijke produkten zullen geven. Bovendien zijn de overeenkomstig de onderhavige uitvinding verkregen suspensieprodukten zeer stabiel.

De vloeibare samenstelling volgens de onderhavige uitvinding bevat een olieachtige vloeibare suspenderende component met daarin gesuspendeerd fijne deeltjes van een polaire vloeistof die niet mengbaar is met de suspenderende component; waarbij de fijne deeltjes in de suspenderende component in suspensie worden gehouden dankzij de aanwezigheid daarin van een effectieve hoeveelheid fijne deeltjes van een hydrofoob metaaloxysde zoals siliciumoxyde, of een hydrofoob metalloïdoxyde, waarbij de polaire vloeistof bij voorkeur ongeveer 5 tot ongeveer 80 gew.% van de samenstelling uitmaakt; de olieachtige vloeibare suspenderende component bij voorkeur ongeveer 20 tot ongeveer 95 gew.% van de samenstelling uitmaakt, en het hydrofoob metaal of metalloïdoxyde bij voorkeur ongeveer 0,25 tot ongeveer 5,0 gew.% van de samenstelling uitmaakt.

Fig. 1 is een microfoto van een monster van een samenstelling volgens de onderhavige uitvinding, 10 keer vergroot, onder toepassing van een hydrofoob siliciumoxyde.

Fig. 2 is een microfoto van een samenstelling, waarin een conventioneel pyrogeen siliciumoxyde is gebruikt, 10 keer vergroot, en dient ter vergelijking met de in fig. 1 getoonde samenstelling.

De polaire vloeibare component die in de systemen volgens de onderhavige uitvinding aanwezig is, kan elk van een ruime verscheidenheid aan materialen zijn. Deze omvatten eenvoudige vloeistoffen, vloeistof/vloeistofoplossingen, vloeistof/vloeistofsuspensies, vaste stof/vloeistofoplossingen, vaste stof/vloeistofsuspensies. Meestal zal de polaire vloeibare component volgens de uitvinding de vorm hebben van een polair oplosmiddelsysteem met daarin opgelost of gesuspendeerd een of meerdere actieve ingrediënten die vloeistoffen of vaste stoffen kunnen zijn.

Voor het gebied van de gezondheidszorg, zijn actieve ingrediënten die bruikbaar zijn, onder andere fysiologisch of farmaceutisch actieve

stoffen zoals antitranspiratiemiddelen, deodorants, anestetica, analgetica, antizuren, antihistaminen, decongestie-middelen, antihoestmiddelen, laxeermiddelen, middelen die tegen de zonbeschermen, aromatische stoffen, antibacteriële middelen, middelen tegen fungi, sialagoga (middelen die
5 speeksel afscheiding veroorzaken), enz. Deze kunnen worden gebruikt voor het bereiden van antitranspiratieprodukten, deodorantprodukten, tandbehandelingsmiddelen en andere produkten voor mondhygiëne, mondverfrissers, sprays tegen keelpijn, produkten voor plaatselijke verdoving, vloeibare antizuur produkten, neussprays, middelen tegen kuchen, middelen tegen
10 verkoudheid, enz.

De onderhavige uitvinding heeft ook toepassing op cosmetische en toiletprodukten zoals hand- en lichaamslotions, haarverzorgingsprodukten, haarverfprodukten, cosmetica enz. In deze gevallen kunnen de in de polaire vloeibare component aanwezige actieve ingrediënten materialen zijn zoals
15 conditioneermiddelen, gommen, kleurstoffen, pigmenten, oppervlakte-actieve stoffen, harsen, eiwitten, zachtmakers, glycolen, pantanol, vitamines, ureum enz.

De uitvinding kan worden toegepast op de voedingsindustrie in de bereiding van zaken zoals slasausen, toppings, puddings, dessert, enz.
20 In deze gevallen kunnen de actieve ingrediënten smaakstoffen zijn zoals azijn, kruiden, suiker, siroop enz.

Elk van verscheidene polaire oplosmiddelsystemen kunnen worden gebruikt voor het bereiden van de polaire vloeibare component van de onderhavige uitvinding. Deze kunnen eenvoudige ééncomponentensystemen
25 zijn of ook meervoudige componentensystemen. Om dergelijke oplosmiddelsystemen te illustreren, worden hier materialen genoemd zoals water; alcohol/water; propyleenglycol; glycerine; 1,3-butyleenglycol; water/propyleenglycol; water/glycerine; water/1,3-butyleenglycol; sorbitol; water/sorbitol; enz.

30 De concentratie van de in dergelijke polaire vloeibare componenten aanwezige actieve stoffen zal natuurlijk van toepassing tot toepassing en afhankelijk van de gewenste resultaten variëren. Ze zullen echter in voldoende concentraties aanwezig zijn om de beoogde functie van de samenstelling uit te voeren. In het algemeen zullen deze concentratieniveaus
35 liggen in het gebied van ongeveer 0,1 tot ongeveer 40,0 gew.%, gebaseerd op het totale gewicht van de samenstelling.

Een toepassing van de onderhavige uitvinding die van speciaal belang is, is het gebruik van het systeem in antitranspiratieprodukten. In dit geval zal het oplosmiddelsysteem in het algemeen water of waterige alcohol zijn, waarin het actieve antitranspiratiemateriaal of materialen is opgelost. Dergelijke systemen zullen het antitranspiratiemateriaal bevatten in hoeveelheden die voor antitranspiratiegebruik werkzaam zijn. Dit zal gewoonlijk liggen in het gebied van ongeveer 0,1 tot ongeveer 40,0 gew.%, gebaseerd op het totaalgewicht van de samenstelling.

Het in de uitvinding toegepaste antitranspiratiemateriaal kan elk actief in water oplosbaar ioniserend antitranspiratiemateriaal zijn, dat in staat is om tegen transpiratie-actieve ionsoorten te geven. Er zijn veel materialen met deze eigenschap bekend. Het heeft echter de voorkeur dat de actieve ionsoort aluminium, zirkoon, tertiair aminezout of een gequaterniseerd stikstof bevat. Bij wijze van voorbeeld kunnen de volgende materialen worden genoemd: aluminiumchloride, aluminiumchlorhydroxyde, aluminiumformiaat, aluminiumfenolsulfonaat, aluminiumfosfaat, aluminiumsulfaat, aluminiummethionaat, zirkonyl hydroxychloride, zirkoniumlactaat, zirkoniumcarbonaat, scopolamine hydrobromide, poldinemetasulfaat, hexapyrroniumbromide, zirkoonoxychloride, aluminium/zirkoontrichlorohydraat en het glycinecomplex daarvan; aluminium/zirkoontrichlorohydraat en het glycinecomplex daarvan, enz. alsmede mengsels daarvan.

Een andere essentiële component van de systemen volgens de onderhavige uitvinding is de suspenderende component. Dit is de fase waarin de bovenstaand beschreven polaire vloeibare component wordt gesuspenderd. Zoals eerder vermeld wordt de suspenderende component zodanig gekozen dat de vloeibare polaire component niet mengbaar daarmee en/of niet oplosbaar daarin is. In het algemeen zal dit een olieachtige hydrofobe vloeistof bij normale temperaturen zijn, en gewoonlijk zal hij met het oog op het eindgebruik worden geselecteerd. Wanneer het produkt bestemd is voor gebruik als voedingsmiddel, zal de olie gewoonlijk een eetbare olie zoals een plantaardige olie zijn. Voorbeelden hiervan zijn sojabonenolie, pinda-olie, maisolie, safflourolie, olijfolie enz., alsmede mengsels daarvan.

Wanneer het produkt moet worden gebruikt als cosmeticum of toiletmiddel, waaronder antitranspiratiemiddelen, kan het olieachtige materiaal een vetzuurester met lange keten, een siliconenolie, een minerale olie

enz. zijn. Voorbeelden van olieachtige materialen die in dit aspect van de uitvinding kunnen worden toegepast, zijn materialen zoals isopropylmyristaat, butylstearaat, dimethylsiliconen, abrikozenolie, diisopropylsebacaat, vluchtige siliconen (bijvoorbeeld cyclomethicon) enz. alsmede
5 mengsels daarvan.

Wanneer het produkt moet worden gebruikt voor mondhygiënetoepassingen zoals een vloeibaar tandbehandelingsmiddel, een mondspoelmiddel, een ademverfrisser, zou de olieachtige component dimethylsiliconenolie, minerale olie, plantaardige olie, cyclomethicon, enz. alsmede mengsels
10 daarvan kunnen zijn.

De onderhavige uitvinding kan worden toegepast in produkten die bruikbaar zijn voor medicinale produkten die moeten worden aangebracht op de slijmvliezen, bijvoorbeeld neus, keel, mond, vagina, anus enz. Ze kunnen de vorm hebben van medicinale sprays (bijvoorbeeld sprays tegen
15 keelpijn, neussprays) of produkten die gegorgeld moeten worden of moeten worden aangebracht met behulp van een borsteltje, of applicators voor vaginale of anale afgifte. In deze gevallen zal de olieachtige component gewoonlijk een of meer van de volgende materialen bevatten: dimethylsiliconenolie, minerale olie, plantaardige olie, vetzuurester, enz. en mengsels
20 daarvan.

De onderhavige uitvinding kan ook worden gebruikt voor het aanbrengen van medicijnen op het buitenoppervlak van de huid. Voorbeelden hiervan zijn plaatselijke verdovingsmiddelen, topicale analgetica, preparaten tegen zonnebrand, tegen de zon beschermende preparaten, samenstellingen
25 om bruin te worden, topicale antibacteriële of antifungi preparaten. Olieachtige materialen die in deze gevallen als de olieachtige component kunnen worden gebruikt, zijn materialen zoals vetzuuresters, minerale oliën, siliconenoliën enz. en mengsels daarvan.

Het hierin beschreven systeem kan evenzo worden gebruikt in verband met medicinale produkten die bestemd zijn voor inwendig gebruik. Deze omvatten produkten zoals antizuren, laxeermiddelen enz. De olieachtige component zal in deze gevallen bestaan uit farmaceutisch aanvaardbare materialen. Voorbeelden van dergelijke olieachtige componenten zijn minerale olie, plantaardige oliën zoals maïsolie, sojabonenolie, pinda-
35 olie enz. en mengsels daarvan.

De olieachtige component kan uit de olieachtige component op zich-

zelf bestaan of kan tevens daarin andere conventionele adjuvantia bevatten. De toegevoegde adjuvantia zullen worden bepaald door de bijzondere functie die de samenstelling moet uitoefenen.

De derde essentiële component van de systemen volgens de onderhavige uitvinding is het hydrofobe oxyde dat wil zeggen een pyrogeenoxysiliciumoxyde met een sterk hydrofoob oppervlak. Hydrofobe pyrogene siliciumoxyden zijn de geprefereerde materialen. Deze siliciumoxyden worden onderscheiden van het algemeen gebruikelijke pyrogene siliciumoxyde (bijvoorbeeld Cab-O-Sil) door hun bereidingswijze, waardoor ze hun hydrofobe karakter krijgen. Deze hydrofobe produkten worden bereid door het conventionele pyrogene siliciumoxyde te laten reageren met een organosilaan zoals halogeenoalkylsilanen (bijvoorbeeld dimethyldichloorsilaan) onder zodanige omstandigheden dat een chemische reactie met een aanzienlijk deel van de hydroxylgroepen op het oppervlak van het pyrogene siliciumoxyde wordt veroorzaakt. Dit geeft een nieuwe oppervlaktestructuur op de buitenste of blootgestelde delen van het siliciumoxyde welke grotendeels is samengesteld uit koolwaterstofgroepen.

De bereiding van hydrofobe siliciumoxyden, die bruikbaar zijn voor de doeleinden van de onderhavige uitvinding, wordt beschreven in het Amerikaanse octrooischrift 3.393.155, kolom 2, regel 25 tot kolom 3, regel 18 en in het voorbeeld kolom 3, regel 70 tot kolom 4, regel 6, welk Amerikaans octrooischrift hier door verwijzing inbegrepen moet worden geacht. Zoals daarin uiteengezet, zijn de hydrogene siliciumoxyden, die gebruikt kunnen worden voor het bereiden van de in de onderhavige uitvinding te gebruiken hydrofobe siliciumoxyden, zodanige materialen dat ze een oppervlak van ten minste ongeveer 100 m^2 per gram en gemiddelde equivalente deeltjes diameters van minder dan $50 \mu\text{m}$ per gram hebben. Teneinde een voldoende hydrofoob oppervlak op genoemde siliciumoxyde voor het doel van de onderhavige uitvinding te verschaffen is het alleen nodig dat daaraan in een geschikte concentratie chemische complexen worden gebonden die koolwaterstof of soortgelijke organogroepen dragen. De per oppervlakte-eenheid vereiste molaire concentratie van dergelijke complexen zal enigszins afhangen van het aantal en de grootte van de daarin aanwezige organogroepen. Voor de van primair belang zijnde organosilaancomplexen, die een tot drie organogroepen van meestal kleinere afmetingen (bijvoorbeeld gewoonlijk niet meer dan 7 koolstofatomen per groep) dragen,

liggen de concentraties van de gebonden chemische complexen echter bij voorkeur in het gebied van ongeveer 0,2 mmol of meer per 100 m² oppervlak van het siliciumoxyde. Voor de geprefereerde siliciumoxyden met BET oppervlakken van tenminste ongeveer 150 m² per gram, zal het koolstofgehalte na oppervlaktebehandeling om een geschikt hydrofoob karakter te verschaffen, gewoonlijk ongeveer 1 gew.% of meer zijn. Een aantal in de handel verkrijgbare hydrofobe siliciumoxyden is bruikbaar in de onderhavige uitvinding. Hiertoe behoren "Aerosil R 972" of "Silica R 972" (Degussa Inc.), "Trullanox 500" (Tulco Inc.), "Silanox" (Cabot Corp.) enz.

10 Een geprefereerd materiaal is silica R 972, dat momenteel door Degussa Inc. op de markt wordt gebracht.

Hoewel de bovenstaand beschreven hydrofobe siliciumoxyden verreweg de meest geprefereerde materialen voor gebruik in de onderhavige uitvinding zijn, kunnen in de uitvinding ook andere fijnverdeelde metaal of metalloïdoxyden waarvan de oppervlakken op een equivalente wijze als bovenstaand voor de bereiding van hydrofobe siliciumoxyden is beschreven hydrofoob zijn gemaakt, worden toegepast. Deze zullen in het algemeen soortgelijke fysische eigenschappen (oppervlak, deeltjesgrootte, concentratie van chemisch complex en afmetingen van organogroepen) als genoemde hydrofobe siliciumoxyde hebben. Typerende voorbeelden van dergelijke metaal of metalloïdoxyden die voor deze doeleinden kunnen worden gebruikt, zijn materialen zoals aluminiumoxyden, titaanoxyden, zirkoonoxyden en ijzeroxyden, die op een gepaste wijze zijn behandeld om ze hydrofoob te maken. Materialen van deze aard zijn beschreven in de op

25 13 oktober 1980 ter visie gelegde Zuidafrikaanse octrooiaanvraag 80/1954.

De relatieve hoeveelheden van polaire vloeibare component, vloeibare olieachtige hydrofoob component en hydrofoob oxyde, die in de samenstellingen volgens de uitvinding aanwezig zijn, kunnen ruim variëren afhankelijk van het gebruik waarvoor het produkt bestemd is en de gewenste eigenschappen. In het algemeen zullen de verscheidene componenten in

30 de onderstaand aangegeven relatieve hoeveelheden aanwezig zijn:

Component	Gew.% gebaseerd op totaal gewicht van de samenstelling	
	algemeen	voorkeur
polaire vloeistof	5,0 - 80,0%	30,0 - 60,0%
olieachtige vloeistof	20,0 - 95,0%	30,0 - 65,0%
5 hydrofoob oxyde	0,25 - 5,0%	0,5 - 2,0%

De samenstellingen volgens de onderhavige uitvinding worden in het algemeen als volgt bereid: het hydrofobe oxyde wordt in de olieachtige vloeibare fase onder snel roeren gesuspenderd. De actieve ingrediënten worden in de polaire vloeibare fase opgelost. De polaire vloeibare fase
 10 wordt daarna langzaam toegevoegd onder snel roeren aan de hydrofobe/olieachtige vloeibare fase.

Hoewel aanvraagster niet gebonden wenst te zijn aan een theorie, meent zij dat de hydrofobe oxyden in de onderhavige uitvinding werken door de fijne deeltjes van polaire vloeistof in te kapselen in een laag
 15 van hydrofoob oxyde. Dit wordt tot stand gebracht door de speciale ladings-eigenschappen van het hydrofobe oxyde. Door de polaire vloeibare deeltjes op deze wijze met hydrofoob oxyde te omkapselen, worden de vloeibare deeltjes als discrete deeltjes gescheiden gehouden van de continue olieachtige component die als suspenderende fase dienst doet. De vloeibare
 20 deeltjes worden aldus op een betrekkelijk stabiele wijze door de olieachtige component verdeeld zonder behoefte aan een oppervlakte-actief middel.

Er zijn verschillende typen bewijs die aanvraagsters theorie van de werking van de onderhavige uitvinding blijken te ondersteunen. Een bewijs-
 25 lijn wordt geboden door metingen van het geleidingsvermogen, waarbij het elektrische geleidingsvermogen van samenstellingen die bereid zijn met de hydrofobe siliciumoxyden overeenkomstig de onderhavige uitvinding, wordt vergeleken met vergelijkbare samenstellingen waarin gebruik gemaakt wordt van een conventioneel hydrofiel siliciumoxyde, bijvoorbeeld
 30 Cab-O-Sil M-5. In dit onderzoek werden zoals onderstaand beschreven twee samenstellingen bereid.

SAMENSTELLING A

Hydrofoob antitranspiratiemiddel

Ingrediënten		Gew. %
5	1. Aluminium chloorhydrol (50% waterige oplossing)	50,00
	2. Gedefioniseerd water	10,00
	3. Aerosil R 972 (Degussa Inc.)	1,00
	4. Siliconen P 251 (SWS Corp.)	<u>39,00</u>
		100,00
10 Bereiding		
1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2 mengen tot een uniform mengsel is verkregen;		
2. afwegen van ingrediënten 3 en 4, grondig mengen;		
3. aan elkaar toevoegen van de mengsel die in de trappen 1 en 2		
15	zijn verkregen, terwijl onder afschuiving met hoog toerental wordt gemengd.	

SAMENSTELLING B

Hydrofiel antitranspiratiemiddel

Ingrediënten		Gew. %
20	1.. aluminium chloorhydrol (50% waterige oplossing)	50,00
	2. gedefioniseerd water	10,00
	3. Cab-O-Sil M-5 (Cabot Co.)	1,00
	4. Siliconen P 251 (SWS Corp.)	39,00
		100,00
25		
<u>Bereiding</u>		
1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2, mengen tot een uniform mengsel is verkregen.		
2. In een afzonderlijke beker afwegen van ingrediënten 3 en 4, mengen		
30	tot een uniform mengsel is verkregen.	
3. Aan elkaar toevoegen van de in de trappen 1 en 2 verkregen mengsels		
terwijl onder afschuiving met hoog toerental wordt gemengd.		

Metingen van het geleidingsvermogen van samenstelling A die representatief is voor de onderhavige uitvinding, tonen dat deze samenstelling een elektrische stroom niet geleidt. Daarentegen tonen dezelfde metingen

aan samenstelling B, die het normale pyrogene siliciumoxyde, d.w.z. Cab-O-Sil M-5 bevatte, in feite dat deze samenstelling een elektrische stroom geleidde. Dit demonstreert dat er een zeer fundamenteel verschil tussen deze samenstellingen bestaat. Bovendien lijkt dit aan te tonen dat de waterige fase in samenstelling A van de continue fase geïsoleerd en gescheiden is en dat de waterige fase daardoor niet kan dienst doen als een middel om een elektrische stroom te geleiden. Daarentegen is in samenstelling B de waterige fase niet beschermd met als gevolg dat deze samenstelling een elektrische stroom zal geleiden.

Een andere bewijslijn, waarmee samenstellingen waarin een hydrofoob siliciumoxyde wordt gebruikt (samenstelling A) kunnen worden onderscheiden van samenstellingen waarin conventioneel pyrogeen siliciumoxyde is gebruikt (samenstelling B), wordt geboden door het microscopische onderzoek van de respectieve produkten. In dit verband wordt de aandacht gevestigd op de tekening, waarin microfoto's van monsters van de respectieve produkten worden getoond. Hieruit kan men zien dat in de samenstelling met het hydrofobe siliciumoxyde (bovenstaande samenstelling A), de oliefase zichtbaar is als een continue fase (d.w.z. achtergrond) en het produkt een goed gedefiniëerde structuur heeft. In het geval dat het hydrofiele siliciumoxyde is gebruikt (bovenstaande samenstelling B) is water de continue fase en is de structuur veel minder gedefiniëerd. Er werden van beide samenstellingen (samenstelling A en B) films gemaakt op objectglaasjes en de contacthoek van water op deze film werd gemeten. Het hydrofobe siliciumoxydeprodukt (samenstelling A) gaf een zeer hoge contacthoek van 105° terwijl het hydrofiele siliciumoxydeprodukt (samenstelling B) een kleine hoek van 10° gaf, hetwelk bevochtiging aantoonde.

Op macroscopisch niveau komen deze verschillen tot uiting in de stabiliteit van de respectieve produkten. Monsters van samenstellingen A en B werden ongeveer 10 - 20 keer geschud en daarna met rust gelaten. In ongeveer een half uur scheidde de hydrofiele samenstelling (samenstelling B) zich in drie zichtbare fasen. Na dezelfde periode van een half uur rust, vertoonde de hydrofobe samenstelling (samenstelling A) geen scheiding die met het oog kon worden waargenomen.

De samenstellingen volgens de onderhavige uitvinding kunnen worden gebruikt en afgegeven als zodanig of kunnen uit een aerosolhouder worden afgegeven. In dit geval zou de onderhavige samenstelling in de aerosol-

houder worden gebracht als het concentraat waaraan het drijfmiddel zal worden toegevoegd. In het algemeen zullen dergelijke produkten tussen ongeveer 35,0 en ongeveer 70,0 gew.%, gebaseerd op het totale gewicht van de samenstelling volgens de uitvinding als concentraat en tussen
5 ongeveer 25,0 en ongeveer 75,0 gew.% drijfmiddel bevatten.

Zoals bovenstaand opgemerkt, behoren antitranspiratieprodukten tot de geprefereerde samenstellingen volgens de onderhavige uitvinding. Deze samenstellingen zullen in het algemeen als polaire vloeistof ongeveer 25 tot 40 gew.% water, gebaseerd op het totale gewicht van de samenstelling bevatten, waarin ongeveer 15 tot ongeveer 25 gew.% actief
10 antitranspiratiemiddel op dezelfde gewichtsbasis is opgelost. De geprefereerde olieachtige vloeistof is een siliconenolie en bij voorkeur een vluchtige siliconenolie. Deze zal gewoonlijk tussen ongeveer 30 en ongeveer 50 gew.%, gebaseerd op het totale gewicht van de samenstelling
15 uitmaken. Dit systeem vereist slechts een kleine hoeveelheid van een hydrofoob oxyde, bij voorkeur een hydrofoob siliciumoxyde, om de fijne deeltjes van het vloeibare antitranspiratiemiddel adequaat in te kapselen. Dit zal gewoonlijk in het gebied liggen van ongeveer 0,25 tot ongeveer 2,0 gew.%, gebaseerd op het totale gewicht van de samenstelling, terwijl
20 het geprefereerde gebied tussen ongeveer 0,5 en ongeveer 1,0 gew.% op dezelfde gewichtsbasis ligt. De gunstige eigenschappen van de antitranspiratiesamenstelling volgens de uitvinding worden onderstaand opgesomd:

1. Zeer werkzaam
- 25 2. Reukloos
3. Niet vettig
4. Geen vlekken
5. Droogt snel (wordt niet gevoeld)
6. Kleeft niet
- 30 7. Lagere kosten dan watervrije systemen
8. Werkt met alle antitranspiratiesystemen (ACH , Al/Zr , $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
9. Droogt tot een poeder (het wordt niet wit onder de armen)
10. Kan worden aangebracht met een roller; versproeid uit een pompspoier; knijpfles of aerosolsysteem
- 35 11. Niet corrosief voor metalen houders.

De antitranspiratie samenstellingen worden in het algemeen bereid volgens de volgende procedure: het hydrofobe oxyde wordt in de oliefase gedispergeerd terwijl gemengd wordt met hoog toerental. De tegen transpiratie actieve stoffen worden in de polaire vloeibare fase opgelost.

- 5 De polaire fase wordt langzaam toegevoegd aan de olieachtige vloeistof/hydrofoob oxydefase terwijl met hoog toerental wordt gemengd.

De volgende voorbeelden worden ter verdere toelichting van de onderhavige uitvinding gegeven. Men moet echter begrijpen dat de uitvinding daartoe niet beperkt is.

- 10 Onderstaand volgen enkele chemische aanduidingen voor verscheidene termen die in de voorbeelden en op andere plaatsen in de beschrijving zijn gebruikt:

1. REZAL 36G (35% Al/Zr/Gly): Aluminium zircoon tetrachlorohydræx glycine complex.
- 15 2. Siliconen 251 (SWS): D₄:D₅ polydimethyl cyclosiloxanen
3. Silica R-972 (Degussa): siliciumdioxyde met bekleed oppervlak, bereid door vlamhydrolyse
4. E.O. 308 (Wicken): Aluminium sesquichlorohydraat
5. Drijfmiddel A-31: Isobutaan

20 VOORBEELD I

Antitranspiratiemiddel voor roller

Ingrediënten		gew. %
Aluminium chlorohydraat (50% waterige oplossing)		18,0
AlCl ₃ .6H ₂ O (50% waterige oplossing)		6,0
25	REZAL 36G (35% Al/Zr/Gly)	35,0
	Siliconen 251 (SWS)	40,0
	Silica R-972 (Degussa)	1,0
		100,0

- 30 De aluminiumchlorohydraatoplossing, AlCl₃.6H₂O oplossing en de REZAL 36G oplossing werden met elkaar gemengd. Het silica R 972 werd in het siliconen 251 gedispergeerd terwijl met hoog toerental werd gemengd. De actieve zoutoplossing werd daarna langzaam toegevoegd aan de siliconen/silicadispersie terwijl met hoog toerental werd gemengd. De verkregen

suspensie werd verpakt in een houder voor een roller.

VOORBEELD II

Antitranspiratiemiddel voor een pompspray en knijpfles.

	Ingrediënten	gew. %
5	E.O. 308 (Wicken)	25,0
	H ₂ O	33,5
	Glycine	0,5
	Siliconen 251 (SWS)	40,0
	Silica R-972 (Degussa)	1,0
10		100,0

Het E.O. 308 poeder werd opgelost in het water, samen met het glycine. Het silica R-972 werd gedispergeerd in het siliconen 251 terwijl met hoog toerental werd gemengd. De waterige oplossing werd aan de siliconen/silicadispersie toegevoegd terwijl met hoog toerental werd geroerd. De verkregen suspensie was daarna gereed voor verpakking in
15 hetzij een knijpsproeihouder hetzij een pompsproeihouder.

VOORBEELD III

Antitranspiratiemiddel voor een aerosolsysteem

	Ingrediënten	gew. %
20	Samenstelling van voorbeeld II	65,0
	Drijfmiddel A-31	35,0
		100,0

65% van de samenstelling volgens voorbeeld II werd in een stalen aerosolhouder gebracht. Daarop werd een aerosolklep geklemd. Door de
25 klep werd 35% drijfmiddel A-31 ingebracht. De inhoud werd geschud en op de klep werd een activator gebracht en de inhoud van de houder werd gesproeid.

VOORBEELD IV

Antitranspiratiemiddel voor een aerosol

Ingrediënten		gew. %
5	Aluminium chlorohydraat (50% waterige oplossing)	30,26
	Aluminium chloride (50% waterige oplossing)	6,72
	Glycine	2,02
	Silica R-972	0,98
	Siliconen 251	25,02
10	Drijfmiddel A-31	35,00
		100,00

De aluminiumchlorohydraatoplossing, aluminiumchloride oplossing en glycine werden met elkaar gemengd tot een heldere oplossing was verkregen. Het silica R-972 werd gedispergeerd in het siliconen 251 terwijl met hoog toerental werd gemengd. De waterige fase werd langzaam toegevoegd aan de siliconen/silicadispersie. De verkregen suspensie was gereed om te worden gebracht in een aerosolhouder met de vereiste hoeveelheid drijfmiddel en een aerosolklep en activator.

VOORBEELD V

20 Antitranspiratiemiddel voor een aerosol

Ingrediënten		gew. %
	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (50% waterige oplossing)	29,44
	Magnesiumhydroxyde	3,68
	H_2O	5,88
25	Glycine	0,30
	Silica R-972	0,90
	Siliconen 251	19,80
	Drijfmiddel A-31	40,00
		100,00

30 De aluminiumchloride oplossing, magnesiumhydroxyde, glycine en water werden tot 80°C verwarmd en geroerd totdat een heldere oplossing was verkregen. Het silica R-972 werd gedispergeerd in het siliconen 251 terwijl met hoog toerental werd gemengd. De gekoelde waterige fase

werd langzaam toegevoegd aan de siliconen/silicadispersie terwijl met hoog toerental werd gemengd. De verkregen suspensie werd toegevoegd aan een aerosolhouder, drijfmiddel werd toegevoegd tezamen met de gepaste klep en activator.

5 VOORBEELD VI

Ingekapselde ademverfrisser

Ingrediënten		gew. %
1.	Onoplosbaar saccharine	0,10
2.	Gedeïoniseerd water	49,60
10	3. Aerosil R-972 (Degussa)	1,00
	4. Pepermuntolie smaakstof	0,30
	5. Siliconen P-251	49,00
		100,00

Bereiding

- 15 1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2, mengen tot een oplossing is verkregen.
2. Afwegen van ingrediënten 3, 4 en 5, mengen tot een uniform mengsel is verkregen.
- 20 3. Toevoegen van het produkt van trap 1 aan het produkt van trap 2, terwijl met hoog toerental wordt geroerd, mengen gedurende 15 minuten, gieten in een fles.

VOORBEELD VII

Ingekapseld laxeermiddel

Ingrediënten		gew. %
25	1. Casanthronol (SB Penick)	0,50
	2. Gedeïoniseerd water	49,50
	3. Aerosil R-972 (Degussa)	1,00
	4. Minerale olie 55/65 (Klearol)	49,00
		100,00

30 Bereiding

1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2, mengen tot uniform
2. Afwegen van ingrediënten 3 en 4, mengen tot uniform
3. Langzaam onder goed roeren toevoegen van het mengsel uit trap 1

aan het mengsel van trap 2, mengen gedurende 10 minuten, vullen in flessen.

VOORBEELD VIII

Ingekapseld antizuur

5	Ingrediënten	gew. %
	1. Calciumcarbonaat (Pfizer)	10,00
	2. Gedeïoniseerd water	40,00
	3. Aerosil R-972 (Degussa)	1,00
	4. Pinda-olie (Welch Home & Clark)	49,00
10		100,00

Bereiding

1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2, grondig mengen
2. Afwegen van ingrediënten 3 en 4, mengen tot uniform
3. Toevoegen van het mengsel van trap 1 aan het mengsel van trap 2, terwijl met hoog toerental en afschuiving werd gemengd, mengen gedurende 10 minuten, vullen in flessen.

VOORBEELD IX

Ingekapselde neusspray

	Ingrediënten	gew. %
20	1. Oxymetazoline HCl	0,10
	2. Gedeïoniseerd water	49,40
	3. Siliconen P-251 (SWS Corp.)	50,00
	4. Aerosil R-972 (Degussa)	0,50
		100,00

25 Bereiding

1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2, mengen tot opgelost
2. Afwegen van ingrediënten 3 en 4, mengen tot uniform
3. Toevoegen van het produkt van trap 1 aan het mengsel van trap 2, terwijl onder hoog toerental en onder afschuiving wordt gemengd, mengen gedurende 10 minuten, vullen in flessen.

VOORBEELD X

Ingekapselde anestische lotion

Ingrediënten		gew. %
5	1. Dyclonine HCl (Ganes)	0,10
	2. Gedefioniseerd water	39,90
	3. Aerosil R-972 (Degussa)	1,00
	4. Isopropylmyristaat	59,00
		100,00

Bereiding

- 10 1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2, mengen tot helder
2. Afwegen van ingrediënten 3 en 4, mengen tot uniform
3. Toevoegen van het produkt van trap 1 aan het produkt van trap 2, terwijl gemengd wordt onder afschuiving en met hoog toerental mengen gedurende 10 minuten, vullen in flessen.

15 VOORBEELD XI

Ingekapselde haardressing

Ingrediënten		gew. %
20	1. DL Panthenol (Hoffman LaRoche)	0,50
	2. Gedefioniseerd water	49,50
	3. Aerosil R-972 (Degussa)	1,00
	4. Minerale olie 55/65 (Klearol)	49,00
		100,00

Bereiding

- 25 1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2, mengen tot helder
2. Afwegen van ingrediënten 3 en 4, mengen tot uniform
3. Toevoegen van het produkt van trap 1 aan het produkt van trap 2, terwijl goed met hoog toerental wordt gemengd, roeren gedurende 10 minuten, vullen in flessen.

VOORBEELD XII

Ingekapselde haarverf

	Ingrediënten	gew. %
	1. Lawasyn Orange RL	0,05
5	2. Irgalan Brown SR	0,03
	3. Cibal Black BGL	0,02
	4. Gedeïoniseerd water	50,00
	5. Aerosil R-972 (Degussa)	1,00
	6. Siliconen P-251 (SWS Corp.)	48,90
10		100,00

Bereiding

1. Afwegen van ingrediënten 1, 2, 3 en 4, mengen tot uniform
 2. Afwegen van ingrediënten 5 en 6, mengen tot uniform.
 3. Toevoegen van het produkt van trap 1 aan het produkt van trap 2
- 15 terwijl met hoog toerental onder afschuiving wordt gemengd,
 mengen gedurende 10 minuten, gieten in flessen.

VOORBEELD XIII

Ingekapselde handlotion

	Ingrediënten	gew. %
20	1. Gedeïoniseerd water	30,00
	2. Glycerine	29,00
	3. Aerosil R-972 (Degussa)	1,00
	4. Siliconen P-251 (SWS Corp.)	20,00
	5. Diisopropyladipaat-Ceraphyl 230 (VanDyk)	20,00
25		100,00

Bereiding

1. Afwegen van ingrediënten 1 en 2, mengen tot uniform
 2. Afwegen van ingrediënten 3, 4 en 5, mengen tot uniform
 3. Langzaam toevoegen van het produkt van trap 1 aan het produkt
- 30 van trap 2, terwijl onder afschuiving met hoog toerental wordt
 gemengd, mengen gedurende 10 minuten, vullen in flessen.

VOORBEELD XIV

Ingekapselde slasaus

Ingrediënten		gew. %
5	1. Cider azijn	49,0
	2. Aerosil R-972 (Degussa)	1,0
	3. Maïsolie (Welch Home & Clark)	50,0
		100,0

Afwegen van maïsolie en aerosil mengsel totdat een uniform mengsel is verkregen. Langzaam toevoegen van azijn terwijl onder afschuiving met hoog toerental wordt gemengd. Mengen gedurende 10 minuten, gieten in flessen.

Hoewel de uitvinding beschreven is aan de hand van specifieke uitvoeringsvormen daarvan, zal duidelijk zijn dat vele veranderingen en modificaties kunnen worden aangebracht zonder dat daarmee het uitvindingsidee wordt verlaten.

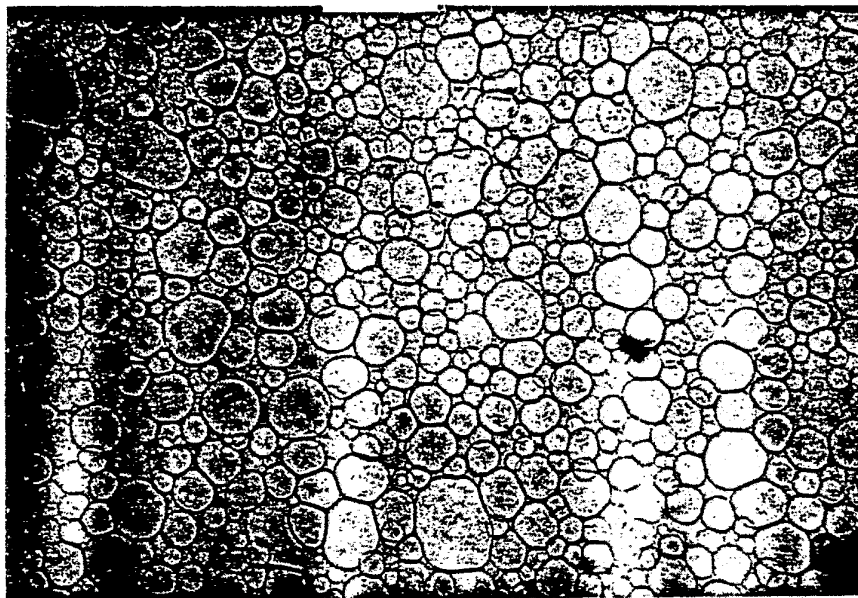
C O N C L U S I E S

1. Vloeibare samenstelling, die een olieachtige vloeibare suspenderende component bevat met daarin gesuspenderde fijne deeltjes van een polaire vloeistof die niet mengbaar is met genoemde suspenderende component; waarbij de fijne deeltjes in de suspenderende component in
5 suspensie worden gehouden dank zij de aanwezigheid daarin van een werkzame hoeveelheid fijne deeltjes van een hydrofoob metaaloxyside zoals siliciumoxyde, of hydrofoob metalloid oxyde, waarbij de polaire vloeistof bij voorkeur ongeveer 5 tot ongeveer 80 gew.% van de samenstelling uitmaakt; de olieachtige vloeibare suspenderende component bij voorkeur
10 ongeveer 20 tot ongeveer 95 gew.% van de samenstelling uitmaakt en het hydrofobe metaal of metalloid oxyde bij voorkeur ongeveer 0,25 tot ongeveer 5,0 gew.% van de samenstelling uitmaakt.
2. Samenstelling volgens conclusie 1, waarbij de polaire vloeistof bij voorkeur ongeveer 30 tot ongeveer 60 gew.% van de samenstelling uit-
15 maakt; de olieachtige vloeibare suspenderende component bij voorkeur ongeveer 30 tot ongeveer 65 gew.% van de samenstelling uitmaakt, en het hydrofoob metaal of metalloid oxyde bij voorkeur ongeveer 0,5 tot ongeveer 2 gew.% van de samenstelling uitmaakt.
3. Samenstelling volgens conclusie 1 of 2, waarbij de polaire vloeistof bij voorkeur een polair oplosmiddelsysteem is, dat ongeveer 0,1 tot
20 ongeveer 40 gew.% van een actieve ingrediënt bevat, zoals een fysiologisch of farmaceutisch actief materiaal of een cosmetisch of toiletmiddelmateriaal of een voedingspreparaat, opgelost of gesuspenderd daarin.
4. Samenstelling volgens conclusie 3, waarbij het actieve materiaal
25 ten minste een is van een antitranspiratiemiddel, deodorant, anaestheticum, analgeticum, antizuur, antihistamine, decongestiemiddel, antihoestmiddel, laxermiddel, middel dat beschermt tegen de zon, aromatisch middel, antibacteriëel middel, antifungi-middel, sialogogum, hand- of bodylotion, een haardressingprodukt, een haarkleurprodukt of een haar-
30 verfprodukt, een mondhygiëneprodukt, en een ademverfrisser.
5. Werkwijze voor het bereiden van samenstellingen volgens conclusie 1, waarbij het hydrofobe oxyde wordt gesuspenderd in de olieachtige vloeibare suspenderende component, terwijl met hoog toerental wordt gemengd,

een aktieve ingrediënt wordt opgelost of gesuspendeerd in de polaire vloeistof en daarna de polaire vloeistof die de aktieve ingrediënt bevat, wordt toegevoegd aan de olieachtige vloeibare suspenderende component die het hydrofobe oxyde bevat, terwijl met hoog toerental wordt gemengd.

FIG. 1

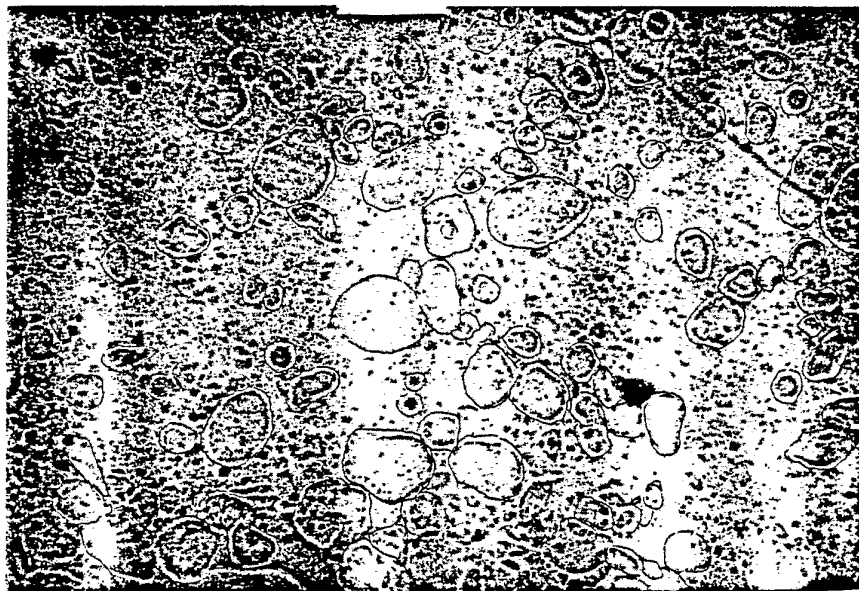
1 mm



HYDROFOBE SAMENSTELLING A 10X OBJ.

FIG. 2

1 mm



HYDROFIELE SAMENSTELLING B 10X OBJ.