



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Delegatura de propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No.

06-120604

54. TÍTULO COMPOSICIONES ANTITRANSPIRANTES DE pH ALTO
Y EFICACIA MEJORADA

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

A61K 7/32.

71. SOLICITANTE REHEIS, INC.

DOMICILIO BERKELEY HEIGHTS, NEW JERSEY, ESTADOS
UNIDOS DE AMERICA.

74. APODERADO HUMBERTO RUBIO CANACHO

22. BOGOTÁ, D. C., NOVIEMBRE 29 DE 2006

PETTORIO

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

SOLICITUD DE:

☒ Patente de Invención

Patente de Modelo de Utilidad

Capítulo I

☒

Capítulo II

SOLICITANTE (71)
Nombre: **REHEIS, INC.**
Dirección: **235 Snyder Avenue**
Teléfono: **3132408** Fax: **3131647**
E-mail:
Domicilio: **BERKELEY HEIGHTS, NEW JERSEY, ESTADOS UNIDOS DE AMERICA**
Lugar de constitución: **NEW JERSEY, ESTADOS UNIDOS DE AMERICA**

REPRESENTANTE O APODERADO (74)
Nombre: **HUMBERTO RUBIO CAMACHO** IDENTIFICACIÓN
Dirección: **Carrera 7 No. 74 - 64, Of. 506** C.C. No. **17'192.062**
Teléfono: **3132408** Fax: **3131647** T.P. **50.007 CSJ**

INVENTOR(ES) (72)
Nombre: **Zijun LI**
Dirección: **313 Hazel Avenue, Westfield**
Teléfono: **3132408** Fax: **3131647**
Domicilio: **NEW JERSEY, ESTADOS UNIDOS DE AMERICA**

PCT (86)

Solicitud Internacional No. **PCT/US2005/001697** Fecha **19 DE ENERO DE 2.005**

Publicación Internacional No. **WO 2005/117822** Fecha **15 DE DICIEMBRE DE 2.005**

TÍTULO (54) "COMPOSICIONES ANTITRANSPIRANTES DE pH ALTO Y EFICACIA MEJORADA"

Clasificación Internacional (51) 261K 7/32.

Prioridad	(33) País de origen	(32) Fecha	(31) Número de solicitud
SI ☒ NO	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	28 DE MAYO DE 2.004	10/857,493

Comprobante de pago No. 06-89,846 Fecha: **22 DE NOVIEMBRE DE 2.006**

cpfm.-

**EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN
SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION
DELEGATURA PROPIEDAD INDUSTRIAL**

(21) No. SOLICITUD: (51) INT. CL.:
 (22) FECHA DE PRESENTACIÓN: (71) SOLICITANTE: **REHEIS, INC.**
 (30) PRIORIDAD: **ESTADOUNIDENSE**
 (31) No. DE SOLICITUD: **10/857,493** (72) INVENTORES: **Zijun LI**
 (32) FECHA DE PRESENTACIÓN: **28 DE MAYO DE 2.004**
 (33) PAÍS: **ESTADOS UNIDOS** (74) APODERADO: **Humberto RUBIO CAMACHO DE AMERICA**

Solicitud Internacional No. PCT/US2005/001697 Fecha 19 DE ENERO DE 2.005

Publicación Internacional No. WO 2005/117822 Fecha 15 DE DICIEMBRE DE 2.005

FECHA ENTRADA EN FASE NACIONAL:

(54) TITULO: "COMPOSICIONES ANTITRANSPIRANTES DE pH ALTO Y EFICACIA MEJORADA"

RESUMEN:

Un método para elaborar una composición líquida antitranspirante de eficacia mejorada y con un valor de pH de cómo mínimo 3.5 al disolverse como una solución acuosa al 15% por peso y en el cual la composición comprende un activo antitranspirante seleccionado de entre

(i) sales de aluminio básicas con la fórmula

$$\text{Al}_2(\text{OH})_{6-2a}\text{X}_a$$

donde X es Cl, Br, I o NO_3 , a va desde alrededor de 1 hasta alrededor de 6, a una concentración de alrededor de 20% hasta alrededor de 40% por peso de sólido anhidro y con una relación de aluminio a mol de anión que va desde alrededor de 1.0 hasta alrededor de 1.8 y

(ii) sales de aluminio-zirconio con una relación Al/Zr desde alrededor de 2.1 hasta alrededor de 10:1 que se obtienen agregando a las sales de la fórmula (i) un compuesto de zirconio seleccionado de entre aquellos con la fórmula



donde b es un número de 0 a 1.2, y X es Cl, Br, I o NO_3 , incluyendo los pasos de.

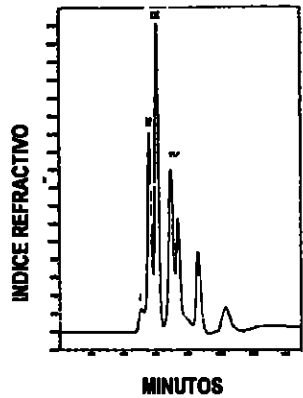
(1) tratar la mezcla de la reacción acuosa de dicho activo antitranspirante con desde alrededor de 0.1% hasta alrededor de 2% por peso de un aditivo seleccionado del grupo conformado por compuestos de calcio y estroncio insolubles en agua fuertemente alcalinos y mezclas de los mismos, y

(2) mezclar y reaccionar dicha mezcla, en la cual dicho aditivo es activado por contacto con dicho activo antitranspirante, hasta obtener una solución estable con respecto a la relación del área de Banda III a Banda II de HPLC de cómo mínimo 0.5

ANEXOS

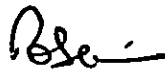
- X** Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- X** Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica. **REPOSA EN EL EXPEDIENTE No. 06-014.535**
- X** Poderes, si fuere el caso. **REPOSA EN EL EXPEDIENTE No. 06-014.535**
Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
Declaraciones
- X** Copia de la publicación PCT
- X** Copia informe búsqueda internacional.
Copia de la solicitud internacional.
- X** Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- X** Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA).
Traducción de los anexos del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA.
Copia de las modificaciones efectuadas de acuerdo con el Artículo 34. del PCT en Fase Nacional.
De ser el caso, copia del contrato de acceso.
De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- X** Arte final 12 x 12
De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.
Otros

(11) Figura característica:



(12)

HUMBERTO RUBIO CAMACHO

FIRMA 
C.C. 17'192.062 de Bogotá
T.P. 50.007 Consejo Superior de La Judicatura

REGISTRO
PATENTE DE INVENCION: "COMPOSICIONES
ANTITRANSPIRANTES DE pH ALTO Y EFICACIA
MEJORADA"

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 06 - 89,846
FECHA : NOVIEMBRE 22 DE 2006

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
Rad 06-120604-00000-0000
Fec: 2006-11-29 16:00:02 Dep 2020 NUECREACION
Tra 11 PATENTEIYII
Eve. 3/8 FASENACIONALII
Act 411 PRESENTACION Follus 45

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
HUMBERTO RUBIO ABOGADOS L	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	41400302	22/11/2006	6,363,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	463,000.00
		TOTAL :	\$ 463,000.00

SON: CUATROCIENTOS SESENTA Y TRES MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

COMPOSICIONES ANTITRANSPIRANTES DE pH ALTO Y EFICACIA MEJORADA

El invento se relaciona con composiciones antitranspirantes de eficacia mejorada que comprenden activos antitranspirantes de aluminio y aluminio-zirconio que reaccionan con sales de estroncio o calcio insolubles, fuertemente alcalinas, formando soluciones estables, de pH alto, y con métodos para elaborar las composiciones de sales antitranspirantes.

ANTECEDENTES DEL INVENTO

Los productos antitranspirantes típicos utilizan sales de aluminio y aluminio-zirconio para impedir la transpiración o reducir la producción de sudor en las axilas. El grado de reducción del sudor está relacionado directamente con la eficacia de las sales antitranspirantes. En general, los antitranspirantes de aluminio y aluminio-zirconio de eficacia mejorada son aquellas sales que reducen la transpiración en mayor medida que las sales convencionales análogas. Las sales antitranspirantes de aluminio o aluminio-zirconio de eficacia mejorada generalmente implican activos que presentan bajas relaciones de metales a cloruro o una relación más alta de Banda III a Banda II de HPLC, o ambas. Las sales antitranspirantes de eficacia mejorada a bajas relaciones de metales a cloruro generalmente tienen menores valores de pH; los productos con menor pH tienden a aumentar el potencial de irritación de los activos. Adicionalmente, las sales antitranspirantes de eficacia mejorada con una relación de Banda III (o pico 4) a Banda II (o pico 3) de HPLC más alta, de como mínimo 0.5 con un mínimo de 70% de especies de aluminio presentes en la Banda III y la Banda II no son estables en forma de solución y su preparación es demorada y no económica.

La Patente No. 6.375.937 B1 de los E.U. y la Patente No. 6.436.381 B1 de los E.U divulgan sales antitranspirantes de aluminio-zirconio a bajas relaciones de metales a cloruro de 0.9 a 1.2 que se afirma presentan mayor eficacia en comparación con las sales con relaciones más altas de metales a cloruro. El proceso de fabricar las sales comprende, no obstante, una tarea que

30

generalmente implica la dilución, calentamiento y enfriamiento de la solución de hidroxícloruro de aluminio, mezclando con una solución de glicinato de zirconio y el secado por atomización de la solución final. Debe anotarse también que las sales de aluminio-zirconio a bajas relaciones de metales a cloruro son muy ácidas. Dichas sales, al formularse en productos antitranspirantes tales como barras, pueden causar irritación de la piel y degradación de la fragancia. Adicionalmente, las barras tienden a ablandarse y a desarrollar un olor ácido con el tiempo, tornándose así estéticamente indeseables.

10

La Patente No. 6.726.901 B2 de los E.U. divulga una composición antitranspirante anhidra que contiene sal de aluminio-zirconio con una baja relación de metales a cloruro. Dicha referencia menciona que es posible neutralizar parte de la acidez de la sal agregando un material básico a la solución acuosa durante su fabricación. La eficacia antitranspirante de la sal tiende, no obstante, a disminuir a medida que la neutralización cambia las propiedades de la sal antitranspirante. Se agrega un material básico estabilizador por separado en la formulación para impedir la degradación de la composición antitranspirante y para minimizar el olor ácido a fin de no disminuir la eficacia de la sal. Se mencionan cuatro categorías de materiales básicos estabilizantes: sales formadas por una base fuerte y un ácido débil; aminoácidos que son básicos; sales formadas por una base fuerte y un aminoácido que incluyen glicinato de calcio y glicinato de estroncio; y bases inorgánicas que no son solubles en agua tales como el óxido de calcio y el óxido de estroncio. No se hace distinción alguna entre las cuatro clases, o dentro de cada una de las cuatro clases, en términos de eficacia. Adicionalmente, en dicha divulgación se introducen los materiales básicos en las formulaciones antitranspirantes. Estos materiales no se introducen en las sales antitranspirantes.

30

La WO 97/48371 describe una formulación tópica para reducir la irritación de la piel que implica un catión de estroncio soluble acuoso. El nitrato de estroncio se selecciona como el componente de sal anti-irritante. Mientras

2

30

que la formulación que contiene una sal de estroncio soluble acuoso puede utilizarse en diferentes productos, no hay un nivel de eficacia aparente para dicho producto antitranspirante.

La Patente de los E.U. No. 4.017.599 divulga una composición antitranspirante de aluminio-zirconio tamponada con un compuesto amino de sales alcalinas y alcalinas de la tierra. En un ejemplo, se prepara glicinato de calcio mezclando glicina con carbonato de calcio a temperatura elevada, la cual es luego reacciona *in situ* con hidroxibromuro de aluminio e hidroxibromuro de zirconio. Cuando se empleó el mismo método para generar glicinato de calcio *in situ* con hidroxicloruro de aluminio e hidroxicloruro de zirconio, se observó gelificación de la solución al calentarla.

La Patente No. 5.955.065 de los E.U. presenta una composición antitranspirante tópica que comprende un vehículo portador anhidro dermatológicamente aceptable con una sal antitranspirante de aluminio o aluminio-zirconio en suspensión y una sal de calcio soluble en agua. Esta referencia no contiene ninguna divulgación de una sal de calcio que se esté introduciendo directamente en el activo del antitranspirante.

La Patente No. 6.042.816 de los E.U. describe un método para estabilizar una solución acuosa de sal antitranspirante de aluminio-zirconio de eficacia mejorada que contiene una cantidad efectiva de una sal de calcio soluble en agua y una cantidad efectiva de un aminoácido soluble en agua contra la rápida degradación de la relación de pico 4 (Banda III) a pico 3 (Banda II) de HPLC de la sal. Las sales solubles se disuelven fácilmente en agua o en una solución acuosa de sal antitranspirante. Como una sal de calcio soluble, se demuestra el dihidrato de cloruro de calcio en todos los ejemplos. Se señala claramente que sólo el calcio proporciona la estabilización de las sales antitranspirantes de eficacia mejorada. No enseña el uso de sales insolubles, fuertemente alcalinas, tales como el óxido de calcio o el hidróxido de estroncio. La sal de aluminio utilizada en la patente es 5/6 clorhidrato de aluminio (ACH) básico en el cual la relación del mol de aluminio a cloruro es de

aproximadamente 1.9:1 a 2.1:1.

La Patente No. 6.245.325 de los E.U. que es una continuación en parte de la continuación de la solicitud resultante en la Patente No. 6.042.816 anterior, amplía las reivindicaciones composicionales de la 6.042.816 así como la aplicación de la composición; no obstante, ésta última divulgación mantiene el uso de compuestos de calcio solubles en agua y no va más allá de la definición de un método para estabilizar una solución acuosa de sal antitranspirante de aluminio-zirconio de eficacia mejorada que contiene una cantidad efectiva de una sal de calcio soluble y una cantidad efectiva de un aminoácido soluble en agua contra la rápida degradación de la relación de pico 4 (Banda III) a pico 3 (Banda II) de HPLC de la sal.

La Patente No. 5.908.616 de los E.U. describe haluros y nitratos de aluminio básicos con una eficacia mejorada con una relación de aluminio a mol aniónico de alrededor de 1.2 a alrededor de 1.8 y a una concentración de cerca de 30% - 40% por peso de sólido anhidro. Las composiciones tienen una Banda II de HPLC de como mínimo el 50% y una Banda III de menos del 20%. No obstante, la composición no ofrece una relación más alta de área de Banda III a Banda II de HPLC de como mínimo 0.5.

Con base en una visión general de la técnica previa conocida es evidente que sería altamente deseable proporcionar sales de aluminio y aluminio-zirconio de eficacia mejorada que sean económicas, para tener las sales de aluminio y aluminio-zirconio con excelente estética de la piel y con soluciones de aluminio y aluminio-zirconio que no sólo tengan una eficacia mejorada, sino que también sean estables.

RESUMEN DEL INVENTO

Según el presente invento, se ha descubierto que se pueden obtener composiciones antitranspirantes de aluminio y aluminio-zirconio de eficacia mejorada mediante la reacción de una sal insoluble, fuertemente alcalina ya

sea de estroncio o calcio con compuestos de aluminio o aluminio-zirconio. El invento también abarca el método para fabricar tales composiciones. Los activos antitranspirantes elaborados con estas sales insolubles, fuertemente alcalinas de estroncio y/o calcio demuestran valores de pH más altos con relaciones de área de Banda III a Banda II de HPLC características de como
5 mínimo 0.5. Las composiciones en forma de solución son estables con respecto tanto a la relación de Banda III a Banda II de HPLC como a la viscosidad a concentraciones de alrededor de 20% a alrededor de 40% por peso de sólido anhidro. Las composiciones formuladas en forma de estado
10 sólido tales como una barra antitranspirante ofrecen una textura más dura sin irritación, especialmente a las menores relaciones de metal a cloruro de alrededor de 0.9 a alrededor de 1.2.

Las soluciones básicas de halohidrato (o nitrato) de aluminio utilizadas
15 en el presente invento tienen típicamente una relación de aluminio a mol aniónico de menos de alrededor de 1.9, v.g., alrededor de 1.0 a alrededor de 1.8, preferiblemente alrededor de 1.0 a alrededor de 1.7 y más preferiblemente de alrededor de 1.2 a alrededor de 1.6. La solución básica de halohidrato (o nitrato) de aluminio se elabora mediante la reacción de polvo de
20 aluminio con haluro (o nitrato) de aluminio o el ácido correspondiente a una temperatura elevada de más de alrededor de 80°C. Se pueden agregar sales insolubles, fuertemente alcalinas de estroncio o calcio a la solución de halohidrato (o nitrato) de aluminio básica y calentarse hasta la temperatura apropiada para aumentar la eficacia de la sal mediante un proceso que se
25 denomina el proceso indirecto. Las sales insolubles fuertemente alcalinas de estroncio o calcio también pueden agregarse a un haluro (o nitrato) de aluminio o a la respectiva solución ácida y reaccionarse con polvo de aluminio,
20 a través de un procedimiento denominado el proceso directo. Se puede agregar un aminoácido durante o cerca del final de la reacción.

30 Adicionalmente, la sal de aluminio de eficacia mejorada, preparada ya sea mediante el proceso directo o indirecto, puede modificarse adicionalmente a través del tratamiento con un compuesto de zirconio (o glicinato) con una

relación de cloruro a zirconio de alrededor de 0.8 a alrededor de 2, a una temperatura que puede ir de alrededor de la temperatura ambiente a alrededor de la de reflujo durante un período de tiempo apropiado, para obtener una sal antitranspirante de aluminio-zirconio de mayor eficacia mejorada.

5

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Fig. 1 es un cromatograma de HPLC de la solución de Al-Zr-Glicina preparada en presencia de óxido de calcio según el Ejemplo 5.

10

La Fig. 2 es el²⁷ cromatograma de Al NMR de la misma solución demostrada en la Fig. 1.

La Fig. 3 es el²⁷ cromatograma de AL NMR de la Fig. 2 para la región que va de -2.5 a +2.5 ppm.

15

DESCRIPCIÓN DETALLADA DEL INVENTO

En el proceso del presente invento se ha encontrado que se puede obtener un incremento tanto en pH como en la eficacia de las sales antitranspirantes de aluminio o aluminio-zirconio mediante la reacción de una sal insoluble, fuertemente alcalina ya sea de estroncio o calcio o la mezcla de ambos, con compuestos de aluminio o aluminio-zirconio, respectivamente.

15

Las composiciones acuosas resultantes comprenden alrededor de un 20% a alrededor de un 40% por peso de sólido anhidro, preferiblemente alrededor del 25% a alrededor del 35% de sólido anhidro, alrededor del 50% a alrededor del 70% de agua, alrededor del 0.1% a alrededor del 2% por peso de estroncio o calcio, preferiblemente alrededor del 0.3% a alrededor del 1% por peso de estroncio y/o calcio, alrededor de 0% (en el caso de antitranspirantes que no contienen zirconio) a alrededor del 8% por peso de aminoácido, preferiblemente alrededor del 3% a alrededor del 6% por peso de aminoácido. Dicha solución acuosa de aluminio (en ausencia de aminoácidos)

25

30

17

18

19

A

o aluminio-zirconio es estable con respecto tanto a la relación del área de la Banda III a la Banda II de HPLC como a la viscosidad de la solución.

Las sales insolubles fuertemente alcalinas de calcio y estroncio pueden aplicarse por sí solas o como una mezcla de sales de calcio y estroncio. Generalmente, entre mayor sea la relación de metales a cloruro, menor será la cantidad de sales insolubles, fuertemente alcalinas, de calcio o estroncio o sales mezcladas de calcio/estroncio necesarias para incrementar los valores de pH de las composiciones.

Las sales insolubles, fuertemente alcalinas, de estroncio preferidas incluyen el hidróxido de estroncio y el óxido de estroncio y mezclas de los mismos. La cantidad de la sal insoluble, fuertemente alcalina de estroncio utilizada en la solución acuosa debe ser de alrededor de 0.1% a alrededor de 2% por peso de estroncio, preferiblemente alrededor de 0.3% a alrededor de 1.5% por peso de estroncio.

Las sales de calcio insolubles, fuertemente alcalinas, preferidas incluyen el óxido de calcio y el hidróxido de calcio y mezclas de los mismos. La cantidad de sal de calcio reaccionada utilizada en la solución acuosa final es de alrededor de 0.1% a alrededor de 2% por peso de calcio, preferiblemente alrededor de 0.3% a alrededor de 1.5%, y más preferiblemente alrededor de 0.5% a alrededor de 1% por peso de calcio. La cantidad de calcio presente en las soluciones depende de la concentración total de la solución y la relación de aluminio a cloruro.

Se sabe que los aminoácidos estabilizan las sales antitranspirantes de Al-Zr e incluyen la glicina, alamina, lisina, ornitina, citrulina, prolina, hidroxiprolina, cisteína, treonina, valina, serina, metionina, ácido glutámico, ácido aspártico y mezclas de los mismos. La glicina es el aminoácido preferido y puede agregarse ya sea a la sal de aluminio de eficacia mejorada preparada directa o indirectamente ya sea con estroncio o calcio, o directamente a la solución de hidroxiclóruo de zirconio.

Según se divulgó en la Patente de los E.U. No. 6.042.816 la presencia de un aminoácido o ácido hidróxido y una sal de calcio soluble se requiere para estabilizar la Banda III de HPLC. Sorprendentemente, se ha descubierto de acuerdo con el presente invento que se obtiene una sal antitranspirante de aluminio con una elevada Banda III a través del tratamiento con óxido de calcio insoluble por sí solo y la solución de sal de aluminio de eficacia mejorada formada de esta manera proporciona una estabilidad de viscosidad de la solución superior. Aún cuando la presencia del aminoácido facilita la formación de una cantidad inicialmente mayor de especies de aluminio de Banda III, tiende a disminuir la estabilidad de la viscosidad de la solución resultando en una gelificación indeseable de la solución. La formación de gel no se observa de la sal de aluminio de eficacia mejorada formada a través del tratamiento con óxido de calcio insoluble, fuertemente alcalino, en ausencia de un aminoácido.

La sal antitranspirante de eficacia mejorada del presente invento puede elaborarse ya sea a través de un proceso directo o indirecto.

En el proceso directo, una solución acuosa de haluro o nitrato de aluminio o la correspondiente solución ácida se calienta con una sal insoluble, fuertemente alcalina, de estroncio, por ejemplo hidróxido de estroncio u óxido de estroncio o una sal insoluble fuertemente alcalina de calcio, por ejemplo óxido de calcio o hidróxido de calcio, a temperaturas de alrededor de 50°C a alrededor de reflujo. El polvo de aluminio se agrega entonces a la mezcla hasta que se obtiene la solución con la relación deseada de aluminio a anión. Puede agregarse un aminoácido como la glicina a la mezcla durante o al final de la reacción. En el proceso indirecto, por otra parte, se calienta un halohidrato (o nitrato) de aluminio básico con unas sales de estroncio o calcio insolubles, fuertemente alcalinas, durante un período de tiempo adecuado. No se requiere un aminoácido como la glicina pero puede agregarse, si se desea. Así, ya sea en el proceso directo o indirecto, no se requiere un aminoácido.

Los halohidratos (o nitratos) de aluminio básicos preferidos tienen la fórmula de



5 donde X es Cl, Br, I o NO_3 , a es de alrededor de 1.1 a alrededor de 6 a una concentración de cerca del 20% a alrededor del 40% por peso de sólido anhidro. Es preferible tener una solución de clorhidrato de aluminio básico con una relación de aluminio a cloruro de alrededor de 1.0 a alrededor de 1.8, y más preferiblemente de alrededor de 1.2 a alrededor de 1.6.

10

Un compuesto de zirconio con o sin un aminoácido puede agregarse a la solución antitranspirante de aluminio de eficacia mejorada anterior elaborada con sales insolubles fuertemente alcalinas de estroncio o calcio, a temperaturas que pueden variar de alrededor de temperatura ambiente (TA) a
15 alrededor de reflujo, para formar una solución antitranspirante de aluminio-zirconio con una relación de Al:Zr de alrededor de 2:1 a alrededor de 10:1. La sal de zirconio preferida es hidroxiclورو de zirconio con una relación de cloruro a zirconio de alrededor de 1.0 a alrededor de 2.

20 Los compuestos de zirconio útiles en el presente invento son aquellos que tiene la fórmula



25 donde b es un número que va de 0 a 1.2, X es Cl, Br, I o NO_3 , siendo el cloruro el preferido. La solución de hidroxiclورو de zirconio puede prepararse mediante la reacción de carbonato de zirconio básico con ácido clorhídrico o cloruro de zirconil a una temperatura elevada durante un cierto período de tiempo.

30

Las soluciones de aluminio y aluminio-zirconio de eficacia mejorada deseadas elaboradas según el invento utilizando sales insolubles, fuertemente alcalinas de estroncio o calcio pueden secarse hasta obtener un polvo por

cualquier medio apropiado, por ejemplo mediante secado por atomización, secado por congelación, secado al vacío y similares, siendo el secado por atomización el método preferido.

5 Las composiciones resultantes de sales de aluminio o aluminio-zirconio de eficacia mejorada, elaboradas con sales insolubles, fuertemente alcalinas, de estroncio o calcio tienen relaciones de área de Banda III a Banda II de HPLC de como mínimo 0.5, preferiblemente de como mínimo 0.7. Óptimamente, una relación de área de Banda III a Banda II de HPLC de como mínimo 0.9 es
10 la más preferible que se puede lograr. Tales composiciones también tienen valores más altos de pH de como mínimo 3.5 al disolverse como un 15% por peso de soluciones acuosas, en especial a menores relaciones de metales a cloruro de alrededor de 0.9 a alrededor de 1.2.

15 Las sales antitranspirantes preferidas pueden suspenderse en una base orgánica anhidra a una concentración de alrededor de 10% a alrededor de 22% de activo sólido anhidro. Dichas composiciones de barra sólida no producen irritación de la piel, o la producen de manera reducida, no tienen olor ácido y son más duras en su textura comparadas con aquellas elaboradas de
20 activos antitranspirantes de aluminio-zirconio de baja relación de metales a cloruro, en especial comparadas con las barras elaboradas de composiciones antitranspirantes que contienen cloruro de calcio.

El grado de polimerización de los complejos de aluminio se determina
25 según la columna de exclusión de tamaño operada por la Cromatografía Líquida de Alto Rendimiento (HPLC). Las especies de Al de mayor peso molecular son eluidas primero, designadas como Banda I o llamadas también pico 1 y 2. Las Bandas II y Bandas III o picos 3 y pico 4 designan complejos de Al de peso molecular intermedio. La Banda IV o pico 5 designa los
30 complejos de Al de menor peso molecular, incluyendo monómeros y dímeros. El área relativa de uno o más picos se determina para caracterizar la distribución de especies poliméricas en complejos de aluminio formados. Las
35 sales antitranspirantes de aluminio o aluminio-zirconio del presente invento

tienen una relación de área de Banda III a Banda II de HPLC de como mínimo 0.5, preferiblemente como mínimo 0.7, y más preferiblemente como mínimo 0.9. Las composiciones preferidas también tienen un área de Banda IV de HPLC de como mínimo 15%.

Se utilizan una columna Phenominex y una columna Waters conectadas en serie para obtener un Cromatógrafo HPLC. Cada muestra es disuelta en agua desionizada para formar una solución de Al del 2% por peso. Cada muestra es filtrada a través de un filtro de 0.45µ y cromatografiada dentro del término de 15 minutos utilizando una solución de ácido nítrico de 0.01N como fase móvil.

²⁷Se elige una Resonancia Magnética Nuclear (NMR) del Al para identificar las estructuras de diferentes especies de aluminio en las sales antitranspirantes de estroncio o calcio de aluminio o aluminio-zirconio de eficacia mejorada. La sal antitranspirante en forma de solución se mide como está y el polvo es disuelto en agua deuterada para formar una solución del 10% por peso justo antes de la medición. Los datos se recolectaron utilizando un instrumento Varian Inova 400 a 104.2 MHz.

Generalmente, un pico fuerte en la transición química de alrededor de 0 ppm por²⁷ NMR de Al indica la presencia de monómeros de aluminio (Al) coordinados octahedros y un pico fuerte de alrededor de 63 ppm indica la presencia de un Al coordinado tetrahedro único en una especie de Al₁₃. Una transición química amplia a alrededor de 72 ppm es una indicación de la presencia de especies de Al₄₁. Las especies mayores de aluminio generalmente muestran transiciones químicas demasiado amplias para ser detectadas. Las sales antitranspirantes de aluminio-zirconio de eficacia mejorada que se forman mediante el tratamiento con sales de estroncio o calcio insolubles, fuertemente alcalinas no muestran picos marcados a alrededor de 63 ppm, indicando la ausencia de especies de Al₁₃. Dado que la presencia de especies de Al₁₃ no indica una eficacia mejorada, es conveniente que no estén presentes. Las sales de estroncio o calcio de aluminio-zirconio preferidas del

presente invento contienen menos de 5% de especies de Al_{13} y más preferiblemente no contienen especies de Al_{13} junto con alrededor del 5% a alrededor del 20% de monómeros de aluminio, preferiblemente alrededor de 6% a alrededor del 15% de monómeros de aluminio.

5

Preparación Directa de Halohidrato de Aluminio Básico en la Presencia de Sales de Calcio Alcalinas

Según la Patente No. 5.908.616 de los E.U., las sales de halohidrato de aluminio básicas de eficacia mejorada se preparan con una relación de mol de anión a Al de alrededor de 1.2 a alrededor de 1.8, preferiblemente de alrededor de 1.6 a alrededor de 1.7 en una concentración de solución de alrededor de 30% a alrededor de 40% por peso de sólido anhidro con una relación de Banda III a Banda II de HPLC baja. Las soluciones de clorhidrato de aluminio básicas con relación de Banda III a Banda II de HPLC más alta con una relación de Al a cloruro de típicamente 1.9 a 2.1 se forman en presencia tanto de calcio como de glicina, según lo indica la Patente No. 6.042.816 de los E.U. Según se ilustra en el Ejemplo 6, una solución de clorhidrato de aluminio con relación de área de Banda III a Banda II de HPLC de menos de 0.2 se formó en ausencia de glicina mediante la reacción directa de polvo de aluminio con solución acuosa de ácido clorhídrico en presencia de cloruro de calcio.

De acuerdo con el presente invento, se ha descubierto que en presencia de una sal de calcio insoluble, fuertemente alcalina, las soluciones de halohidrato de aluminio básico con relaciones de área de Banda III a Banda II de como mínimo 0.5, preferiblemente como mínimo de 0.7, se forman mediante procesos tanto directos como indirectos en ausencia de aminoácido a una relación de Al a cloruro de alrededor de 1.0 a alrededor de 1.8. Las soluciones son estables con respecto tanto a la relación de área de Banda III a Banda II de HPLC como a la viscosidad de la solución. Preferiblemente, la solución de halohidrato (o nitrato) de aluminio básica tiene una relación de Al a anión de alrededor de 1.0 a alrededor de 1.8 y más preferiblemente de alrededor

de 1.2 a alrededor de 1.6. Preferiblemente las soluciones de sólido anhidro de más de 20% por peso son elaboradas mediante la reacción directa de metal de aluminio con haluro de aluminio o nitrato o HX, donde X es Cl, Br, I y una solución acuosa de NO₃ a temperatura elevada durante el período de tiempo deseado. Las sales de calcio insolubles, fuertemente alcalinas, preferidas son óxido de calcio, hidróxido de calcio y mezclas de los mismos. La cantidad de sal de calcio utilizada debe ser suficiente para proporcionar la relación de Banda III a Banda II de como mínimo 0.5. Preferiblemente, la solución básica de halohidrato (o nitrato) de aluminio tiene alrededor de 0.1% a alrededor de 2% por peso de calcio y más preferiblemente alrededor de 0.3% a alrededor de 1% por peso de calcio dependiendo de la relación de aluminio a anión. Generalmente, se requiere menos calcio a mayores relaciones de aluminio a anión y lo contrario a relaciones más bajas. Las soluciones básicas de halohidrato (o nitrato) de aluminio de eficacia mejorada pueden secarse para obtener polvos, preferiblemente mediante secado por atomización.

El invento será ilustrado adicionalmente con los siguientes Ejemplos. En los Ejemplos, el porcentaje de sólido anhidro (A.S.) se señala como % A.S.

Ejemplo 1

Se preparó una solución básica de Clorhidrato de Aluminio (BAC) mezclando primero 563 gramos de solución de cloruro de aluminio 32°Be (aproximadamente 28% por peso) con 1.295 gramos de agua y 17 gramos de óxido de calcio a alrededor de 80°C hasta alrededor de 85°C durante aproximadamente 30 minutos. Se agregaron lentamente 125 gramos de polvo de aluminio (pureza mínima del 99%, tamaño de partícula 75% a través de malla 325) a la solución anterior a 80°C hasta 95°C. Después de aproximadamente 3 horas, concluyó la reacción. La mezcla de la reacción se filtró para obtener una solución incolora transparente. Los resultados del análisis se señalan en la Tabla 1 siguiente:

Tabla I

%Al	7.77
%Cl	6.44
pH (15%p/p)	4.45
Relación Al/Cl	1.6
%CA	0.62
Relación Banda III/II	0.9

Ejemplo 2

En este Ejemplo, se prepararon cuatro soluciones de BAC con diferentes relaciones de Al a Cl a diversos contenidos de calcio de acuerdo con el método del presente invento y se evaluaron sus patrones de HPLC. La relación de Al a Cl y de Banda III a II de HPLC se presentan en la Tabla 2:

Tabla II

Al/Cl	%Ca	%A.S.	Ph (15%p/p)	Banda III/II
0.97*	1.14	35.94	3.85	0.74
1.38	1.3	26.50	4.44	0.67
1.57	1.01	28.12	4.40	1.06
1.88	0.48	27.97	4.41	1.13

* La solución se añejó durante 1 año a temperatura ambiente (TA).

Las soluciones de BAC que se reaccionan con sales de calcio insolubles, fuertemente alcalinas, son muy estables a las relaciones de Al a Cl y contenido de calcio apropiados. Sin embargo, a una relación más alta de Al a Cl, v.g., a una relación de alrededor de 1.88, se formó un precipitado blanco en tres días a TA. A un mayor contenido de calcio, por ejemplo a alrededor de 2.5% por peso de Ca, las soluciones de BAC se gelificaron a relaciones de aluminio a cloruro de alrededor de 1.4 y 1.6. No deseando estar ligados a ninguna teoría, se considera que a una relación mayor de Al a Cl, o a un contenido mayor de calcio (o estroncio), por ejemplo por encima de 2.5, o ambos, v.g. una relación mayor de Al a Cl y un contenido de calcio (o estroncio) mayor, el pH de las

soluciones de BAC ha aumentado tanto que las especies de aluminio se tornan demasiado polimerizadas para ser estables en las soluciones.

Preparación de Clorhidrato de Aluminio Básico en Presencia de Óxido de Calcio o Hidróxido de Estroncio y Glicina

De acuerdo con el presente invento, se descubrió que las soluciones de clorhidrato de aluminio básico en presencia tanto de óxido/glicina de calcio como hidróxido/glicina de estroncio se tornan inestables a una relación de Al a Cl de alrededor de 1 a alrededor de 1.8. Las soluciones tienen relaciones de Banda III a II más altas que las correspondientes soluciones de BAC sin glicina. Sin embargo, las soluciones se gelificaron rápidamente a TA, normalmente en el término de un mes a TA.

Ejemplo 3

Las soluciones de BAC se elaboran mezclando primero diversas cantidades de óxido de calcio con solución acuosa de cloruro de aluminio, luego reaccionando las soluciones con polvo de aluminio, seguido por la adición de glicina. Las reacciones se realizaron a una temperatura de cerca de 80°C a 95°C durante un período de tiempo apropiado. Las soluciones también pueden elaborarse mediante proceso indirecto, v.g., calentamiento de BAC con óxido de calcio y glicina durante un cierto período de tiempo, preferiblemente con reflujo de la mezcla durante dos horas. Las cinco soluciones de BAC relacionadas a continuación tienen alrededor de un 25% de peso de sólido anhidro y alrededor de un 5% por peso de glicina. Los resultados se presentan a continuación en la Tabla III:

Tabla III

	Proceso	Al/Cl	%Ca	Banda III/II	Estabilidad
A	Directo	0.95	1.28	1.04	Gel/3 sem/TA
B	Indirecto	1.0	0.89	1.0	Gel/1 mes/TA

C	Directo	1.15	1.27	2.6	Gel/2 sem/TA
D	Indirecto	1.36	0.91	1.84	Gel/1 mes/TA
E	Directo	1.55	0.62	1.74	Gel/1 sem/TA

Los resultados de estabilidad de las soluciones de BAC en presencia de óxido de calcio y glicina son diferentes de aquellas observadas por la US 6.042.816, en la cual se reivindica que una solución acuosa de una sal antitranspirante de eficacia mejorada puede estabilizarse mediante la inclusión de una sal de calcio soluble, por ejemplo un cloruro de calcio y un aminoácido. El término "estabilizado" significa que la relación de pico 4 (o Banda III) a pico 3 (o Banda II) (área de HPLC) permanecerá en 0.5 o más durante como mínimo un mes a temperatura ambiente, según lo demuestra el Ejemplo 2 en el cual las soluciones de ACH de sólido anhidro al 25% por peso son estables en presencia de dihidrato de cloruro de calcio y glicina.

Los diferentes resultados de estabilidad observados, obtenidos mediante el proceso del presente invento, comparados con aquellos descritos en la divulgación de la Patente No. 6.042.816 de los E.U., indican que diferentes soluciones de sales antitranspirantes se forman en presencia de diferentes especies de calcio, v.g., aquellas formadas de sales solubles neutras versus sales insolubles, fuertemente alcalinas, y a diferentes relaciones de Al a Cl, v.g., alrededor de 1.9 a alrededor de 2.1 versus alrededor de 1.0 a alrededor de 1.6. No deseando estar vinculados a ninguna teoría, se piensa que la adición de óxido de calcio y glicina a las soluciones de BAC cambia las estructuras de las especies de aluminio, lo cual altera la cinética de las soluciones de BAC.

Ejemplo 4

En este ejemplo, se prepararon cuatro soluciones de BAC con diferentes relaciones de Al a Cl a diversos contenidos de estroncio mediante un proceso directo similar al del Ejemplo 3. La sal de estroncio insoluble, fuertemente alcalina, utilizada en el ejemplo es hidróxido de estroncio. Las soluciones de

BAC-Sr-Glicina que se presentan a continuación contienen alrededor de un 25% por peso de sólido anhidro y alrededor de un 5% por peso de glicina. Los resultados se señalan a continuación en la Tabla IV:

5 Tabla VI

	Al/Cl	%Sr	Banda III/II	Estabilidad
F	1.0	2.0	0.57	Gel/3 sem/TA
G	1.25	1.26	0.78	Gel/10 días/TA
H	1.36	1.06	0.82	Gel/3 sem/TA
I	1.6	1.24	0.97	Gel/3 sem/TA

10 Preparación de Soluciones de Sal de Aluminio-Zirconio-Glicina de pH Alto de Eficacia Mejorada en Presencia de Óxido de Calcio e Hidróxido de Estroncio

Se ha descubierto de acuerdo con el presente invento que las soluciones de aluminio-zirconio-glicina en presencia de óxido de calcio o hidróxido de estroncio tienen mayores valores de pH y son estables con respecto tanto a la relación del área de Banda III a Banda II de HPLC como a la viscosidad de las soluciones. Las soluciones anteriores fueron preparadas con BAC con una relación de Al a cloruro de alrededor de 1 a alrededor de 1.6.²⁷ La NMR de Al de las soluciones no muestra ningún pico marcado a alrededor de 63 ppm, lo cual indica la ausencia de especies de Al₁₃ que se cree disminuyen la eficacia mejorada.

El antitranspirante de aluminio-zirconio puede prepararse por tres métodos. El primer método implica la reacción de un halohidrato (o nitrato) de aluminio básico con óxido de calcio en presencia de glicina o con hidróxido de estroncio en presencia de glicina con un complejo de zirconio. El segundo método incluye la reacción de una solución de halohidrato (o nitrato) de aluminio básico con óxido de calcio e hidróxido de estroncio seguida por la adición de una solución de glicinato de hidroxiclорuro de zirconio a temperatura elevada, por ejemplo alrededor de reflujo. El tercer método incluye la reacción

de un compuesto de zirconio, por ejemplo cloruro de zirconil con óxido de calcio o hidróxido de estroncio en solución acuosa a alrededor de TA hasta alrededor de reflujo, agregando un alcohol polihídrico a la solución y mezclando con una solución de BAC a temperatura elevada durante un cierto período de tiempo hasta que se forme una sal de eficacia aumentada. La solución básica de clorhidrato de aluminio tiene una relación de Al a Cl de alrededor de 1 a alrededor de 1.8, preferiblemente de alrededor de 1 a alrededor de 1.6. El complejo de zirconio normalmente tiene una relación de cloruro a zirconio de alrededor de 0.8 a alrededor de 2.0, preferiblemente de alrededor de 1 a alrededor de 2.0. El antitranspirante de aluminio-zirconio de eficacia mejorada tiene una relación de Al a Zr de alrededor de 2 a alrededor de 10.

Ejemplo 5

Se trataron 525 gramos de solución de hidroxiclорuro de zirconil y 4 gramos de de agua con 2.041 gramos de producto de la reacción de clorhidrato de aluminio básico-calcio de glicina (relación Al/Cl de 0.95) preparada en el Ejemplo 3 y mezclada a TA durante 1 hora. Parte de la solución fue secada por atomización y micronizada. Los resultados se indican en la Tabla V:

Tabla V

	Solución	Polvo
Relación Al/Zr	4.7	4.8
Relación M/Cl	0.95	0.99
% A.S.	31.24	72.36
% Ca	1.02	2.32
pH (15%p/p)	3.87	3.64
Tamaño de partícula (%<10 micrones)	--	98.4
Relación de área Banda III/II (fresca)	1.23	1.29
Relación de área Banda III/II (1 MO)	1.49	--

El cromatógrafo HPLC se presenta en la Fig. 1 y la ²⁷ NMR de Al de la

solución se presenta en la Fig. 2 y la Fig. 3. La ²⁷ NMR de Al de la solución de Al-Zr-calcio de glicina muestra la ausencia de especies de Al₁₃ que se considera disminuyen la eficacia mejorada.

5 Ejemplo 6

En este ejemplo, se prepararon cuatro productos de Al-Zr-calcio de glicina de acuerdo con el método del presente invento. El método de la preparación de la solución es similar a aquel descrito en el Ejemplo 5. Los productos básicos de clorhidrato de aluminio-calcio de glicina se preparan mediante reacciones tanto directas como indirectas, en las cuales las soluciones de BAC tienen relaciones de Al a Cl de alrededor de 1 a alrededor de 1.6. Los resultados se señalan en la Tabla VI.

15

Tabla VI							
	Al/Zr	M/Cl	%A.S.	%Ca	pH(15%p/p)	Banda III/II (fresco) (~ 1 MO)	
J	4.7	0.95	31.10	1.02	3.90	1.10	1.61
K	4.7	1.15	30.18	0.81	4.00	1.69	2.17
L	5.1	1.27	30.77	0.74	4.10	1.54	1.56
M	4.7	1.38	29.04	0.48	4.14	1.76	1.12

Ejemplo 7

Se prepararon dos productos de Al-Zr-Sr-Glicina mediante proceso directo. Se utilizó hidróxido de estroncio insoluble. Como se demuestra en la Tabla VII, se consumió más hidróxido de estroncio para incrementar los valores de pH de la solución, comparados con las soluciones ajustadas con óxido de calcio.

25

Tabla VII							
	Al/Zr	M/Cl	%A.S.	%Sr	pH(15%p/p)	Banda III/II (fresco) (1 MO)	
N	4.7	1.40	28.45	0.97	4.16	0.91	0.71
O	8.0	1.45	27.45	1.06	4.29	0.97	0.85

elabora calentando los agentes gelificadores, mezclando con la ciclometicona y otros ingredientes y enfriando la mezcla para formar una barra sólida. La dureza de las barras se mide en el Analizador de Textura Chatillon TCD 200. Como lo muestra la Tabla IX, la dureza de la barra aumenta sustancialmente mediante el uso de óxido de calcio insoluble en la preparación del activo.

Tabla IX

	<u>Porcentaje de Peso</u>		
	S	T ^a	U ^b
Activo	20.00	20.00	20.00
Ciclometicona (DC 245)	36.00	36.00	36.00
Alcohol Estearílico	20.00	20.00	20.00
Aceite de Castor Hidrogenado	5.00	5.00	5.00
Benzoato de Alilo C ₁₂₋₁₅	17.50	17.50	17.50
Distearato PEG-8	1.50	1.50	1.50
<u>Dureza de la Barra (gramos)</u>	3138	2928	3683

a: CaCl₂

b: CaO

10

Aunque el invento se ha descrito en términos de realizaciones específicas, se pueden utilizar mezclas de uno o más de los diversos reactivos y aditivos aquí descritos, y sustitutos para los mismos, como lo sabrán las personas conocedoras de la técnica. Así, el invento no pretende limitarse a los detalles aquí descritos, sino únicamente según el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

15

REIVINDICACIONES

1. Un método para elaborar una composición líquida antitranspirante de eficacia mejorada y con un valor de pH de cómo mínimo 3.5 al disolverse como una solución acuosa al 15% por peso y en el cual la composición comprende un activo antitranspirante seleccionado de entre

(i) sales de aluminio básicas con la fórmula



donde X es Cl, Br, I o NO_3 , a va desde alrededor de 1.1 hasta alrededor de 6, a una concentración de alrededor de 20% hasta alrededor de 40% por peso de sólido anhidro y con una relación de aluminio a mol de anión que va desde alrededor de 1.0 hasta alrededor de 1.8 y

(ii) sales de aluminio-zirconio con una relación Al:Zr desde alrededor de 2:1 hasta alrededor de 10:1 que se obtienen agregando a las sales de la fórmula (i) un compuesto de zirconio seleccionado de entre aquellos con la fórmula



donde b es un número de 0 a 1.2, y X es Cl, Br, I o NO_3 ,

incluyendo los pasos de:

- (1) tratar la mezcla de la reacción acuosa de dicho activo antitranspirante con desde alrededor de 0.1% hasta alrededor de 2% por peso de un aditivo seleccionado del grupo conformado por compuestos de calcio y estroncio insolubles en agua fuertemente alcalinos y mezclas de los mismos, y
- (2) mezclar y reaccionar dicha mezcla, en la cual dicho aditivo es activado por contacto con dicho activo antitranspirante, hasta obtener una solución estable con respecto a la relación del área de Banda III a Banda II de HPLC de cómo mínimo 0.5.

2. El método de la reivindicación 1 en el cual el paso de reacción (2) se mantiene hasta que se obtiene una relación de área de Banda III y Banda II de HPLC cómo mínimo 0.7.

3. El método de la reivindicación 1 en el cual el antitranspirante comprende

las sales de aluminio básicas de la fórmula (i).

4. El método de la reivindicación 1 en el cual la composición antitranspirante comprende las sales de aluminio-zirconio de la fórmula (ii).
- 5 5. El método de la reivindicación 4 en el cual la reacción del paso (2) se mantiene hasta obtener una relación de área de Banda III y Banda II de HPLC de cómo mínimo 0.9.
6. El método de la reivindicación 3 en el cual la composición líquida reaccionada contiene desde alrededor de 25% hasta alrededor de 35%
10 por peso de la sal.
7. El método de la reivindicación 3 en el cual la composición líquida reaccionada contiene desde alrededor de 25% hasta alrededor de 35% por peso de la sal y hasta alrededor de 8% por peso de un aminoácido.
8. El método de la reivindicación 4 en el cual la composición líquida reaccionada contiene desde alrededor de 25% hasta alrededor de 35%
15 por peso de sal y hasta alrededor de 8% por peso de un aminoácido.
9. El método de la reivindicación 4 en el cual la composición líquida reaccionada contiene desde alrededor de 25% hasta alrededor de 35% por peso de la sal y desde alrededor de 3% hasta alrededor de 6% por
20 peso de un aminoácido.
10. El método de la reivindicación 1 en el cual el compuesto insoluble, fuertemente alcalino, es seleccionado de entre hidróxido de estroncio, óxido de estroncio, óxido de calcio, hidróxido de calcio y mezclas de los mismos.
- 25 11. El método de la reivindicación 7 en el cual el aminoácido es glicina.
12. El método de la reivindicación 8 en el cual el aminoácido es glicina.
13. El método de la reivindicación 4 en el cual un halohidrato (o nitrato) de aluminio básico es reaccionado con óxido de calcio y un compuesto de zirconio en presencia de glicina.
- 30 14. El método de la reivindicación 4 incluyendo la reacción de una solución de halohidrato (o nitrato) de aluminio básico con óxido de calcio y una solución de glicinato de hidroxihalohidrato (o nitrato) de zirconio a una temperatura que va desde temperatura ambiente hasta alrededor de

temperatura de reflujo.

15. El método de la reivindicación 4 en el cual el compuesto de zirconio (ii) es reaccionado con óxido de calcio a una temperatura que va desde alrededor de temperatura ambiente hasta alrededor de temperatura de reflujo, agregando un alcohol polihídrico a la solución y mezclando la solución con halohidrato (o nitrato) de aluminio básico durante un período de tiempo suficiente para proporcionar la sal de eficacia mejorada.
16. El método de la reivindicación 1 en el cual la solución estable resultante del paso (2) es secada para obtener un polvo.
17. El método de la reivindicación 3 en el cual la solución estable resultante del paso (2) es secada por atomización.
18. El método de la reivindicación 4 en el cual la solución estable resultante del paso (2) es secada por atomización.
19. El método de la reivindicación 17 en el cual desde alrededor del 5% hasta alrededor del 25% del producto secado por atomización es adicionado con un aceite de silicona y un alcohol alifático; calentado hasta obtener una mezcla homogénea, vaciado en un molde de barra antitranspirante y solidificado.
20. El método de la reivindicación 18 en el cual desde alrededor del 5% hasta alrededor del 25% del producto secado por atomización es adicionado con un aceite de silicona y un alcohol alifático; calentado hasta obtener una mezcla homogénea, vaciado en un molde de barra antitranspirante y solidificado.
21. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 1.
22. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 3.
23. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 4.
24. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 6.
25. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 7.
26. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 8.
27. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 9.
28. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 10.
29. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 11.

- .
- 30. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 12.
 - 31. Un producto obtenido por el método de la reivindicación 13.
 - 32. Una composición antitranspirante de aluminio-zirconio, preparada con el
5 oxido de calcio de acuerdo a la reivindicación 4, donde la reacción del
paso (2) es mantenida bajo una relación de metal a cloruro de alrededor
de 1.0 a alrededor de 1.2, obteniendo un valor de pH como mínimo de
3.5.

(19) World Intellectual Property
Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
15 December 2005 (15.12.2005)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2005/117822 A2

(51) International Patent Classification⁷: A61K 7/32, 7/36

(74) Agent: PLANTAMURA, Arthur, J., General Chemical
Performance Products, LLC, 90 East Halsey Road, Parsippany,
NJ 07054 (US)

(21) International Application Number:
PCT/US2005/001697

(22) International Filing Date: 19 January 2005 (19 01 2005)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
10/857,493 28 May 2004 (28 05.2004) US

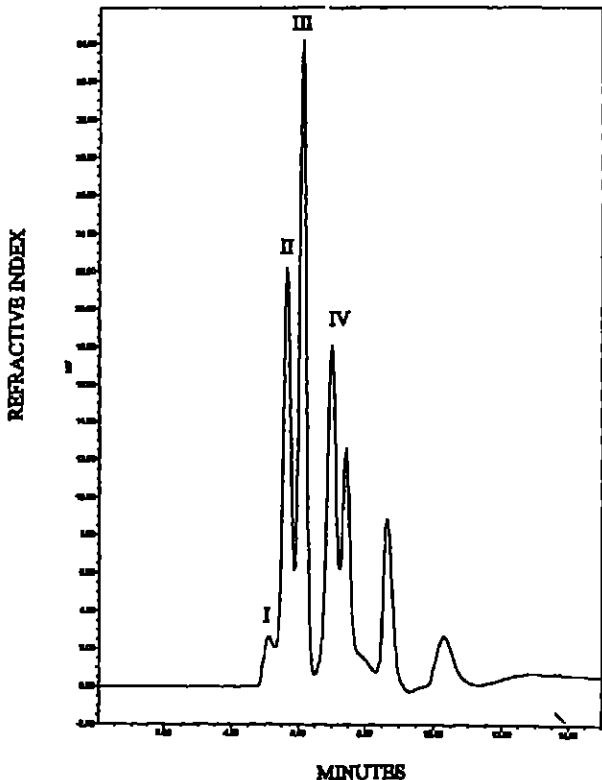
(71) Applicant (for all designated States except US): REHEIS,
INC. [US/US], 235 Snyder Avenue, Berkeley Heights, NJ
07922 (US)

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN,
CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI,
GB, GD, GE, GH, GM, GR, GU, HK, HN, ID, IL, IN, IS, JP, KE,
KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD,
MG, MK, MN, MW, MX, MY, NA, NI, NO, NZ, OM, PG,
PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ,
TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA,
ZM, ZW

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),
European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,

[Continued on next page]

(54) Title: HIGH PH ANTIPERSPIRANT COMPOSITIONS OF ENHANCED EFFICACY



(57) Abstract: Aluminum and aluminum-zirconium
antiperspirant compositions of enhanced efficacy and
a pH value of at least 3.5 are provided that are made by
reaction with insoluble, strongly alkaline strontium or
calcium salts. The aluminum and aluminum-zirconium
strontium or calcium compositions show high
pH values with characteristic HPLC Band III to Band
II ratios of at least 0.5. The basic aluminum halo-hy-
drate (or nitrate) solutions typically have aluminum
to anion ratio of less than 1.9. The solution composi-
tions are stable with respect to both HPLC Band III to
Band II ratio and viscosity at concentrations of about
20% to about 40% by weight of anhydrous solid. The
solid state compositions form hard sticks with low ir-
ritation, at low metal to chloride ratios of about 0.9 to
about 1.2.

WO 2005/117822 A2





FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

Declarations under Rule 4.17:

- as to the identity of the inventor (Rule 4 17(i)) for the following designations AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW, ARIPO patent (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)
- as to the applicant's entitlement to claim the priority of the earlier application (Rule 4 17(ii)) for the following designations AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID,

IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW, ARIPO patent (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

Published:

- without international search report and to be republished upon receipt of that report

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
15 December 2005 (15.12.2005)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2005/117822 A3

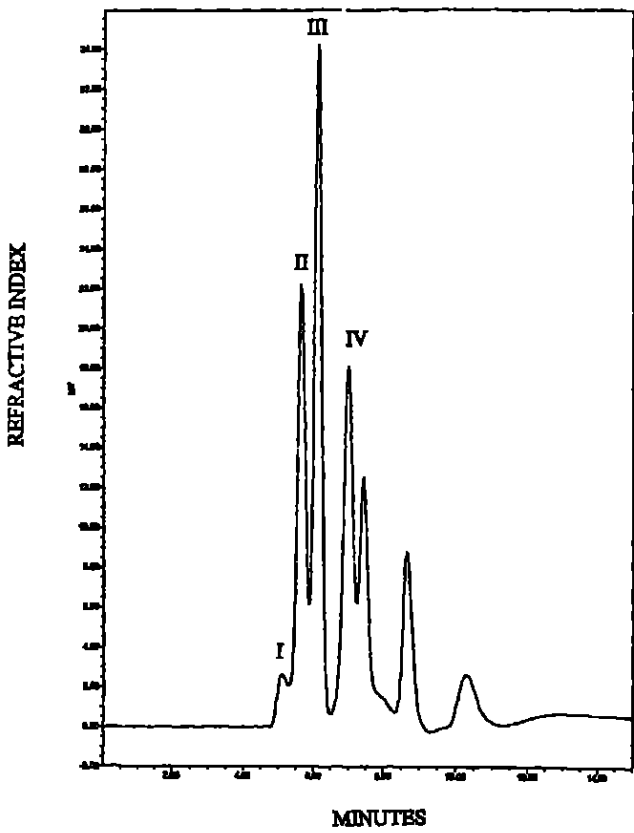
- (51) International Patent Classification:
A61K 8/00 (2006 01) A61Q 15/00 (2006 01)
A61K 8/02 (2006 01) A61Q 19/00 (2006 01)
- (21) International Application Number:
PCT/US2005/001697
- (22) International Filing Date: 19 January 2005 (19 01 2005)
- (25) Filing Language: English
- (26) Publication Language: English
- (30) Priority Data:
10/857,493 28 May 2004 (28 05 2004) US
- (71) Applicant (for all designated States except US): REHEIS, INC. [US/US], 235 Snyder Avenue, Berkeley Heights, NJ 07922 (US)
- (72) Inventor: LI, Zijun, 313 Hazel Avenue, Westfield, NJ 07090 (US)
- (74) Agent: PLANTAMURA, Arthur, J., General Chemical Performance Products, LLC, 90 East Halsey Road, Parsippany, NJ 07054 (US)

- (81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW
- (84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

Declarations under Rule 4.17:
— as to the identity of the inventor (Rule 4.17(i))
[Continued on next page]

(54) Title: HIGH PH ANTIPERSPIRANT COMPOSITIONS OF ENHANCED EFFICACY

WO 2005/117822 A3



(57) Abstract: Aluminum and aluminum-zirconium antiperspirant compositions of enhanced efficacy and a pH value of at least 3.5 are provided that are made by reaction with insoluble, strongly alkaline strontium or calcium salts. The aluminum and aluminum-zirconium strontium or calcium compositions show high pH values with characteristic HPLC Band III to Band II ratios of at least 0.5. The basic aluminum halohydrate (or nitrate) solutions typically have aluminum to anion ratio of less than 1.9. The solution compositions are stable with respect to both HPLC Band III to Band II ratio and viscosity at concentrations of about 20% to about 40% by weight of anhydrous solid. The solid state compositions form hard sticks with low irritation, at low metal to chloride ratios of about 0.9 to about 1.2.

- as to the applicant's entitlement to claim the priority of the earlier application (Rule 4.17(ii))

(88) Date of publication of the international search report:
3 August 2006

Published:

- with international search report

— before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of receipt of amendments
- For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US05/01697

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC A61K 8/00(2006 01), 8/02(2006 01); A61Q 15/00(2006 01), 19/00(2006 01) USPC: 424/65, 66, 68, 400, 401 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. 424/65, 66, 68, 400, 401 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched NONE Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) STN, DIALOG		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 6,042,816 A (SHEN) 28 MARCH 2000, SEE ENTIRE DOCUMENT	1-32
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents:		
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention	
"E" earlier application or patent published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone	
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art	
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"A" document member of the same patent family	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search 15 May 2006 (15.05.2006)	Date of mailing of the international search report 4 JUN 2006	
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. (571) 273-3201	Authorized officer  SHELLEY A. DOBSON Telephone No. (571) 272 1600	

PATENT COOPERATION TREATY

From the
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

REC'D 16 JUN 2006
WIPO PCT

PCT

WRITTEN OPINION OF THE
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

(PCT Rule 43bis.1)

To:
ARTHUR J. PLANTAMURA
GENERAL CHEMICAL PERFORMANCE PRODUCTS, LLC
90 EAST HALSEY ROAD
PARSIPPANY, NJ 07054

Date of mailing
(day/month/year) 14 JUN 2006

Applicant's or agent's file reference GCREH016/PCT		FOR FURTHER ACTION See paragraph 2 below	
International application No. PCT/US05/01697	International filing date (day/month/year) 19 January 2005 (19.01.2005)	Priority date (day/month/year) 28 May 2004 (28.05.2004)	
International Patent Classification (IPC) or both national classification and IPC IPC: A61K 8/00(2006 01), 8/02(2006 01); A61Q 15/00(2006 01), 19/00(2006.01) USPC: 424/65,66,68,400,401			
Applicant REHRIS, INC.			

1. This opinion contains indications relating to the following items

- ☒ Box No. I Basis of the opinion
- ☐ Box No. II Priority
- ☐ Box No. III Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- ☐ Box No. IV Lack of unity of invention
- ☒ Box No. V Reasoned statement under Rule 43bis 1(e)(i) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- ☐ Box No. VI Certain documents cited
- ☐ Box No. VII Certain defects in the international application
- ☐ Box No. VIII Certain observations on the international application

2. FURTHER ACTION

If a demand for international preliminary examination is made, this opinion will be considered to be a written opinion of the International Preliminary Examining Authority ("IPEA") except that this does not apply where the applicant chooses an Authority other than this one to be the IPEA and the chosen IPEA has notified the International Bureau under Rule 66.1bis(b) that written opinions of this International Searching Authority will not be so considered.

If this opinion is, as provided above, considered to be a written opinion of the IPEA, the applicant is invited to submit to the IPEA a written reply together, where appropriate, with amendments, before the expiration of 3 months from the date of mailing of Form PCT/ISA/220 or before the expiration of 22 months from the priority date, whichever expires later.

For further options, see Form PCT/ISA/220.

3 For further details, see notes to Form PCT/ISA/220.

Name and mailing address of the ISA/ US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No (571) 273-3201	Date of completion of this opinion 15 May 2006 (15.05 2006)	Authorized officer SHELLEY A. DEDSON Telephone No 571-272-1600
---	--	--

Form PCT/ISA/237 (cover sheet) (April 2005)

WRITTEN OPINION OF THE
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

International application No

PCT/US03/01697

Box No. I Basis of this opinion

1 With regard to the language, this opinion has been established on the basis of:

- ☒ the international application in the language in which it was filed
- ☐ a translation of the international application into _____, which is the language of a translation furnished for the purposes of international search (Rules 12.3(a) and 23.1(b)).

2. With regard to any nucleotide and/or amine acid sequence disclosed in the international application and necessary to the claimed invention, this opinion has been established on the basis of

a. type of material

- ☐ a sequence listing
- ☐ table(s) related to the sequence listing

b. format of material

- ☐ on paper
- ☐ in electronic form

c. time of filing/furnishing

- ☐ contained in the international application as filed.
- ☐ filed together with the international application in electronic form
- ☐ furnished subsequently to this Authority for the purposes of search.

3. ☐ In addition, in the case that more than one version or copy of a sequence listing and/or table(s) relating thereto has been filed or furnished, the required statements that the information in the subsequent or additional copies is identical to that in the application as filed or does not go beyond the application as filed, as appropriate, were furnished

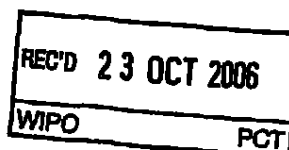
4. Additional comments.

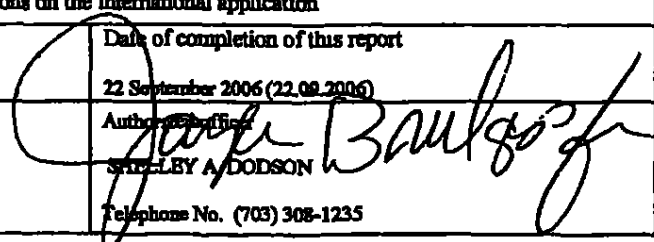
PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY
(Chapter II of the Patent Cooperation Treaty)

(PCT Article 36 and Rule 70)



Applicant's or agent's file reference GCREH016/PCT	FOR FURTHER ACTION		See Form PCT/IPBA/416
International application No. PCT/US05/01697	International filing date (day/month/year) 19 January 2005 (19 01 2005)	Priority date (day/month/year) 28 May 2004 (28.05.2004)	
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC IPC A61K 8/00(2006 01), 8/02(2006.01); A61Q 15/00(2006 01), 19/00(2006 01) USPC 424/65, 66, 68, 400, 401			
Applicant REHEIS, INC.			
1. This report is the international preliminary examination report, established by this International Preliminary Examining Authority under Article 35 and transmitted to the applicant according to Article 36. 2. This REPORT consists of a total of <u>7</u> sheets, including this cover sheet 3. This report is also accompanied by ANNEXES, comprising: a ☐ (sent to the applicant and to the International Bureau) a total of ___ sheets, as follows: ☐ sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis of this report and/or sheets containing rectifications authorized by this Authority (see Rule 70 16 and Section 607 of the Administrative Instructions) ☐ sheets which supersede earlier sheets, but which this Authority considers contain an amendment that goes beyond the disclosure in the international application as filed, as indicated in item 4 of Box No. I and the Supplemental Box. b ☐ (sent to the International Bureau only) a total of (Indicate type and number of electronic carrier(s)) _____, containing a sequence listing and/or tables related thereto, in electronic form only, as indicated in the Supplemental Box Relating to Sequence Listing (see Section 802 of the Administrative Instructions).			
4. This report contains indications relating to the following items ☒ Box No. I Basis of the report ☐ Box No. II Priority ☐ Box No. III Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability ☐ Box No. IV Lack of unity of invention ☒ Box No. V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement ☐ Box No. VI Certain documents cited ☐ Box No. VII Certain defects in the international application ☐ Box No. VIII Certain observations on the international application			
Date of submission of the demand 13 December 2005 (13 12 2005)		Date of completion of this report 22 September 2006 (22.09.2006)	
Name and mailing address of the IPEA/US Mail Stop PCT, Attn: IPEA/US Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. (571) 273-3201		 AUTHORIZED OFFICIAL STEPHEN A. DODSON Telephone No. (703) 308-1235	

Form PCT/IPBA/409 (cover sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

International application No.

PCT/US05/01697

Box No. I Basis of the report

1. With regard to the language, this report is based on:

- ☒ the international application in the language in which it was filed
- ☐ a translation of the international application into _____, which is the language of a translation furnished for the purposes of
- ☐ international search (under Rules 12.3 and 23 1(b))
- ☐ publication of the international application (under Rule 12.4(a))
- ☐ international preliminary examination (under Rules 55.2(a) and/or 55.3(a))

2. With regard to the elements of the international application, this report is based on (replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report)

- ☒ the international application as originally filed/furnished
- ☒ the description
- pages 1-16 _____ as originally filed/furnished
- pages* NONE _____ received by this Authority on _____
- pages* NONE _____ received by this Authority on _____
- ☒ the claims
- pages 17-19 _____ as originally filed/furnished
- pages* NONE _____ as amended (together with any statement) under Article 19
- pages* NONE _____ received by this Authority on _____
- pages* NONE _____ received by this Authority on _____
- ☒ the drawings:
- pages 1-3 _____ as originally filed/furnished
- pages* NONE _____ received by this Authority on _____
- pages* NONE _____ received by this Authority on _____

☐ a sequence listing and/or any related table(s) - see Supplemental Box Relating to Sequence Listing.

3. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/figs _____
- ☐ the sequence listing (specify): _____
- ☐ any table(s) related to the sequence listing (specify): _____

4. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments annexed to this report and listed below had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(o)).

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/figs _____
- ☐ the sequence listing (specify): _____
- ☐ any table(s) related to the sequence listing (specify): _____

* If item 4 applies, some or all of those sheets may be marked "superseded."

Form PCT/PEA/409 (Box No. I) (April 2005)

INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

International application No.
PCT/US05/01697**Box No. V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement****1 Statement**

Novelty (N)	Claims <u>1-32</u>	YES
	Claims <u>NONE</u>	NO
Inventive Step (IS)	Claims <u>1-32</u>	YES
	Claims <u>NONE</u>	NO
Industrial Applicability (IA)	Claims <u>1-32</u>	YES
	Claims <u>NONE</u>	NO

2. Citations and Explanations (Rule 70.7)

CLAIMS 1-32 MEET THE CRITERIA UNDER PCT ARTICLE 33(4) AND THUS HAVE INDUSTRIAL APPLICABILITY BECAUSE THE SUBJECT MATTER CLAIMED CAN BE USED IN INDUSTRY, MORE SPECIFICALLY IN THE COSMETIC INDUSTRY

CLAIMS 1-32 MEET THE CRITERIA UNDER PCT ARTICLES 33(2)-33(3) AND THUS AS NOVELTY AND INVENTIVE STEP BECAUSE THE PRIOR ART DOES NOT TEACH, DISCLOSE NOR FAIRLY SUGGEST THE CLAIMED METHOD OF MAKING AN ANTIPERSPIRANT LIQUID COMPOSITION HAVING IMPROVED EFFICACY AND A pH VALUE OF AT LEAST 3.5 COMPRISING ALUMINUM-ZIRCONIUM ANTIPERSPIRANT ACTIVES THAT ARE REACTED WITH INSOLUBLE, STRONGLY ALKALINE STRONTIUM OR INSOLUBLE STRONGLY ALKALINE CALCIUM SALTS

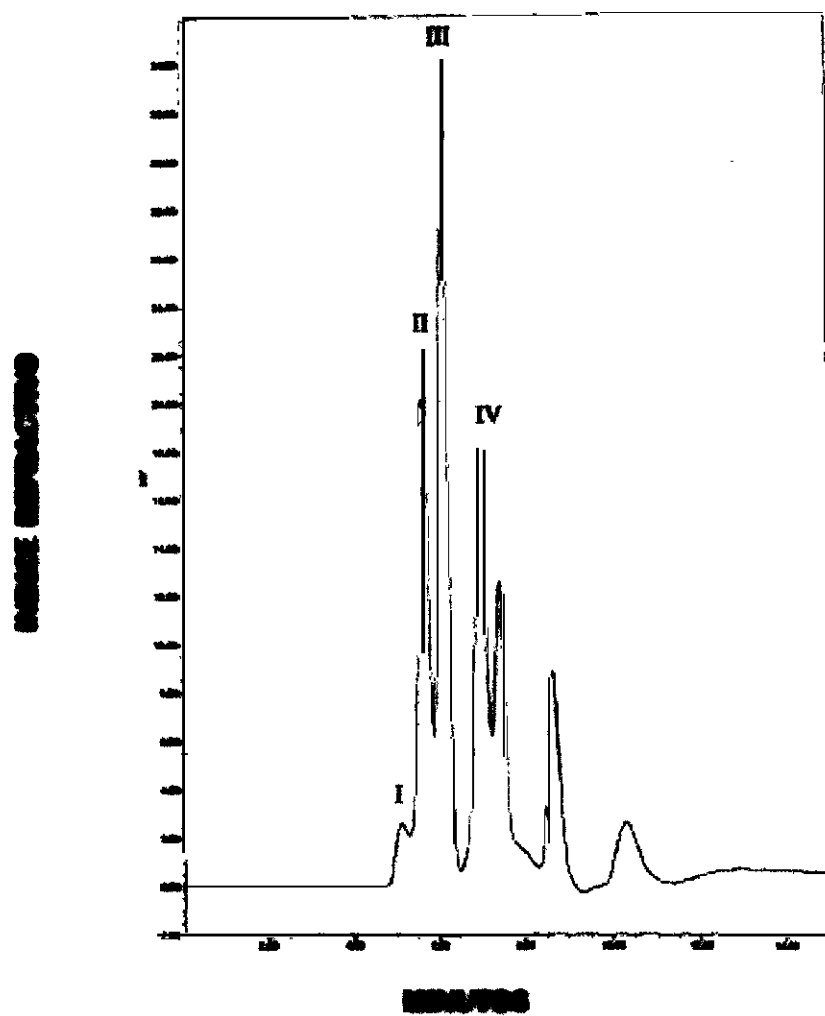
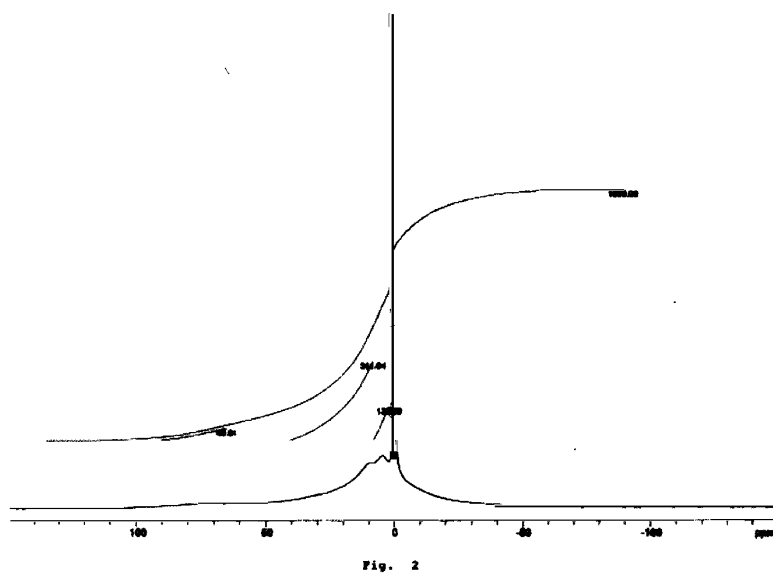


Fig. 1



A

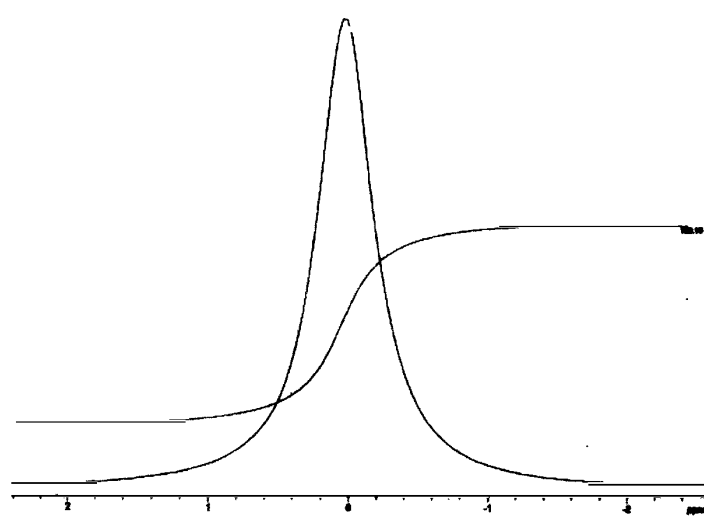
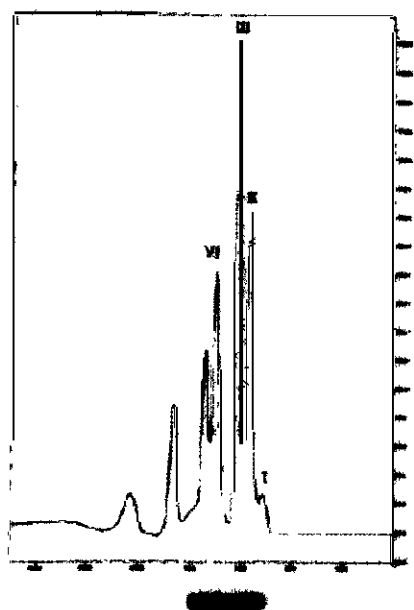
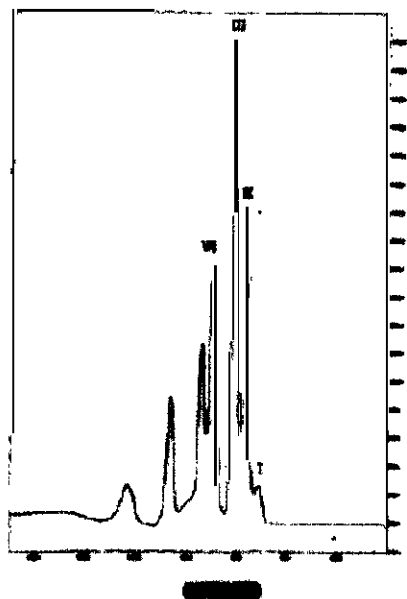


Fig. 3



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
Rad 06-120604-00000-0000
S Fec: 2006-11-29 16:00:02 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra 11 PATENTEIYII
Eve 3/9 FASENACIONALII
Act 411 PRESENTACION
Folios: 43
cio
ENCIA

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE
PCT

PATENTE DE INVENCION [X]

MODELO DE UTILIDAD []

- ◆ Indicación de que se solicita la concesión de una patente [X]
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud [X]
- ◆ Descripción de la invención [X]
- ◆ Dibujos de ser estos pertinentes []
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas [X]

COMPLETA []

INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- ◆ Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial []
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud []
- ◆ Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño []
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

ESQUEMA DE TRAZADO []

- ◆ Indicación de que se solicita el registro de un Esquema de Trazado []
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud []
- ◆ Representación gráfica del esquema trazado []
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas []

COMPLETA []

INCOMPLETA []


Firma Responsable

Fecha 29 de NOV 2006



Carrera 13 No. 27-00 Piso 5, 7 y 10
Conmutador: 3 82 08 40
Fax: 350 52 20
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia

45

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
RUBIO CAMACHO HUMBERTO

REFERENCIA	Radicación No.	6 120604
	Solicitud internacional	PCT/US2005/001697
	Fecha inicio fase nacional	28/12/2006
	Trámite	11
	Evento	379
	Actuación	430
	Oficio No.	

... 6000 1876

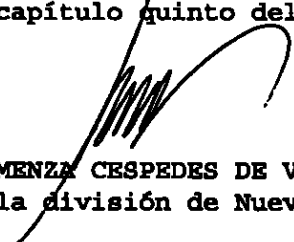
Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante. (Art. 26-k) Decisión 486.

2. La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere persona jurídica.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 09 FEB. 2007 lerazo