



00 26091

DATOS DEL SOLICITANTE

(71) Nombres y Apellidos o Razón Social UNILEVER N.V. sociedad existente y organizada de conformidad con las leyes de Holanda

No. de Identificación

Representante Legal (Persona Jurídica) JOSE ANTONIO LLOREDA

País de Domicilio Holanda

Departamento o Estado

Dirección Weena 455, 3013 AL Rotterdam, Holanda

Ciudad Rotterdam

Teléfono 44 123 4781781

(74) DATOS DEL APODERADO

Nombre JOSE ANTONIO LLOREDA

Dirección y Domicilio Calle 72 No. 5-83 Piso 6, Santafé de Bogotá, Colombia

Ciudad Santafé de Bogotá, D.C.

Teléfono 57 1 3264270

DATOS DEL INVENTOR

(72) Nombre del Inventor(es) Andrew Hopkinson y Kevin Ronald Franklin

Identificación

Dirección Los dos residen en: Unilever Research Port Sunlight, Quarry Road East, Bebington, Wirral, Merseyside CH63 3JW, Reino Unido

Ciudad Merseyside

Teléfono 44 123 4781781

DATOS DE LA PATENTE DE INVENCION

(54) Título de la Invención "COMPOSICIONES COSMETICAS"

PRIORIDAD REIVINDICADA

SI ☒ NO ☐

TIPO DE PRIORIDAD

ANDINA ☐

UNIONISTA ☒

(33) País GB

(32) Fecha 12-04-99

(31) No. Solicitud 9908212.5 ✓

Para Publicar a los

☐

6 meses

☐

12 meses

☐

18 meses

a partir de la fecha de la presente Solicitud

(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL

RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA INVENCION

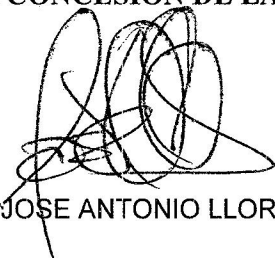
Una composición cosmética que contiene un líquido portador inmiscible en agua y un estructurante de éste el cual es eficaz para gelificar la composición luego del enfriamiento desde una temperatura a la cual el estructurante es una solución móvil en el portador líquido. El portador líquido puede servir como una fase continua en la cual va suspendida una fase dispersa sólida ó líquida. El estructurante es un sacárido parcial ó totalmente esterificado que contiene no más de ocho residuos monosacárido y tiene una entalpía de gelificación en el portador líquido con una magnitud de por lo menos 45 kJ/mol. Esta entalpía de gelificación mínima facilita el procesamiento a temperaturas convenientemente accesibles y promueve estabilidad.

ANEXOS DE LA SOLICITUD

Certificado de Existencia y Representación Legal cuando el solicitante sea Persona Jurídica	☐
Los poderes debidamente otorgados, o mención de su protocolización ante la S.I.C. 12.817	☒
Recibo de la tasa respectiva \$608.000,00	☒
Recibo de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación	☐
Si se reivindica prioridad Andina:	
Copia dela primera solicitud	☐
Traducción oficial	☐
Si se reivindica prioridad Unionista:	
Copia certificada de la primera solicitud:	☐
Nota: Debe presentarse dentro de los tres (3) meses, contados a partir de la fecha de radicación de la solicitud posterior	
Traducción Simple	☐
Capítulo descriptivo	☒
Dibujos, planos necesarios	☐
Capítulo reivindicatorio	☒
Tarjeta archivo propietarios según formato	☒
Tarjeta archivo temático según formato	☒
Extracto para publicación según formato	☒
Arte final 12 x 12 cms. Y 6x6 cms	☐
Otros Documentos	☐
Nota: Anexo información sobre la fuente normativa de reciprocidad y petición Reconocimiento Personería	☒

SOLICITO LA CONCESIÓN DE LA PATENTE DE INVENCION Y DECLARO QUE LA INVENCION ES NUEVA Y DE MI PROPIEDAD

FIRMA



NOMBRE JOSE ANTONIO LLOREDA

C.C. 17.159.681 de Bogotá TP No. 10.784



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicación: 00026091 00000000

Folios: 91

Fecha (ATE): 2000-04-10 16:14:32

Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC

Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 19,991
FECHA : MARZO 27 DE 2000

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	SUCURSAL	CUENTA	No. PAGO	Vr. PAGO
LLOREDA Y CIA S. A	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	BOGOTA	050-00024-9	1000341	7,446,400.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	608,000.00
		TOTAL :	\$ 608,000.00

CON: SEISCIENTOS OCHO MIL PESOS

RESPONSABLE :



RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

ANEXO

Atentamente manifiesto a usted que la fuente normativa de la reciprocidad de la cual se deriva el derecho del solicitante para reivindicar prioridad en el presente caso, se encuentra:

- a) En el Artículo 2 del Anexo 1C, Aspectos de los Derechos de Propiedad Intelectual relacionados con el Comercio, del Acuerdo por el cual se establece la "Organización Mundial de Comercio (OMC)" suscrito en Marruecos el 15 de abril de 1994. Este acuerdo fue aprobado por el Congreso de Colombia mediante Ley 170 de 1994 y por la Corte Constitucional Colombiana mediante Sentencia C-137-95 de 28 de marzo de 1995, y entró en vigencia en nuestro país el 30 de abril de 1995, 30 días después de su ratificación.

Dicho Artículo establece que en lo que respecta a las partes II, III y IV del Acuerdo (referidas a la existencia, alcance y ejercicio de los derechos de propiedad intelectual, entre otros) los Miembros cumplirán los artículos 1 a 12 y el Artículo 19 del Convenio de París —el Artículo que establece la prioridad de las patentes de invención es el Artículo 4--

- b) En el Artículo 4 del mencionado Anexo 1C, Aspectos de los Derechos de Propiedad Intelectual relacionados con el Comercio, del Acuerdo por el cual se establece la Organización Mundial de Comercio (OMC), el cual consagra el "Trato de la nación más favorecida" para los países Miembros del mismo.
- c) En el Artículo 4 del Convenio de París, del cual ya era parte Colombia en el momento en que se presentó la solicitud cuya prioridad ahora reivindico, con lo cual se cumple la reciprocidad exigida en el Artículo 12 de la Decisión 344 del Acuerdo de Cartagena para con solicitudes provenientes de los Países Miembros del Acuerdo de Cartagena.

COMPOSICIONES COSMETICAS

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a composiciones cosméticas para aplicación a la piel humana. Las formas significativas de la invención específicamente se refieren a composiciones antiperspirantes para aplicación a la piel humana, especialmente en las axilas. Sin embargo, la invención puede también aplicarse a otras formas de composición cosmética.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION Y RESUMEN DE LA TECNICA ANTERIOR

Una amplia variedad de composiciones cosméticas para aplicación a la piel humana hacen uso de un portador líquido espesado o estructurado para aplicar color o algún otro material activo a la superficie de la piel. Un ejemplo significativo de tales composiciones cosméticas son las composiciones antiperspirantes las cuales son ampliamente usadas con el fin de hacer posible que los usuarios eviten o minimicen la aparición de parches húmedos en su piel, especialmente en las regiones axilares.

Las composiciones cosméticas se han elaborado en una variedad de formas de productos. Una de estas es la así llamada "barra" la cual es usualmente una barra de un material sólido aparentemente firme soportada dentro de un recipiente dispensador y la cual retiene su integridad y configuración estructural mientras se esté aplicando. Cuando una porción de la barra se aplica a través de la superficie de la piel, una película de la composición en barra se transfiere a la superficie de la piel. Si bien la barra tiene la apariencia de un artículo sólido capaz de retener su propia configuración durante un período de tiempo, el material usualmente posee una fase líquida estructurada, de tal modo que una

película de la composición fácilmente se transfiere desde la barra hacia otra superficie que se coloque en contacto. Entre los ejemplos de composiciones cosméticas que o bien se encuentran en el comercio o bien se pueden mercadear en forma de barra se incluyen los labiales, los protectores labiales y los lápices delineadores de las cejas. La forma en barra ha sido usada en particular para composiciones desodorantes y antiperspirantes en donde la composición incluye un material activo desodorante ó un material activo antiperspirante respectivamente.

Otra posibilidad es que una barra corresponda a una composición sólida más blanda acondicionada en un recipiente dispensador el cual en uso extruye la composición a través de uno o más aperturas.

Las barras antiperspirantes y otras composiciones cosméticas se pueden dividir en tres categorías. Las barras del tipo de suspensión las cuales contienen un material en partículas, notablemente un material activo antiperspirante en partículas, suspendido en una fase líquida portadora estructurada. Las barras del tipo de emulsión las cuales normalmente tienen una fase hidrofílica que forma una emulsión con una segunda fase líquida, más hidrofóbica. Una de las fases contiene un material activo. Las barras del tipo de solución las cuales típicamente tienen el material activo disuelto en una fase líquida estructurada; esta fase puede tratarse de un solvente orgánico o puede ser una mezcla de agua y un solvente orgánico miscible en agua. Esta clasificación en barras del tipo de suspensión, emulsión y solución puede aplicarse tanto para las composiciones firmes como para las blandas.

Además de las formas firmes y blandas de las barras, un buen número de composiciones cosméticas han tomado la forma de líquidos las cuales se formulan de modo que sean en algún grado viscosas y por lo tanto pueden vertirse y fluir más lentamente que el agua. Un ejemplo son las composiciones antiperspirantes en forma líquida, tales como aquellas aplicadas usando un aplicador del tipo de roll-on.

Hay una buena cantidad de literatura sobre la estructuración o espesamiento de composiciones cosméticas, estructuración o espesamiento frecuentemente realizado usando alguna forma de agente espesante como parte de la composición.

Ciertas composiciones presentan una viscosidad sustancial, la cual puede permitir incluso que dichas composiciones sean capaces de retener su propia forma durante un tiempo, debido a interacciones transitorias entre moléculas de un agente espesante en el líquido.

Esto es característico de composiciones que son espesadas con polímeros. El espesamiento puede atribuirse a las interacciones entre moléculas poliméricas.

Es característico de tales composiciones espesadas que su viscosidad pueda lograrse o recuperarse al dejarlas en reposo a temperatura ambiente. Si se someten a esfuerzo cortante, su viscosidad se reduce (de ahí que se describan como de adelgazamiento con esfuerzo cortante) pero la viscosidad se recupera hasta alcanzar su valor original si la composición subsecuentemente se deja en reposo a temperatura ambiente.

Las composiciones que tengan dos fases, i.e., composiciones que correspondan a una emulsión o a una suspensión, pueden también exhibir una viscosidad sustancial, incluso en el grado en que son capaces de mantener su propia configuración.

En este caso también es característico de la composición – siempre y cuando sea estable – que su viscosidad se recupere espontáneamente en el evento en que esta se redujera sometiendo la composición a esfuerzo cortante.

A las composiciones también se les ha suministrado estructura y una viscosidad o rigidez mejoradas mediante la incorporación de un

9

estructurante (también referido como gelificante ó agente gelificante) el cual hace que el líquido gelifique luego de un enfriamiento realizado desde una temperatura elevada.

La formación del gel tiene lugar a manera de un evento exotérmico dentro de un rango de temperatura conocido como el punto de gelificación o la temperatura de gelificación. Luego de volver a calentar, la fusión del gel tiene lugar como un evento endotérmico dentro de cierto rango de temperatura. Cuando el gel se funde, el estructurante queda en solución dentro del líquido. Tales geles pueden romperse aplicando esfuerzo cortante y no recuperarán su viscosidad durante un largo tiempo, a menos que se vuelva a fundir, aunque puede observarse una pequeña recuperación parcial.

Un material bien conocido para formar geles es el ácido 12-hidroxiesteárico el cual se discute en Terech et al "Organogels y Aerogels of Racemic and Chiral 12-hidroxy octadecanoic Acid", Langmuir Vol 10, 3406-3418, 1994. El material es comercialmente disponible gracias a Ajinomoto y Caschem.

Las patentes US-A-5750096 y US-A-5489276 son dos de muchos documentos en donde se describe que la gelificación puede llevarse a cabo usando ésteres ó amidas del ácido 12-hidroxiesteárico.

En estos documentos, especialmente en el último, se describe la propuesta de mejorar la eficacia del ácido 12-hidroxiesteárico o de otros gelificantes mediante la inclusión de un "agente de nucleación". Se sugiere un espectro de posibilidades para el agente de nucleación, dentro del cual se incluye el uso de sacarosa esterificada. La única función atribuida a dicho material es la de modificar o promover la acción de gelificación de un segundo material.

La gelificación con un material del tipo de las ceras, especialmente con

alcohol estearílico, se ha mencionado en un gran número de documentos. La patente mundial WO-A-98/43605 es un ejemplo reciente.

Las amidas y ésteres de N-acil aminoácidos son también conocidas como líquidos estructurantes. Hemos establecido que estos compuestos son estructurantes en la medida en que forman redes fibrosas. Tales compuestos se encuentran descritos en la Patente de los Estados Unidos No. 3 969 087. La di-n-butilamida del ácido N-Lauroil-L-glutámico es comercialmente disponible gracias a Ajinomoto bajo su nombre de GP-1.

Otros materiales que han sido revelados como agentes gelificantes son los derivados amida de ácidos carboxílicos di y tribásicos descritos en la patente WO 98/27 954, notablemente las alquil N,N'-dialquil succinamidas.

Otro ejemplo de material que puede utilizarse para llevar a cabo la gelificación de un líquido portador hidrofóbico es el lanosterol, como se describe en la patente mundial WO 97/11678 en donde se usa en la preparación de geles opacos blandos a manera de composiciones antiperspirantes. La WO 98/34 588 también describe el uso del lanosterol como gelificante para composiciones cosméticas basadas en aceites.

RESUMEN DE LA INVENCION

Hemos establecido que cuando un gel se forma, la solución del estructurante en un líquido puede super-enfriarse antes de que comience la gelificación, y en consecuencia la temperatura de gelificación del gel puede ser superior a la temperatura de formación del gel. Si la formación del gel tiene lugar en una solución quiescente del estructurante, el grado de super-enfriamiento puede ser sustancial. Hemos observado que éste varía de un estructurante a otro.

Sin embargo, si el estructurante está siendo usado para preparar un producto en donde un constituyente tal como una fase dispersa se mezcla dentro de un líquido caliente antes de la formación del gel, hemos encontrado la probabilidad de que sea necesario efectuar dicha operación de mezcla a una temperatura a la cual el estructurante sea completamente soluble en el líquido. Si se realiza un intento para mezclar la composición a una temperatura a la cual se presenta cierto superenfriamiento, es probable que la operación de mezclado induzca el comienzo de la gelificación.

Como una consecuencia de lo anterior, cuando se vaya a preparar composiciones líquidas estructuradas que contengan un estructurante para gelificar el líquido, todos los constituyentes de la composición deberán someterse a una temperatura lo suficientemente alta para disolver el agente estructurante.

Hemos encontrado ahora que pueden proporcionarse propiedades ventajosas al igual que un procesamiento ventajoso si se utiliza como agente gelificante un sacárido esterificado que tenga una entalpía de gelificación de por lo menos 45 kilojoules per mol.

De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición cosmética que comprende un portador líquido inmiscible en agua y un estructurante de éste el cual es eficaz para gelificar la composición luego del enfriamiento desde una temperatura a la cual el estructurante es una solución móvil en el portador líquido, composición caracterizada en cuanto que el estructurante es un sacárido parcial o totalmente esterificado que contiene no más de ocho residuos monosacárido y tiene una entalpía de gelificación en el líquido portador de por lo menos 45 kJ/mol, preferiblemente de por lo menos 48 kJ/mol ó 50 kJ/mol.

La entalpía de gelificación puede determinarse mediante la calorimetría por escaneo diferencial (DSC, sigla en inglés).

Hemos encontrado que si la entalpía de gelificación es alta (45 kJ por mol, o más), las composiciones pueden prepararse con dos ventajas. Una es que una composición puede prepararse usando temperaturas de procesamiento moderadas (lo cual se ha demostrado, es importante). La otra ventaja es que el gel resultante es estable. En contraste, si la entalpía de gelificación es baja, se pueden presentar una o las dos desventajas. Pueden necesitarse temperaturas de procesamiento más altas y/o puede formarse un gel pero luego sufrirá una progresiva transformación indeseable durante el almacenamiento, tales como la aparición y crecimiento de cristales, el ablandamiento de la composición o la salida de líquido de ésta.

Aunque la entalpía de gelificación es una propiedad conjunta del estructurante y del portador líquido, hemos encontrado que es predominantemente una propiedad del estructurante. En consecuencia, la medición de la entalpía de gelificación en uno ó varios líquidos representativos tiene un gran valor como técnica (la cual puede llevarse a cabo con una pequeña muestra y usando un aparato standard) para evaluar lo apropiado que puede resultar el uso de un estructurante candidato. Puede ser deseable efectuar una medición en uno cualquiera de los diversos líquidos representativos, en la medida en que ciertos estructurantes no gelifican todos los líquidos portadores hidrofóbicos. Sin embargo, hemos encontrado que una mezcla 80:20 % p/p de decametil ciclopentasiloxano y alcohol isoestearílico es generalmente apropiada cuando se vaya a evaluar la apropiabilidad de un potencial estructurante del tipo de sacárido esterificado.

Por lo tanto, en un segundo aspecto, la presente invención proporciona una composición cosmética que comprende un líquido portador inmiscible en agua y un estructurante de éste el cual es eficaz para gelificar la composición luego del enfriamiento desde una temperatura a la cual el estructurante es una solución móvil en el portador líquido, composición caracterizada en cuanto que el estructurante es un sacárido

parcial o totalmente esterificado que contiene no más de ocho residuos monosacárido, estructurante que es capaz de gelificar una mezcla 80:20 % p/p de decametil ciclopentasiloxano y alcohol isoestearílico con una entalpía de gelificación de por lo menos 45 kJ/mol, preferiblemente por lo menos de 48 kJ/mol ó 50 kJ/mol.

El estructurante del tipo de sacárido esterificado generalmente deberá ser uno que exista en la forma de una red de fibras o filamentos dentro del líquido portador inmiscible en agua.

Preferiblemente, el estructurante contiene por lo menos dos pero no más de cinco residuos monosacárido y se encuentra esterificado en la mayoría los grupos hidroxilo.

Preferiblemente, el número promedio de átomos de carbono en los grupos acilo esterificantes es de por lo menos 6, mejor aún entre 6 - 8 y hasta 18 átomos de carbono.

Una composición acorde con la presente invención puede tratarse de una solución estructurada en donde el ingrediente activo o el colorante va disuelto en el portador líquido, o puede tratarse de una composición con una segunda fase dispersa, ya sea a manera de una suspensión con un ingrediente activo sólido disperso en el portador líquido o a manera de una emulsión con una segunda fase líquida dispersa en el portador líquido. La segunda fase líquida puede entonces tratarse de una solución de un ingrediente activo antiperspirante en un solvente hidrofílico.

Una composición acorde con la presente invención puede tomar la forma de un gel firme con aparente rigidez, o la forma de un gel sólido blando el cual es capaz de retener su propia configuración durante un tiempo (por ejemplo cuando se saque de un molde sin someterlo a un esfuerzo cortante) pero el cual fácilmente se deforma al presionarlo con la mano. Preferidas dentro de la presente invención son las composiciones que

exhiban suficiente rigidez y que puedan considerarse como sólidos firmes. La dureza de tales composiciones puede medirse con un penetrómetro, de la manera como se describirá en detalle más adelante.

Ciertas formas preferidas de composiciones acordes con la presente invención son aquellas que son translúcidas o transparentes. Tal como es ya conocido, las composiciones translúcidas o transparentes pueden obtenerse siempre que sea posible compatibilizar (igualar) los índices de refracción de las diferentes fases constituyentes presentes en la composición.

Hemos encontrado que las composiciones acordes con la presente invención, las cuales corresponden a novedosas emulsiones transparentes o translúcidas, pueden obtenerse formulando la composición de modo que satisfaga dos criterios. En primer lugar, la fase dispersa y la fase continua (compuesta por el líquido portador inmiscible en agua y el estructurante contenido dentro de dicho líquido) deberán formularse de modo que sus índices de refracción sean compatibles. El índice de refracción de la fase continua deberá tener un valor lo más cercano posible al índice de refracción del líquido portador inmiscible en agua presente en dicha fase. Con el fin lograr una excelente transmisión de la luz a través de una composición, el índice de refracción de la fase continua inmiscible agua y el índice de refracción de la fase dispersa deberán ser compatibles o igualados de modo que sus valores estén en el rango entre $\pm 0,003$ unidades, preferiblemente $\pm 0,002$ unidades. En segundo lugar, los índices de refracción igualados de estas dos fases deberán encontrarse en un rango el cual es aproximadamente igual al índice de refracción del estructurante. La estrecha compatibilidad requerida dependerá del estructurante que se vaya a utilizar. El índice de refracción de un estructurante puede determinarse elaborando composiciones de prueba como se explicará en detalle más adelante. Tal investigación también demostrará qué tan cerca el índice de refracción

del líquido deberá encontrarse respecto del índice de refracción del estructurante para que se de dicha compatibilidad.

Una composición de la presente invención generalmente se mercadeará en un recipiente por medio del cual puede aplicarse al momento de su uso. Ese recipiente puede ser del tipo convencional.

Otro aspecto de la invención por lo tanto proporciona una composición cosmética que comprende un recipiente dispensador que tiene por lo menos una apertura para administrar el contenido del recipiente, medios para impulsar el contenido del recipiente hacia dicha apertura o aperturas, y una composición acorde con cualquiera los aspectos previos de la invención en el recipiente. Se prefiere que una composición de la presente invención sea suficientemente rígida para ser acondicionada a manera de un producto en barra en un recipiente dispensador que tiene un extremo abierto en el cual una porción terminal de la barra de composición se expone para su uso.

Las composiciones de la presente invención pueden producirse mediante procesos en los cuales la composición se obtiene a manera de un líquido móvil a una elevada temperatura y se deja enfriar para permitir la formación del gel.

Por consiguiente, de acuerdo con un aspecto más de la presente invención, se proporciona un proceso para la producción de una composición antiperspirante que comprende, no necesariamente en algún orden, los pasos de

- incorporación de un estructurante del tipo de sacárido esterificado dentro de un vehículo portador líquido inmiscible en agua,
- mezclado opcional del vehículo portador líquido con una fase sólida o líquida dispersa,

- calentamiento del vehículo portador líquido ó de una mezcla que lo contenga a una temperatura elevada a la cual el estructurante es soluble en el vehículo portador líquido inmiscible en agua,

apropiadamente seguido por

- introducción de la mezcla en un molde el cual preferiblemente es un recipiente dispensador, y luego
- enfriamiento o permitir que la mezcla se enfríe a una temperatura a la cual ésta se espesa o solidifica.

En la presente invención es posible, y de hecho preferido, que el paso de mezclado con una fase dispersa, y cualquiera de los pasos subsecuentes, se lleven a cabo a una temperatura no superior a 90°C y posiblemente no mayor a 85°C.

Puede ser factible mantener dichas temperaturas por debajo de los valores indicados a través de todo el proceso.

De acuerdo a un aspecto más de la presente invención, se proporciona un método para prevenir o reducir la perspiración en la piel humana que comprende la aplicación tópica a la piel de una composición como las anteriormente descritas, composición que comprende un ingrediente activo antiperspirante, un vehículo portador líquido inmiscible en agua y un estructurante de éste del tipo de sacárido esterificado.

DESCRIPCION DETALLADA Y PRACTICAS PREFERIDAS

La medición de la entalpía de gelificación puede efectuarse usando una pequeña muestra y las técnicas DSC estándares.

La medición deberá llevarse a cabo a una rata de enfriamiento lenta y

promover la consistencia en las mediciones, deberá, en lo posible, llevarse a cabo con la concentración en un rango estandarizado o aproximado a un valor estándar.

Hemos preferido realizar la medición a una concentración de estructurante en el líquido no superior al 8% en peso, preferiblemente desde 3%, mejor aún 6%, y hasta un 8% en peso. Los resultados a tales concentraciones generalmente son una estrecha aproximación a los resultados a una concentración estandarizada de 7,5% en peso.

Para el caso de un estructurante que no pueda disolverse a tal concentración, una concentración alternativa estandarizada podría ser del 3% en peso.

Puede primero elaborarse un gel por calentamiento y enfriamiento, y sellarse una muestra de gel en una cápsula del calorímetro. Alternativamente, las cantidades (en peso) apropiadas de líquido y estructurante podrían sellarse en una cápsula de calorímetro, calentarse y dejarse enfriar hasta formar un gel dentro de la cápsula.

En un procedimiento preferido, se prepara un gel que contiene de 7 a 7,5% en peso de agente estructurante. Se pesan aproximadamente 20 mg del gel (por ejemplo, entre 18 y 22 mg) en una cápsula de calorímetro y se sella. Luego se calienta a 10 K/minuto a una temperatura a la cual se conozca que el agente estructurante es completamente soluble en el líquido, se mantiene durante un minuto a esta temperatura y luego se toma un escaneo DSC mientras se enfría a una rata de 2K/minuto.

El escaneo se repite con una cápsula que contiene aproximadamente 20 mg de decametil ciclopentadisiloxano y de conformidad con la técnica DSC normal, los datos recolectados con el líquido solo (multiplicados por un factor de escala, si es necesario) se substraen de los datos recolectados con el gel, de modo que la exoterma de la formación del gel aparezca

como el punto de partida de los valores iniciales de referencia exactos. La entalpía corresponderá al área entre los valores pico y los de referencia.

Hemos encontrado que lo anterior es apropiado para efectuar mediciones, tanto en el gel como en el líquido solo, en un amplio rango de temperaturas, tales como desde -50°C hasta $+150^{\circ}\text{C}$ si se tiene en cuenta la exactitud de sustraer una medición de otra.

Para los cálculos se asume que la exoterma (calor liberado durante la formación del gel) está en función de la cantidad total de agente estructurante presente.

Estructurante

Se sabe que un buen número de compuestos orgánicos poseen la capacidad de gelificar líquidos orgánicos hidrofóbicos tales como los hidrocarburos inmiscibles en agua y/o los aceites de silicona gracias a la formación de una red de fibras o filamentos los cuales se extienden a través de todo el líquido, gelificando de esta manera el líquido. Tales materiales son generalmente no poliméricos, y más bien se tratan de monómeros o dímeros con pesos moleculares por debajo de 10 000, más no de polímeros con más de 8 unidades repetidas o con pesos moleculares superiores a 10 000.

Materiales con tal propiedad han sido reseñados por Terech y Weiss en "Low Molecular Mass Gelators of Organic Liquids and the Properties of their Gels" Chem. Rev 97, 3133-3159 [1997] y por Terech en el Capítulo "Low-weight Molecular Organogelators" del libro "Specialist surfactants" editado por I D Robb, Blackie Academic Professional, 1997.

Es característico de tales estructurantes que:

- sean capaces de gelificar el líquido orgánico en ausencia de cualquier fase dispersa
- los líquidos estructurados sean obtenibles por enfriamiento desde una temperatura elevada a la cual el estructurante está en solución en el líquido – en donde dicha solución es móvil y vertible
- el líquido estructurado se torne más móvil si se somete a esfuerzo cortante
- la estructura no se recupere espontáneamente dentro de las 24 horas siguientes si el líquido sometido a esfuerzo cortante se deja en reposo a temperatura ambiente, si bien puede observarse una pequeña recuperación parcial
- la estructura puede recuperarse si se vuelve a calentar a una temperatura a la cual el estructurante se encuentra en solución en el líquido, y permitiendo que se vuelva a enfriar a temperatura ambiente.

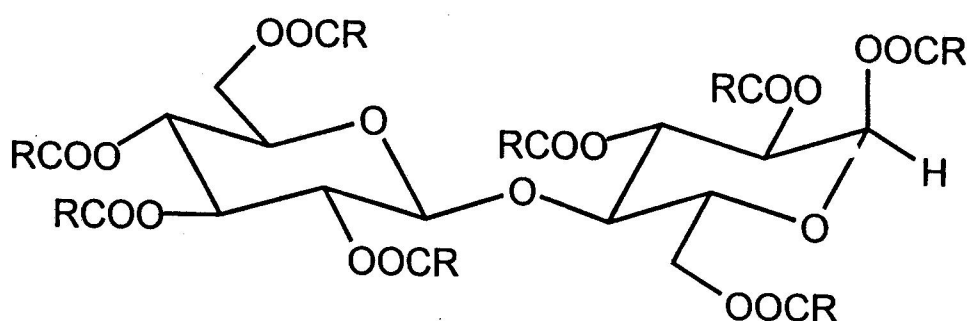
Parece que tales estructurantes funcionan gracias a interacciones las cuales son permanentes a menos que se rompa la estructura por esfuerzo cortante o por calentamiento. Tales estructurantes funcionan por formación de una red de filamentos o fibras que se extienden a través de todo el líquido gelificado. En ciertos casos, estas fibras pueden observarse mediante microscopía electrónica aunque en otros casos, la observación de las fibras que se creen están presentes no se puede realizar por dificultades prácticas en la preparación de un apropiado espécimen. Cuando se observan, las fibras en un gel son generalmente delgadas (diámetro inferior a $0,5 \mu$, con frecuencia menor de $0,2 \mu$) y parecen tener numerosas ramificaciones e interconexiones.

Con base en nuestras observaciones realizadas usando la calorimetría de escaneo diferencial, creemos que las redes fibrosas están compuestas por

material cristalino. Las fibras cristalinas puede o no tener la misma polimorfía a manera de cristales macroscópicos obtenidos por cristalización convencional a partir de un solvente.

Un novedoso estructurante el cual es el objeto de una solicitud de patente co-pendiente y que puede ser usado en la presente invención es un éster de la celobiosa y un ácido graso, preferiblemente de 6 a 13 átomos de carbono, especialmente de 8 a 11 átomos de carbono. Preferiblemente, la celobiosa se encuentra completamente esterificada, o puede estarlo en su vasta mayoría, y se encuentra en la forma α -anomérica.

La estructura de tal compuesto en su forma α -anomérica es:



en donde R es una cadena alquílica ó alquenílica de 5 a 12 átomos de carbono de tal modo que el grupo acilo contiene de 6 a 13 átomos de carbono. Los grupos acilo particularmente preferidos incorporan una cadena alquílica lineal de 7 a 9 ó de 10 átomos de carbono y corresponden por consiguiente a octanoil, nonanoil, decanoil ó a undecanoil.

Los grupos acilo puede poseer una mezcla de longitudes de cadena pero se prefiere que sean similares en cuanto a su tamaño y estructura. Por consiguiente, se prefiere que todos los grupos acilo sean alifáticos y por lo menos el 90% de los grupos acilo tengan una longitud de cadena dentro de un rango tal que la diferencia entre las longitudes de cadena más

cortas y más largas no sea mayor a dos átomos de carbono, i.e. una longitud en un rango que vaya desde $m - 1$ hasta $m + 1$ átomos de carbono en donde el promedio de la longitud m de cadena de los grupos acilo posee un valor en un rango entre 7 – 10, ó puede ser de 11. Es probable que los materiales comercialmente disponibles que tengan dichos grupos acilo incluyan un pequeño porcentaje de grupos acilo que difieren de la mayoría y puedan tener una cadena ramificada en lugar de una lineal. Por lo tanto, es probable que más del 90% pero menos del 100% de los grupos acilo cumplan con el criterio deseado de longitud de cadena en un rango que vaya desde $m - 1$ hasta $m + 1$ átomos de carbono.

Compuestos con grupos acilo alifáticos lineales pueden obtenerse de fuentes naturales, en cuyo caso el número de átomos de carbono en el grupo acilo es probable que sea un número par, o pueden corresponder a derivados sintéticos del petróleo a manera de materia prima en cuyo caso se encontrarán a disposición longitudes de cadenas con números pares o impares de átomos de carbono.

Son bien conocidos los métodos de síntesis para la esterificación de los sacáridos. La esterificación de la celobiosa ha sido descrita por Takada et al en *Liquid Crystals*, (1995) Volume 19, pages 441-448. En este artículo se describe un procedimiento para la producción de los octa-alcanoatos de los alfa-anómeros de la celobiosa por esterificación de la β -celobiosa usando un ácido alcanoico junto con el anhídrido trifluoroacético.

Para los efectos de la presente invención, el estructurante es un material seleccionado de la categoría antes descrita, pero escogido de tal manera que también satisfaga el criterio de una entalpía de gelificación que no sobrepase los 45 kilojoules por mol.

Líquido Portador

El líquido portador inmiscible en agua presente en la fase continua comprende un material o una mezcla de materiales los cuales son relativamente hidrofóbicos de modo que son inmiscibles en agua. Ciertos líquidos hidrofílicos pueden incluirse en el portador, a condición de que la mezcla total de líquidos portadores sea inmiscible en agua. Generalmente, se desea que dicho portador sea líquido (en ausencia de estructurante) a temperaturas de 15°C y superiores. Puede exhibir algún grado de volatilidad pero su presión de vapor generalmente deberá ser inferior a 4 kPa (30 mm Hg) a 25°C de tal manera que el material puede referirse o considerarse como un aceite o una mezcla de aceites. Mas específicamente, es deseable que por lo menos el 80% en peso del líquido portador hidrofóbico esté conformado por materiales con una presión de vapor no mayor al valor mencionado de 4 kPa a 25°C.

Se prefiere que el material portador hidrofóbico incluya una silicona líquida volátil, i.e., un poliorganosiloxano líquido. Para que sea clasificado como "volátil" tal material deberá tener una presión de vapor medible a 20 o 25°C. Típicamente, la presión de vapor de una silicona volátil cae en un rango que va desde 1 - 10 Pa y hasta de 2 kPa a 25°C.

Resulta deseable incluir la silicona volátil debido a que proporciona una sensación "más seca" a la película aplicada después de que la composición se administre a la piel.

Los poliorganosiloxanos volátiles puede ser lineales ó cíclicos, o pueden tratarse de una mezcla de éstos. Entre los siloxanos cíclicos preferidos se incluyen los polidimetilsiloxanos y particularmente aquellos que contienen de 3 a 9 átomos de silicio y preferiblemente no más de 7 átomos de silicio y mejor aún de 4 a 6 átomos de silicio, los cuales normalmente son referidos como ciclometiconas. Entre los siloxanos lineales preferidos se incluyen los polidimetilsiloxanos que contiene

desde 3 hasta 9 átomos de silicio. Los siloxanos volátiles normalmente exhiben por si mismos viscosidades menores de 10^{-5} m²/sec (10 centistokes), y particularmente superiores a 10^{-7} m²/sec (0,1 centistokes). Los siloxanos lineales normalmente exhiben un viscosidad menor a 5×10^{-6} m²/sec (5 centistokes). Las siliconas volátiles pueden también comprender siloxanos cíclicos ó lineales ramificados tales como los siloxanos lineales o cíclicos anteriormente mencionados sustituidos con uno ó más grupos $-O-Si(CH_3)_3$ pendientes (que penden). Entre los ejemplos de aceites de silicona comercialmente disponibles se incluyen aquellos aceites que tienen designaciones gradadas como 344, 345, 244, 245 y 246, los cuales son producidos por Dow Corning Corporation; la Silicona 7207 y la Silicona 7158, producidas por Union Carbide Corporation; y la SF1202 de General Electric.

El portador hidrofóbico empleado en composiciones acordes con la presente invención puede alternativamente, o adicionalmente, comprender aceites de silicona no volátiles, entre los cuales se incluyen los polialquil siloxanos, los polialquilaril siloxanos y los copolímeros poliétersiloxano. Estos aceites se pueden apropiadamente seleccionar entre dimeticona y copolios de dimeticona. Entre los aceites de silicona no volátiles comercialmente disponibles se incluyen los materiales de las series Dow Corning 556 y Dow Corning 200.

El líquido portador inmiscible en agua puede contener de 0 a 100% en peso de uno ó más siliconas líquidas. Preferiblemente, deberá existir suficiente silicona líquida para proporcionar por lo menos 10%, mejor aún por lo menos 15%, en peso de la composición completa. Si se usa aceite de silicona, la silicona volátil preferiblemente estará en un rango entre 20% posiblemente de 30 - 40% o hasta el 100% del peso del líquido portador inmiscible en agua. En muchos casos, cuando un aceite de silicona no volátil está presente, su proporción en peso frente al aceite de silicona volátil se escoge en el rango entre 1:3 y 1:40.

Los líquidos hidrofóbicos libres de silicio pueden usarse en lugar de, o mejor aún, además de, las siliconas líquidas. Entre los líquidos orgánicos hidrofóbicos libres de silicio que pueden incorporarse se incluyen los hidrocarburos alifáticos líquidos tales como los aceites minerales o los poliisobutenos hidrogenados, con frecuencia seleccionados de modo que exhiban una baja viscosidad. Ejemplos de hidrocarburos líquidos son el polideceno y las parafinas e isoparafinas de por lo menos 10 átomos de carbono.

Otros portadores hidrofóbicos son los ésteres líquidos alifáticos o aromáticos.

Otros ésteres alifáticos apropiados son los que contienen por lo menos un grupo alquil de cadena larga, tales como los ésteres obtenidos a partir de alcanos $C_1 - C_{20}$ esterificados con un ácido alcanoico $C_8 - C_{22}$ ó con un ácido alcanodioico $C_6 - C_{10}$. Las porciones moleculares alcohol y ácido, o las mezclas de éstos, se seleccionan preferiblemente de tal manera que posean cada uno un punto de fusión inferior a 20°C . Entre estos ésteres se incluyen el miristato de isopropilo, miristato de laurilo, palmitato de isopropilo, sebacato de diisopropilo y adipato de diisopropilo.

Entre los ésteres aromáticos líquidos apropiados, preferiblemente con un punto de fusión inferior a 20°C , se incluyen los alquilbenzoatos grasos. Entre los ejemplos de tales ésteres se incluyen los alquilbenzoatos $C_8 - C_{18}$ apropiados ó las mezclas de éstos.

Casos adicionales de portadores hidrofóbicos apropiados son los éteres alifáticos líquidos obtenidos a partir de por lo menos un alcohol graso, tales como los derivados miristil éter v.g., PPG-3 miristil éter ó los alquil éteres de cadena corta de poliglicoles tales como el PPG-14 butil éter.

Alcoholes alifáticos los cuales son sólidos a 20°C , tales como el alcohol estearílico, preferiblemente están ausentes, o presentes en

concentraciones bajas como por ejemplo menos del 5% en peso de la composición total, en razón a que estos conducen a la formación de depósitos blancos visibles cuando se usen en una composición.

Sin embargo, pueden emplearse aquellos alcoholes alifáticos los cuales son líquidos a 20°C. Entre estos se incluyen los alcoholes de cadena ramificada con por lo menos 10 átomos de carbono tales como el alcohol isoestearílico y el octildodecanol.

Los materiales muy polares preferiblemente se excluyen, y si están presentes, lo hacen solamente en una pequeña cantidad en el líquido portador inmiscible en agua. Por lo tanto, y preferiblemente, este líquido o mezcla de líquidos contiene no más de 10% de su propio peso, mejor aún, no más de 5%, de cualquier constituyente que corresponda a un compuesto miscible en agua.

Los líquidos libres de silicio pueden constituir entre el 0 y 100% del líquido portador inmiscible en agua, pero se prefiere que un aceite de silicona esté presente y que la cantidad de componentes libres de silicio preferiblemente constituyan hasta el 50 ó 60% y en muchos casos 10 - 15% y hasta 50 - 60% en peso del portador líquido.

Si cualquiera de los líquidos orgánicos libres de silicio y que contienen oxígeno se incluyen en el líquido portador hidrofóbico, la cantidad de éstos probablemente no superará el 70% en peso del portador líquido. Pequeñas cantidades, que oscilan entre 20, 30 ó 35% en peso, probablemente son las que se deban utilizar.

El portador líquido deberá ser compatible con el estructurante. Si el estructurante es demasiado soluble ó si por el contrario es muy insoluble en el portador líquido. Este hecho puede hacer que fracase la formación del gel y el portador líquido deberá modificarse para alterar su polaridad.

Fase Líquida Dispersa

Si la composición es una emulsión en la cual el sacárido esterificado actúa como un estructurante en la fase continua, la emulsión contendrá una fase dispersa más polar. La fase dispersa puede ser una solución de un ingrediente activo.

La fase dispersa hidrofílica en una emulsión normalmente comprende agua como solvente y puede comprender uno ó más líquidos solubles ó miscibles en agua además de, ó en reemplazo, del agua. La proporción de agua en una emulsión acorde con la presente invención se selecciona con frecuencia en el rango de hasta 60%, y particularmente desde 10% hasta 40% ó 50% de la formulación total.

Una clase de líquidos solubles o miscibles en agua es la comprendida por alcoholes monohídricos de cadena corta, v.g. C_1 - C_4 y especialmente etanol ó isopropanol, los cuales pueden impartir cierta capacidad desodorizante a la formulación. Una clase adicional de líquidos hidrofílicos es la que comprende dioles ó polioles preferiblemente con un punto de fusión inferior a 40°C , ó que sean miscibles en agua. Entre los ejemplos de líquidos solubles o miscible en agua con por lo menos un grupo hidroxilo libre se incluyen el etilenglicol, el 1,2-propilenglicol, el 1,3-butilenglicol, hexilenglicol, dietilenglicol, dipropilenglicol, 2-etoxietanol, dietilenglicol monometiléter, trietilenglicol monometiléter y sorbitol. Especialmente preferidos son el propilenglicol y el glicerol.

En una emulsión la fase dispersa probablemente constituirá entre 5 y 80 ó 85% del peso de la composición, preferiblemente entre 5 - 50 ó 65%, mejor aún 25 - 35% y hasta 50 ó 65%, mientras que la fase continua con el estructurante acorde con la presente invención proporciona el balance o proporción remanente: entre 15 - 35% hasta 95% del peso de la composición. Las composiciones con una alta proporción de fase dispersa v.g., desde 65 - 85% como fase dispersa, pueden conllevar

ventajas debido a que la gran proporción de fase dispersa puede hacer una contribución a la dureza.

Una composición en emulsión generalmente incluirá uno ó más tensioactivos emulsificantes los cuales pueden tratarse de tensioactivos aniónicos, catiónicos, zwitteriónicos y/o no iónicos. La proporción de emulsificante en la composición con frecuencia se selecciona en el rango de hasta 10% en peso y en muchos casos desde 0,1 ó 0,25 hasta 5% en peso de la composición. Lo más preferido es una cantidad situada entre 0,1 ó 0,25 hasta 3% en peso. Los emulsificantes no iónicos son frecuentemente clasificados según su valor HLB. Resulta deseable usar un emulsificante ó una mezcla de emulsificantes con un valor HLB total en un rango entre 2 - 10, preferiblemente entre 3 - 8.

Puede ser conveniente usar una combinación de dos ó más emulsificantes que tengan diferentes valores HLB por encima y por debajo del valor deseado. Mediante el empleo de dos emulsificantes combinados en la proporción apropiada, es factible obtener un valor HLB promedio ponderado que promueva la formación de una emulsión.

Muchos de los emulsificantes apropiados con alto HLB son emulsificantes del tipo de éster ó éter no iónicos que comprenden una porción molecular polioxialquileo, especialmente una porción molecular polioxietileno que con frecuencia contiene desde aprox. 2 - 80, y especialmente 5 - 60 unidades oxietilénicas, y/o contienen un compuesto polihidroxilado tal como glicerol ó sorbitol u otro alditol como porción molecular hidrofílica. La porción molecular hidrofílica puede contener polioxipropileno. Los emulsificantes adicionalmente contienen una porción molecular hidrofóbica alquil, alquenil ó aralquil, que normalmente contiene desde aprox. 8 - 50 carbonos y particularmente 10 - 30 carbonos. La porción molecular hidrofóbica puede ser ya sea lineal ó ramificada y se encuentra con frecuencia saturada, aunque puede ser

insaturada, y opcionalmente fluorada. La porción molecular hidrofóbica puede comprender una mezcla de longitudes de cadena, por ejemplo aquellas obtenidas a partir del sebo de animales, manteca de cerdo, aceite de palma, aceite de semillas de girasol o aceite de fríjol de soya. Tales tensioactivos no iónicos pueden también obtenerse a partir de un compuesto polihidroxilado tal como el glicerol ó el sorbitol u otros alditoles. Entre los ejemplos de emulsificantes se incluyen aquellos conocidos con los nombres de ceteareth como los ceteareth-10 a ceteareth-25, los ceteth-10-25, steareth-10-25 (v.g., alcoholes etoxilados $C_{16} - C_{18}$ con 10 - 25 residuos de etilenóxido) y estearato ó el diestearato de PEG-15-25. Otros ejemplos apropiados son los mono, di ó triglicéridos de ácidos grasos $C_{10} - C_{20}$. Ejemplos adicionales son los éteres de alcoholes grasos $C_{18}-C_{22}$ de polietilenóxidos (con 8 a 12 EO).

Entre los ejemplos de emulsificantes, los cuales típicamente tienen un valor HLB bajo, con frecuencia un valor entre 2 y 6, son los mono ó posiblemente diésteres de ácidos grasos de alcoholes polihídricos tales como glicerol, sorbitol, eritritol o trimetilolpropano. La porción molecular acilo de la grasa es con frecuencia de C_{14} a C_{22} y se encuentra saturada en muchos casos, y entre éstas se incluyen las porciones cetil, estearil, araquidil y behenil. Entre los ejemplos se incluyen los monoglicéridos del ácido palmítico ó esteárico, los mono o diésteres del sorbitol de ácidos como mirístico, palmítico ó esteárico, y los trimetilolpropano monoésteres del ácido esteárico.

Una clase particularmente deseable de emulsificantes es la que comprende los copolímeros dimeticona, esto es, dimetilpolisiloxanos modificados con polioxialquilenos. El grupo polioxialquilénico es con frecuencia un polioxietileno (POE) ó polioxipropileno (POP) ó un copolímero de POE y POP. Los copolímeros con frecuencia terminan en grupos alquílicos $C_1 - C_{12}$.

Los emulsificantes y co-emulsificantes apropiados se encuentran ampliamente disponibles bajo muchos nombres y designaciones comerciales entre las que se incluyen AbilTM, ArlacelTM, BrijTM, CremophorTM, DehydrolTM, DehymulsTM, EmerestTM, LameformTM, PluronicTM, PrisorineTM, Quest PGPRTM, SpanTM, TweenTM, SF1228, DC3225C y Q2-5200.

Ingredientes Activos Antiperspirantes

Los ingredientes activos antiperspirantes, preferiblemente se incorporan en una cantidad situada entre 0,5 - 60%, particularmente desde 5 - 30% ó 40% y especialmente desde 5 - 10% a 30 - 35% del peso de la composición total.

Los ingredientes activos antiperspirantes de uso en la presente invención se seleccionan con frecuencia entre sales astringentes activas, entre las que se incluyen en particular las sales de aluminio, de zirconio y las sales mezcladas de aluminio/zirconio, incluyendo tanto las sales inorgánicas, las sales con aniones orgánicos y los complejos. Entre las sales astringentes preferidas se incluyen las sales halohidrato y los haluros de aluminio, zirconio y aluminio/zirconio, tales como los clorohidratos.

Los halohidratos de aluminio son usualmente definidos por la fórmula general $Al_2(OH)_xQ_y \cdot wH_2O$ en donde Q representa cloro, bromo ó yodo, x varía entre 2 y 5, y en donde $x + y = 6$, mientras que wH_2O representa una cantidad variable de hidratación. Entre las sales del tipo de halohidrato de aluminio especialmente eficaces, conocidas como clorohidratos de aluminio activados, se incluyen las descritas en la solicitud de patente europea EP-A-6739 (Unilever NV et al), patente citada en las presentes especificaciones a manera de solo referencia. Algunas sales activadas no retienen su actividad mejorada en presencia del agua pero son útiles en formulaciones sustancialmente anhidras, v.g., formulaciones que no contengan una fase acuosa característica.

Los ingredientes activos basados en el zirconio pueden usualmente representarse por la fórmula empírica general: $\text{ZrO}(\text{OH})_{2n-nz}\text{Bz} \cdot w\text{H}_2\text{O}$ en donde z es una variable en el rango entre 0,9 - 2,0 de tal modo que el valor $2n-nz$ es cero ó positivo, n es la valencia de B, y B se selecciona del grupo conformado por cloruro, otros haluros, sulfamato, sulfato y mezclas de éstos. La posible hidratación en un grado variable se representa por $w\text{H}_2\text{O}$. Se prefiere que B sea cloruro y la variable z tenga un valor en el rango entre 1,5 - 1,87. En la práctica, tales sales de zirconio usualmente no se emplean solas, sino como componentes de un antiperspirante basado en una combinación de aluminio y zirconio.

Las sales de aluminio y zirconio antes mencionadas pueden tener agua coordinada y/o ligada (en enlace) en diversas cantidades y/o pueden encontrarse presentes a manera de especies, mezclas ó complejos poliméricos. En particular, las sales hidroxí zirconio con frecuencia representan un rango de sales que tienen cantidades variables del grupo hidroxilo. El clorohidrato de zirconio y aluminio puede ser particularmente preferido.

Pueden emplearse los complejos antiperspirantes basados en las sales astringentes de aluminio y/o zirconio anteriormente mencionadas. El complejo con frecuencia emplea un compuesto con un grupo carboxilato, y ventajosamente es un aminoácido. Entre los ejemplos de aminoácidos apropiados se incluyen dl-triptofano, dl-β-fenilalanina, dl-valina, dl-metionina y β-alanina, y preferiblemente glicina la cual tiene la fórmula $\text{CH}_2(\text{NH}_2)\text{COOH}$.

Es altamente deseable emplear complejos de una combinación de halohidratos de aluminio y clorohidratos de zirconio junto con aminoácidos tales como la glicina, lo cual es revelado en la patente de los Estados Unidos US-A-3792068 (Luedders et al). Algunos de aquellos complejos de Al/Zr son comúnmente denominados complejos ZAG en la literatura. Los ingredientes activos ZAG generalmente contienen

aluminio, zirconio y cloruro con una proporción de Al/Zr en un rango entre 2 - 10, especialmente de 2 a 6, una proporción de Al/Cl entre 2,1 y 0,9 y una cantidad variable de glicina.

Ingredientes activos preferidos de este tipo son aquellos producidos por Westwood, los de Summit y los de Reheis.

Otros ingredientes activos que pueden utilizarse son las sales de titanio astringentes, por ejemplo aquellas descritas en la patente de la Gran Bretaña GB 2299506A.

La proporción de sal antiperspirante sólida en una composición normalmente incluye el peso de toda agua de hidratación y de todo agente complejante que puedan estar también presentes en el ingrediente activo sólido. Sin embargo, cuando la sal activa se encuentra en solución, su peso excluye el de cualquier agua presente.

Si la composición se encuentra en la forma de una emulsión, el ingrediente activo antiperspirante quedará disuelto en la fase dispersa. En este caso, el ingrediente activo antiperspirante con frecuencia proporcionará entre 3 - 60% en peso de la fase acuosa dispersa, particularmente entre 10% - 20% y hasta 55% ó 60% de dicha fase.

Alternativamente, la composición puede tomar la forma de una suspensión en la cual el ingrediente activo antiperspirante en forma de partículas va suspendido en el líquido portador inmiscible en agua. Tal composición probablemente no tendrá ninguna fase acuosa separada presente y puede convenientemente referirse como "sustancialmente anhidra" aunque deberá entenderse que cierta agua puede estar presente ligada al ingrediente activo antiperspirante ó a manera de una pequeña cantidad de soluto dentro de los inmiscibles en la fase líquida inmiscible en agua. En tales composiciones, el tamaño de partícula de las sales antiperspirantes con frecuencia cae dentro del rango de 0,1 - 200 μm con

un tamaño de partícula promedio con frecuencia entre 3 – 20 μm . Pueden también contemplarse tanto los tamaños de partícula promedio más grandes como los más pequeños como por ejemplo entre 20 - 50 μm ó 0,1 - 1 μm .

Ingredientes Opcionales

Entre los ingredientes opcionales en las composiciones de la presente invención puede incluirse los desodorantes, por ejemplo a una concentración de hasta aprox. 10% p/p. Los ingredientes activos desodorantes apropiados pueden comprender concentraciones eficaces desodorantes de sales metálicas antiperspirantes, como también deoperfumes, y/o microbicidas, incluyendo aquí particularmente los bactericidas, tales como los aromáticos clorados, incluyendo los derivados biguanida, materiales de los cuales merecen especial mención el Irgasan DP300TM (Triclosan), TriclobanTM, y Clorhexidina. Otra clase es la comprendida por sales biguanida poliméricas tales como las disponibles en el comercio bajo la marca registrada CosmosilTM.

Entre otros ingredientes opcionales se incluyen los agentes de lavado, con frecuencia presentes en una cantidad de hasta 10% p/p los cuales ayudan en la remoción de la formulación de la piel ó de la ropa. Tales agentes de lavado son típicamente tensioactivos no iónicos tales como ésteres ó éteres que contienen una porción molecular alquílica C₉ - C₂₂ y una porción molecular hidrofílica que puede comprender un grupo polioxialquileo (POE ó POP) y/o un poliol.

Un constituyente adicional y opcional de la formulación comprende uno ó más estructurantes secundarios los cuales pueden emplearse además del sacárido esterificado - el cual corresponde al estructurante primario. La cantidad de tales estructurantes secundarios en la formulación es con frecuencia cero, y usualmente no más de 15% de la formulación. Es normalmente no superior a la cantidad de estructurante primario utilizado.

Los estructurantes secundarios empleables en la presente invención pueden ser no poliméricos ó poliméricos. Puede incluirse un alcohol graso sólido lineal y/o una cera, pero no se prefiere. Pueden incluirse estructurantes secundarios no poliméricos, tal vez aquellos agentes gelificantes con más baja entalpía de formación de gel. Los gelificantes pueden comprender dibencilideno alditos, v.g. dibencilideno sorbitol. Entre otros gelificantes apropiados se pueden incluir el lanosterol, los derivados N-acil aminoácido seleccionados, incluyendo aquí los derivados éster y amida, tales como la dibutilamida del ácido N-lauroil glutámico, los cuales son gelificantes que pueden contemplarse en conjunción con el ácido 12-hidroxiesteárico ó con un éster ó amida derivado de éste. Otros gelificantes son los derivados amida de ácidos carboxílicos di- ó tribásicos, tales como las alquil N,N' dialquilsuccinamidas, v.g. la dodecil N,N'-dibutylsuccinamida.

Entre los estructurantes poliméricos que pueden emplearse se incluyen los elastómeros del tipo de los organopolisiloxanos tales como los productos de reacción de un polisiloxano con terminación vinilo y un agente de entrecruzamiento, como también los alquilsiloxanos, los alquilsiloxanos con terminaciones polioxialquilénicas poli(metilsustituidos) ó poli(fenil sustituidos). Cierta número de poliamidas también se han discutido como estructurantes para los líquidos hidrofóbicos. Polímeros que contienen tanto grupos siloxano como hidrógeno ligados, los cuales podrían usarse como estructurantes secundarios, se han revelado en las patentes mundiales WO 97/36 572 y WO 99/06 473. En caso de que esté presente una fase acuosa dispersa, las poliacrilamidas, los poliacrilatos ó los polialquilenóxidos puede usarse para estructurar o espesar dicha fase acuosa.

Las composiciones acordes con la presente invención pueden incorporar uno o más aditivos cosméticos convencionalmente contemplables para los antiperspirantes sólidos ó o sólidos blandos. Entre tales aditivos cosméticos se pueden incluir los mejoradores de la sensación en la piel,

tales como el talco ó el polietileno finamente dividido, por ejemplo en una cantidad de hasta aprox. 10%; agentes de beneficio para la piel tales como la alantoína ó los lípidos, por ejemplo en una cantidad de hasta 5%; colorantes; agentes de refrescamiento de la piel diferentes a los alcoholes ya mencionados, tal como el mentol y los derivados del mentol, con frecuencia en una cantidad de hasta 2%. Todos los porcentajes se expresan en peso de la composición. Un aditivo comúnmente empleado es un perfume, el cual normalmente está presente a una concentración entre 0 - 4% y en muchas formulaciones de 0,25 - 2% en peso de la composición.

Composiciones Translúcidas/Transparentes

Si una composición de la presente invención se formula a manera de una emulsión, es posible diseñar la formulación de tal manera que la emulsión sea translúcida o transparente. Con el fin de lograrlo, los índices de refracción de la fase continua inmiscible en agua y el de la fase acuosa dispersa ó polar deberán igualarse entre si y el valor del índice de refracción objeto de igualación para dichas fases, deberá también aproximadamente igualarse o compatibilizarse con el índice de refracción del estructurante.

El índice de refracción de una red fibrosa de un estructurante puede determinarse usando un estructurante tal que gelifique un cierto número de aceites ó mezclas de aceites de diferentes índice de refracción. Cuando el gel resultante es transparente, el índice de refracción del aceite ó de la mezcla de aceites (índice que puede determinarse a través de técnicas de medición convencionales) corresponderá a uno que se acerque lo más estrechamente posible al índice de refracción del estructurante. Los aceites o las mezclas de aceites deberán escogerse entre aquellos que sean bien gelificados por el estructurante para evitar ciertos efectos que podrían interferir. Cuando el gel no es transparente, pero si es translúcido, este hecho señalará un índice de refracción el cual no es

precisamente compatible con el índice de refracción del estructurante, y por consiguiente indicará una cantidad de disparidad que puede ser tolerada sin pérdida de translucidez. Es probable que los índices de refracción compatibilizados (igualados) de las fases líquidas no estarán 0,07 unidades por debajo ni 0,04 unidades por encima del índice de refracción del estructurante.

Usando este método hemos determinado que el índice de refracción de un estructurante preferido, esto es del octa-nonanoato de celobiosa, cae dentro un rango entre 1,45 y 1,50, y es aproximadamente de 1,48 a 22°C. Con este estructurante hemos encontrado que el valor al cual los índices de refracción de las fases continua y dispersa deban igualarse puede encontrarse por debajo del índice de refracción del estructurante, y puede bajar aún a un valor de 1,42 ó incluso más bajo como 1,41 ó 1,40. Un valor ligeramente por encima de 1,48 también podría ser utilizable, pero es inconveniente lograrlo.

Para el caso de la fase continua, los aceites líquidos inmiscibles en agua y libres de silicio generalmente poseen índices de refracción en un rango de 1,43 – 1,49 a 22°C y pueden usarse solos ó mezclados a fin de obtener un portador líquido libre de silicio con un índice de refracción dentro de este rango. Los aceites de silicona volátiles generalmente tienen un índice de refracción ligeramente inferior a 1,40 a 22°C, pero las mezclas de líquidos portadores con índices de refracción en el rango entre 1,41 y 1,46 puede obtenerse por mezcla del aceite de silicona volátil con otros aceites. Los aceites de silicona no volátiles generalmente poseen índices de refracción entre un rango entre 1,45 y 1,48 a 22°C y esto permite incluirlos cuando así se desee.

El índice de refracción de la fase continua deberá encontrarse muy cercano al índice de refracción del portador líquido (usualmente una mezcla de portadores líquidos) el cual es su principal componente.

En el caso de la fase dispersa, una solución en agua de un ingrediente activo del tipo de una sal antiperspirante generalmente exhibirá un índice de refracción inferior a lo sumo de 1,425. El índice de refracción puede elevarse mediante la incorporación de un diol ó poliol dentro de la solución acuosa. Se cree que es novedoso el hecho de igualar o compatibilizar el índice de refracción de una fase dispersa polar con el índice de refracción de una red del estructurante dentro de una fase continua. Por otra parte, esto puede lograrse sin el uso de mucho diol ó poliol en la medida en que éstos harán que la composición se torne excesivamente pegajosa.

Si la composición de la presente invención es una fase continua gelificada sin ninguna fase dispersa, dicha composición puede hacerse transparente o translúcida igualando el índice de refracción del portador líquido al del estructurante de tipo sacárido esterificado de la manera antes discutida.

Para el caso de una composición la cual es una suspensión, la ruta hacia la obtención de una composición transparente o translúcida consiste en compatibilizar (igualar) los índices de refracción del portador líquido y del sólido suspendido con el del sacárido esterificado. En particular, los ingredientes activos antiperspirantes que sean sólidos anhidros generalmente tienen un índice de refracción sustancialmente superior a 1,50 valor que se puede bajar por hidratación, pero hemos encontrado que no es fácil obtener un ingrediente activo antiperspirante con un índice de refracción de 1,48 ó incluso inferior si el ingrediente activo se encuentra parcialmente hidratado y se pretende disminuir su índice de refracción.

Por esta razón, algo característico dentro de la presente invención es optar por la forma en emulsión de la barra antiperspirante cuando se pretenda lograr un producto transparente o translúcido.

Para efectos de la producción normalizada de composiciones con óptima

transparencia, puede resultar aconsejable monitorear los índices de refracción de las materias primas a fin de detectar la aparición de cualquier variación entre lote y lote. Si es necesario, la composición de una fase líquida puede ajustarse mediante la variación de la cantidad de un material constituyente.

Propiedades y Empaques de los Productos

Las composiciones de la presente invención son líquidos estructurados y puede tener una apariencia firme o blanda. Incluso en su forma de sólido blando, las composiciones poseen una capacidad para mantener su propia configuración, por ejemplo cuando son removidas de un molde sin someterlas a esfuerzo cortante, dichas composiciones retendrán su configuración durante por lo menos 30 segundos, normalmente por un tiempo más prolongado.

Una composición de la presente invención usualmente se mercadeará a manera de un producto que comprenda un recipiente con una cantidad de la composición acorde con la presente invención, en donde el recipiente tiene por lo menos una apertura para la aplicación de la composición, y medios para impulsar la composición dentro del recipiente hacia la apertura de aplicación. Los recipientes convencionales toman la forma de un cilindro de sección transversal oval con la apertura o aperturas de aplicación localizadas en un extremo del cilindro.

Una composición acorde de la presente invención puede ser lo suficientemente rígida como para que no sea evidentemente deformable con la presión de la mano, y deberá ser apropiada para su uso como un producto en barra en el cual una cantidad de la composición en la forma de una barra se acondiciona dentro de un recipiente cilíndrico que tiene un extremo abierto mediante el cual una porción extrema de la composición en barra se expone para su uso. El extremo opuesto del recipiente cilíndrico se encuentra cerrado.

Generalmente, el recipiente incluirá una tapa para su extremo abierto y una pieza componente la cual algunas veces se le refiere como elevador ó pistón el cual va fijado dentro del cilindro y es capaz de ofrecer un movimiento axial relativo a lo largo de éste. La composición en barra se acondiciona dentro del recipiente cilíndrico en el cilindro entre el pistón y el extremo abierto del cilindro. El pistón es usado para impulsar la barra de composición a lo largo del cilindro. El pistón y la barra de composición pueden moverse axialmente a lo largo del cilindro por presión manual en la parte inferior del pistón usando un dedo ó una barra insertada dentro del cilindro. Otra posibilidad es que un vástago adherido al pistón se proyecte a través de una ranura o ranuras en el cilindro y se use para mover el pistón y la barra de composición. Preferiblemente, el recipiente también incluye un mecanismo de transporte para mover el pistón, el cual comprende un vástago roscado el cual se extiende axialmente dentro de la barra a través de una correspondiente apertura roscada dentro del pistón, y medios montados en el cilindro que permiten la rotación del vástago. Convenientemente, el vástago se hace rotar por medio de una rueda de accionamiento con la mano montada en el cilindro en su extremo cerrado, v.g., el extremo opuesto de la apertura de aplicación.

Si una composición acorde con la presente invención es muy suave, pero aún capaz de sostener su propia configuración, dicha composición será más apropiada para ser dispensada desde un recipiente cilíndrico con ambos extremos cerrado pero uno de ellos posee una o más aperturas a través de las cuales la composición del recipiente cilíndrico puede extruirse. El número y diseño de tales aperturas corre a discreción del diseñador del empaque.

Las partes componentes de tales recipientes son con frecuencia fabricadas de materiales termoplásticos, por ejemplo polipropileno o polietileno.

Descripciones de recipientes apropiados, algunas de las cuales incluyen característica adicionales, se encuentran en las Patentes de los Estados Unidos Nos. 4 865 231, 5 000 356 y 5 573 341.

Medición de Propiedades

i) Penetrómetro

La dureza y rigidez de una composición la cual es un sólido firme pueden determinarse por penetrometría. Si la composición es un sólido más blando, esto mismo se podrá observar como una carencia sustancial de resistencia a la sonda del penetrómetro.

Un procedimiento apropiado es utilizar un penetrómetro PNT de laboratorio equipado con una aguja ó vástago de cera Seta (peso 2,5 gramos) la cual tiene un ángulo cónico específico en la punta de $9^{\circ}10' \pm 15'$. Se usa una muestra de la composición con una superficie superior plana. La aguja se deja caer sobre la superficie de la composición y luego se realiza una medición de la dureza en función de la penetración al permitir que la aguja junto con su soporte caigan con un peso total (v.g., el peso combinado de la aguja + el soporte) de 50 gramos durante un período de cinco segundos después del cual se anota la profundidad de la penetración.

Deseablemente, la prueba se lleva a cabo en cierto número de puntos sobre cada muestra y los resultados se promedian. Al utilizar una prueba de esta naturaleza, una dureza apropiada útil para un recipiente dispensador con extremo abierto es una penetración inferior a 30 mm en esta prueba, por ejemplo en un rango entre 2 - 30 mm, preferiblemente en un rango entre 5 mm y 20 mm.

Se siguió un protocolo específico para estas mediciones realizadas en un recipiente cilíndrico de una composición en barra. Se sacó la barra con

ayuda del mecanismo de impulsión hasta proyectarla una cierta porción respecto del extremo abierto del recipiente, y luego se cortó para dejar una superficie plana, uniforme. Se dejó caer la aguja de medición cuidadosamente sobre la superficie de la barra, y luego se realizó la medición de la dureza en función de la penetración. Este proceso se llevó a cabo en seis diferentes puntos sobre la superficie de la barra. Los valores de dureza anotados corresponden al promedio de 6 mediciones.

ii) Analizador de la textura

La dureza de un sólido más blando puede medirse usando un analizador de la textura. Esta aparato de prueba puede mover una sonda roma hacia adentro o hacia fuera de una muestra a una velocidad controlada y al mismo tiempo medir la fuerza aplicada. El parámetro que se determina como dureza, va en función de la fuerza pico y del área de indentación proyectada.

En un protocolo de prueba específico se utilizó un analizador de textura Stable Microsystems TA.XT2i. Una esfera metálica, con un diámetro de 9,5 mm, se acondicionó en la parte inferior de la celda de carga de 5 kg del *analizador de textura* de tal forma que pudiera ser usada para indentar (formar un cavidad) en una muestra colocada por debajo y sobre la placa de soporte del instrumento. Después de posicionar la muestra, la posición de la esfera se ajustó hasta que quedará justamente por encima de la superficie de la muestra. Se utilizó el software *Texture Expert Exceed* para generar el subsecuente perfil de movimiento usado en el método de prueba. Este perfil inicialmente indentó la esfera dentro de la muestra a una velocidad de indentación de 0,05 mm/s hasta que se alcanzará un fuerza predeterminada, la cual se escogió de tal forma que la distancia de penetración dentro de la muestra fuera menor al radio de la esfera. A este valor de carga, la dirección de movimiento de la esfera inmediatamente se reversó a fin de retirar la esfera de la muestra a la misma velocidad de 0.05 mm/s. Durante el curso de la prueba, los datos

que se tomaron fueron tiempo (s), distancia (mm) y fuerza (N) y la rata de toma o captura de los datos fue de 25 Hz.

Las muestras apropiadas para la medición se encontraban contenidas ya sea en recipientes para barras, los cuales tenían un mecanismo de tornillo, ó en recipientes de vidrio (beakers) de 15 ml. Para el caso de las muestras en los recipientes para barras, la barra se sacó hasta que protruyera por encima de los bordes del recipiente cilíndrico y luego se utilizó una cuchilla para rebanar la parte superior de la barra de forma que dejará una superficie uniforme plana. La barra luego se retractó dentro del recipiente tanto como fuera posible para minimizar cualquier interferencia mecánica resultante de la operación del mecanismo de tornillo en el empaque. En términos generales se hicieron dos indentaciones en cualquier lado del tornillo. Las muestras en los recipientes de 15 ml no necesitaron ninguna preparación de la superficie pero apenas tenían una suficiente área superficial para efectuar una sola prueba de indentación.

Los datos asociados con cada prueba se manejaron usando el software standard previsto para el cálculo de la dureza, H , usando la siguiente ecuación:

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

en donde F_{max} es la carga pico y A_p es el área proyectada de la indentación remanente luego de retirar la carga. Esta área puede calcularse geométricamente a partir de la profundidad de la indentación plástica. Esta es ligeramente menor a la profundidad de penetración total medida bajo carga debido a la deformación elástica de la muestra. La profundidad de indentación plástica se calcula a partir de una gráfica de profundidad de penetración total versus fuerza en el momento de retirar

la carga. La pendiente inicial de estos datos en el momento de retirar la carga depende de la recuperación elástica inicial de la muestra. La profundidad de indentación plástica se calcula con base en el punto de intersección entre el eje de fuerza cero y una línea recta trazada como tangente a la parte inicial de la pendiente sin carga.

También se hicieron mediciones similares de dureza usando una máquina de pruebas Instron Universal de escritorio (*Instron Universal Testing Machine* (Model 5566) acoplada a una celda de carga de 10 N, y los análisis de los datos se realizaron de la misma manera.

iii) Deposición y blancura del depósito

Otra prueba de las propiedades de una composición es la cantidad de composición que queda aplicada sobre una superficie cuando la composición se arrastra a través de dicha superficie (representando con esto la aplicación de un producto en barra a la piel humana). Para llevar a cabo esta prueba de deposición, una muestra de la composición con forma y tamaño estandarizados se acopla al aparato que arrastra -aplica la muestra a través de una superficie de prueba bajo condiciones estandarizadas. La cantidad transferida a la superficie se determina a manera de un incremento en el peso del substrato sobre el cual se aplica la composición. Si se desea, puede subsecuentemente determinarse el color, la opacidad o transparencia del depósito.

Un procedimiento específico para tales pruebas es el que usa un aparato para aplicar un depósito desde una barra sobre un substrato bajo condiciones estandarizadas y luego efectuar las mediciones del nivel de depósitos blancos usando técnicas de análisis de imágenes.

Los substratos usados fueron los siguientes:

a: una tira de papel abrasivo gris (lija) de 12 x 28 cm (lija 3MTM P800 WetorDryTM de Carborundum)

b: tira de 12 x 28 cm de un paño de lana negra Worsted.

Los substratos se pesaron antes de su uso. Las barras no se habían usado previamente y tenían sus superficies superiores adomadas inalteradas (no desgastadas).

El aparato estaba formado por una base plana a la cual se le acondicionó un substrato plano mediante clips localizados en los extremos. Una columna que tenía un montaje para recibir un recipiente cilíndrico de tamaño estándar, se montó en un brazo movable horizontalmente a través del substrato por medio de un pistón neumático.

Cada barra se mantuvo a la temperatura ambiente de laboratorio durante una noche antes de efectuar la medición. La barra se hizo avanzar hasta proyectar una cantidad medida respecto del recipiente cilíndrico. El recipiente cilíndrico luego se colocó en el aparato y se colocó un resorte a fin de tender la barra contra el substrato con una fuerza estandarizada. El aparato se operó de modo que la barra pasará lateralmente a través del substrato ocho veces. El substrato se removió cuidadosamente del aparato y se volvió a pesar.

Blancura del Depósito

Los depósitos obtenidos con base en la prueba anterior se evaluaron en cuanto a su blancura después de un intervalo de 24 horas aproximadamente.

Esto se realizó usando una cámara de video monocromática Sony XC77 con un lente Cosmocar de longitud focal de 16 mm posicionado verticalmente por encima de una mesa negra iluminada desde un ángulo alto usando tubos fluorescentes a fin de remover las sombras. El aparato inicialmente se calibró usando una tarjeta de cartulina gris de referencia, después de que los tubos fluorescentes se habían encendido durante un

tiempo suficiente para proporcionar una salida de luz uniforme y estable. Un paño ó un papel lija de Carborundum con un depósito sobre estos proveniente de la prueba anterior se colocó sobre la mesa y se utilizó la cámara para capturar una imagen. Se seleccionó un área de la imagen del depósito y se analizó utilizando un analizador de imágenes Kontron IBAS. Esto permitió dividir la imagen en un gran arreglo de pixeles y se midió el nivel de grises de cada pixel en una escala de 0 (negro) a 255 (blanco). Se calculó el promedio de la intensidad de grises. Esto constituyó la medida de la blancura del depósito, en donde los valores son más altos indican la presencia de un depósito más blanco. Se asumió que los números bajos correspondían a un depósito transparente que permitía ver el color del sustrato.

Se ha encontrado que es deseable llevar a cabo la deposición de una composición en barra estándar, y determinar la blancura del depósito a manera de un control.

iv) Transmisión de la luz

La translucidez de una composición puede medirse colocando una muestra de espesor estandarizado en la ruta de la luz de un espectrofotómetro para medir así la transmitancia, a manera de porcentaje de luz transmitida en ausencia del gel.

Hemos llevado a cabo esta prueba utilizando un espectrofotómetro de doble haz de luz. La muestra de la composición se vertió caliente dentro de una cubeta de 4,5 mL fabricada de polimetilmetacrilato (PMMA) y se dejó enfriar a una temperatura ambiente de 20-25°C. Tal cubeta permite la obtención de un espesor de 1 cm de composición. La medición se efectuó a 580 nm, empleando una cubeta idéntica pero vacía en el haz de referencia del espectrofotómetro, después de que la muestra en la cubeta se había mantenido durante 24 horas. Observamos que una composición que produzca una transmitancia tan baja como del 1% en esta prueba,

puede percibirse por el ojo humano como "translúcida". Si una barra se elabora a partir de una composición con una transmitancia del 3%, es posible observar las cavidades hechas mediante un taladrado por debajo de la superficie de la muestra. En contraste, una estructura en barra convencional que contenga alcohol estearílico es tan opaca que es imposible ver por debajo de su superficie. Una transmitancia medida a una temperatura en el rango entre 20-25°C usualmente tiene una precisión adecuada, pero si se necesita mayor precisión la medición se tendrá que hacer a 22°C. En cierto número de ejemplos preferidos hemos logrado una transmitancia del 20% o superior.

Preparación

Las composiciones de la presente invención pueden producirse mediante procesos convencionales ya sea para fabricar sólidos firmes o sólidos blandos del tipo de suspensiones o emulsiones. Tales procesos involucran la formación de una mezcla calentada de la composición a una temperatura la cual es suficientemente elevada como para que todo el estructurante sacárido esterificado se disuelva, el vertido de dicha mezcla dentro de un molde, el cual puede tomar la forma de un recipiente dispensador, y luego un enfriamiento de la mezcla con el cual el estructurante se solidifica formando una red de fibras interconectadas que se extienden a través de la fase líquida inmiscible en agua.

Una secuencia de procesamiento conveniente para una composición del tipo de una suspensión, es la que comprende en primer lugar la formación de una solución del estructurante sacárido esterificado en el líquido inmiscible en agua. Esto normalmente se lleva a cabo agitando la mezcla a una temperatura suficientemente alta como para que todo el estructurante se disuelva (la temperatura de disolución) como por ejemplo una temperatura en un rango entre 50 – 120°C. Luego, el constituyente en forma de partículas, por ejemplo un ingrediente activo antiperspirante en forma de partículas, se mezcla con la mezcla caliente anteriormente

obtenida. Esto debe efectuarse lentamente, o sino deberá precalentarse el sólido en partículas, con el fin de evitar la gelificación prematura. La mezcla resultante luego se introduce dentro de un recipiente dispensador tal como un recipiente cilíndrico para barras. Esto normalmente se lleva a cabo a una temperatura $5 - 30^{\circ}\text{C}$ por encima de la temperatura de curado o solidificación de la composición. El recipiente y el contenido luego se enfrían a temperatura ambiente. El enfriamiento puede efectuarse con solo dejar enfriar el recipiente y su contenido. El enfriamiento puede ayudarse mediante la insuflación de aire ambiental o incluso aire refrigerado sobre los recipientes y sus contenidos.

En un procedimiento apropiado para la elaboración de formulaciones en emulsión, se prepara una solución del estructurante esterificado en la fase líquida inmiscible en agua a una temperatura elevada, justo como se hizo para las barras del tipo de suspensión. Si se va a utilizar un emulsificante, este convenientemente se mezcla dentro de la fase líquida. Se prepara por separado una fase dispersa acuosa o hidrofílica mediante la introducción del ingrediente activo antiperspirante dentro de la parte líquida de dicha fase (en caso que esto sea necesario; los ingredientes activos antiperspirantes pueden algunas veces suministrarse en solución acuosa la cual puede utilizarse tal como se encuentra). Esta solución del ingrediente activo antiperspirante la cual se convertirá en la fase dispersa, preferiblemente se calentará a una temperatura similar a la usada con la fase continua que contiene el estructurante, pero sin superar el punto de ebullición de la solución, y luego mezclarse con la fase continua. Alternativamente, la solución se introduce a una velocidad que permita mantener la temperatura de la mezcla. En caso de necesidad, puede utilizarse un aparato presurizado con el fin que se alcance una temperatura más alta, pero teniendo en cuenta los materiales estructurantes usados en la presente invención, usualmente esto es normalmente innecesario. Una vez se hayan mezclado las dos fases, la mezcla resultante se llena en los recipientes dispensadores, típicamente a una temperatura $5 - 30^{\circ}\text{C}$ superior a la temperatura de curado o

solidificación de la composición, y luego permitir que se enfríe la composición en la forma descrita anteriormente para las barras del tipo de suspensión.

EJEMPLOS

Los ejemplos presentados a continuación se prepararon usando los materiales mencionados en la lista con sus respectivos nombres comerciales. Todas las temperaturas se encuentran en grados Celsius. Los índices de refracción se midieron a 25°C.

- 1) Octametil ciclotetrasiloxano (silicona cíclica volátil también conocida como una de las ciclometiconas; DC 245, producida por Dow Corning)
- 2) Decametil ciclopentasiloxano (Silicona cíclica volátil también conocida como una de las ciclometiconas; DC 345 producida por Dow Corning)
- 3 & 4) Fluidos de silicona no volátil DC 556 y DC 710 (Dow Corning)
- 5) Polideceno (Silkflo 364NF producido por Albemarle)
- 6) Alcohol isoestearílico (abreviadamente ISA - Prisorine 3515, producido por Unichema)
- 7) alquil benzoato C₁₂₋₁₅ (Finsolv TN, producido por Fintex)
- 8) Aceite Mineral (Sirius M70 producido por Dalton)
- 9) Polipropilenglicol 14 butiléter (Fluid AP, producido por Amercol)

- 10) Miristato de Isopropilo (abreviadamente IPM, producido por Unichema)
- 11) Isohexadecano (Permethyl 101A, producido por Presperse Inc)
- 12) Isoeicosano (Permethyl 102A producido por Presperse Inc)
- 13) Cetil dimeticona copoliol (Abil EM90, emulsificante, producido por T. Goldschmidt)
- 14) Complejo de Al/Zr Tetraclorohidrex - glicina (AZAG 7167 producido por Summit)
- 15) Solución acuosa al 50% de pentaclorohidrato de Al/Zr (Zirkonal 50, producida por Giuliani)
- 16) Complejo de Al/Zr Tetraclorohidrex glicina al 30% en propilenglicol (WA2Z 8106, producido por Westwood)
- 17) Complejo de Al/Zr Tetraclorohidrex glicina (AZG 375, producido por Summit)
- 18) Glicerol (producido por Aldrich)
- 19) Propilenglicol (producido por Fisons)
- 20) Di-n-butilamida del ácido N-lauril-L-glutámico (GP-1, producido por Ajinomoto)
- 21) Acido 12-hidroxiesteárico (producido por Caschem)
- 22) Clorohidrato de aluminio activado - abreviadamente AACH, (A-418, producido por Summit)

- 23) Bis-fenilpropildimeticona, un fluido de silicona no volátil (SF 1555, producida por G E Silicones)
- 24) Poligliceril polirricinolato (Quest PGPR)
- 25) 1-octildodecanol (Eutanol G, producido por Henkel/Cognis)
- 26) Poliisobuteno hidrogenado (Panalene-L-14E, producido por Amoco)
- 27) Poliisobuteno hidrogenado (Fancol 800, producido por Fanning Corporation)
- 28) Poligliceril-3-diisoestearato (Lameform TGI, producido por Henkel/Cognis)
- 29) Poligliceril-2-dipolihiidroxiestearato (Dehimuls PGPH producido por Henkel/Cognis)
- 30) Polialfa Olefinas (Puresyn 4, producidas por Mobil Chemical)
- 31) Cetareth 20 (Eumulgin B2, producido por Henkel)
- 32) Alcoholes C_{20} - C_{40} (Unilin 425, producidos por Petrolite)

Ejemplo 1

La entalpía de gelificación se midió para cuatro agentes estructurantes en tres líquidos. En cada caso, los geles se prepararon de modo que contuvieran 7 – 7,5 % p/p de estructurante en el líquido.

Un gel de muestra, con un peso entre 18 y 22 mg se colocó en una cápsula de calorímetro de acero inoxidable, la cual se selló con un aro en O elastomérico. La cápsula se colocó en el aparato de DSC a temperatura ambiente y se calentó a 10 K/minuto hasta alcanzar 150°C, se mantuvo a 150°C durante 60 segundos y se enfrió a 2K/minuto hasta - 50°C.

El procedimiento se repitió con solo DC 345. Los datos registrados para el DC 345 se substrajeron de los datos obtenidos para el gel, de tal manera que la formación del gel apareciera como el punto de partida de los valores exactos iniciales de referencia. La entalpía de gelificación se calculó como el área entre el pico y los valores iniciales de referencia (baseline).

Los valores de la entalpía (en kJ/mol) obtenidos son los que aparecen en la siguiente Tabla.

La Tabla muestra los valores de entalpía (en kJ/mol) obtenidos.

Estructurante	Líquido		
	DC 345	DC 345:ISA (80:20 proporción en peso)	Alcohol isosteárfílico (ISA)
α -celobiosa octa-octadecanoato		360	
α -celobiosa octa-dodecanoato		108	
α -celobiosa octa-undecanoato		117	
α -celobiosa octa-decanoato	84,7	94,6	
α -celobiosa octa-nonanoato	65	58	77
α -celobiosa octa-octanoato		57,8	
ácido 12-hidroxiesteárico		40	
β -sitosterol y orizanol (proporción molar 1:1)		22	
di-n-butilamida del ácido N-lauroil glutámico (GP-1)		11	25
lanosterol	27	7	

Ejemplo 2 (Comparativo)

Se prepararon geles con lanosterol mediante un procedimiento estándar en el cual los ingredientes del gel se colocaron en un recipiente de vidrio de 30 mL junto con una barra de agitación magnética. La mezcla se agitó y se calentó hasta que todo el lanosterol se disolviera. El recipiente luego se retiró del calentamiento, la barra de agitación se retiró y el contenido del recipiente se enfrió a temperatura ambiente.

Se observó lo siguiente:

Se encontró que el lanosterol se disolvió al 10,0 % en peso en Finsolv TN a 83°C. Después de un enfriamiento a temperatura ambiente durante 1 hora se obtuvo un gel transparente duro. Sin embargo se encontró que el gel era inestable a temperatura ambiente: aparecieron grandes grumos cristalinos en el transcurso de varias horas, los cuales se expandieron a través de todo el gel conduciendo a su colapsamiento.

Se encontró que el lanosterol se disolvió al 5,0% en peso en DC 345/Finsolv TN en una proporción de 80:20 (% en peso) a 85°C. Después de un enfriamiento a temperatura ambiente durante 1 hora, se obtuvo un gel translúcido duro. Sin embargo, se encontró que el gel era inestable a temperatura ambiente: se desarrollaron grandes grumos cristalinos después de una semana.

Ejemplo 3 (Comparativo)

Un intento no exitoso se obtuvo al preparar composiciones como las indicadas en la Tabla presentada más adelante, usando la di-n-butilamida del ácido N-lauroil glutámico (GP-1) como estructurante.

Las composiciones 3,1 y 3,2 podrían haber sido suspensiones de ingrediente activo antiperspirante sólido.

Las composiciones 3,3 y 3,4 podrían haber sido emulsiones en donde la fase dispersa correspondería a una solución de ingrediente activo antiperspirante en agua (el Zirkonal 50 es una solución acuosa al 50% de ingrediente activo antiperspirante).

Ejemplo No.	3.1	3.2	3.3	3.4
	Suspensión	Suspensión	Emulsión	Emulsión
Fase Continua				
GP-1 (20)	6%	5%	3,5%	5%
DC 345 (2)	30%	53%	39%	43%
Miristato de isopropilo (10)	44%	-	-	-
Alcohol isoestearílico (6)	-	-	-	11%
Finsolv TN (7)	-	22%	16,5%	-
Abil EM90 (13)	-	-	1%	1%
Fase Dispersa				
AZAG 7167 (14)	20%	20%	-	-
Zirkonal 50 (15)	-	-	40%	40%
Datos de Fase Continua				
Temperatura a la cual se había disuelto todo el GP-1	113°C	123°C	122°C	119°C
Temperatura a la cual se gelificó la fase continua	108°C	115°C	116°C	99°C

En cada caso los componentes de la fase continua se colocaron en un beaker y la mezcla se calentó con agitación sobre una placa caliente hasta

que todo el estructurante GP-1 se disolviera. En la Tabla se indica la temperatura a la cual se disolvió.

La intención era entonces enfriar la mezcla, mientras se mantenía la agitación suavemente a aprox. 85 - 90°C con el fin de agregar los componentes de la fase dispersa sólida o líquida. En todos los casos, la fase continua gelificó a una temperatura (indicada en la Tabla) por encima ó muy cercana a los 100°C, la cual era demasiado alta para la adición segura de la fase dispersa en el ambiente del laboratorio.

La seguridad en la preparación a dicha temperatura alta podría haber requerido medidas especiales tales como el uso de un aparato presurizado.

Ejemplo 4 (Comparativo)

Se prepararon barras del tipo de suspensión que contenían ácido 12-hidroxiesteárico como estructurante. Las composiciones se presentan en la siguiente tabla.

Ejemplo No.	4.1	4.2
Fase Continua		
Ácido 12-hidroxiesteárico (21)	5%	7,5%
Finsolv TN (12)	75%	72,5%
Fase Dispersa		
AACH (A-418, de Summit) (22)	20%	20%
Datos		
Temperatura para la disolución del ácido 12-hidroxiesteárico en el Finsolv TN	58°C	63°C
Temperatura de gelificación de la barra	41°C	47°C
Dureza de la barra después de 24 horas (penetrómetro [mm])	12,6	11,2
Dureza de la barra después de una semana de almacenamiento a 22°C (penetrómetro [mm])	13,8	12,0

Los componentes de la fase continua se colocaron en un beaker y la mezcla se calentó con agitación sobre una placa caliente hasta que todo el estructurante ácido 12-hidroxiesteárico se disolviera. La temperatura a la se disolvió se indica en la tabla presentada arriba.

La mezcla luego se dejó enfriar ligeramente, a aprox. 10°C por encima de la temperatura de gelificación indicada en la Tabla, mientras se agitaba suavemente. El ingrediente activo antiperspirante sólido se mezcló bajo un esfuerzo cortante bajo.

La mezcla resultante se vertió en recipientes cilíndricos para barras y se

dejó enfriar a la temperatura ambiente del laboratorio. En cada caso la mezcla gelificó hasta obtener una barra rígida.

La dureza de la barra se determinó mediante un penetrómetro después de 24 horas a temperatura ambiente y luego de almacenar a temperatura ambiente durante 1 semana. Los resultados presentados en la Tabla muestran un ligero reblandecimiento durante el almacenamiento. Después del período de almacenamiento, se observó que las barras tenían grietas, algunas debidas al solvente Finsolv TN, el cual podría verse como un líquido libre en la superficie de la barra.

Ejemplo 5

Se esterificó la celobiosa con ácido nonanoico para obtener el producto completamente esterificado en la forma de su α -anómero, siguiendo el procedimiento general descrito en Takada et al, *Liquid Crystals*, Volumen 19, página 441 (1995).

Se utilizaron los siguientes materiales:

β -D-celobiosa, 20 gramos, 0,058 moles

Acido nonanoico, 591,6 gramos, 3,74 moles

Anhídrido trifluoroacético, 297,6 gramos, 1,42 moles,

Los materiales utilizados fueron de aquellos producidos por Acros Organics - Fisher Scientific.

Dentro de un recipiente de 2 litros con oreja equipado con un agitador de ubicación superior, condensador de agua y boca de adición, se colocó el ácido nonanoico junto con el anhídrido trifluoroacético. La mezcla clara resultante se agitó y se calentó a 100°C usando un baño de aceite de silicona y una sonda de temperatura. Durante el calentamiento se notó que el color de la mezcla de reacción se oscurecía y se desarrolló un matiz café oscuro. Después de dejar la mezcla en agitación durante una hora a 100°C, se agregó la celobiosa lentamente vía un embudo de adición de polvo sólido a la solución activada oscura, y se formó una suspensión café turbia la cual se volvió a disolver para formar una solución negra clara en el término de 10 - 20 minutos.

El recipiente de reacción luego se mantuvo a 100°C durante un tiempo total de 6 horas, luego se enfrió a la temperatura ambiente del

laboratorio. El contenido del recipiente se transfirió a continuación en 2 litros de metanol que contenía agua desionizada al 10% en un recipiente de 5 litros enfriado con hielo. Inmediatamente se formó un precipitado sólido blancuzco en la solución, éste se filtró y se recogió. El producto sólido crudo se recrystalizó 4 veces en total a partir de una solución de tetrahidrofurano/metanol para producir así un producto sólido blanco.

Se obtuvo el producto en una cantidad de 31,5 g con un rendimiento del 37%. Este tenía un punto de fusión de 110°C. El espectro infrarrojo exhibió un pico de absorción a $1\,739\text{ cm}^{-1}$ correspondiente al grupo carbonilo del éster. La cantidad de ácido libre pudo determinarse a partir de su pico de absorción a $1\,705\text{ cm}^{-1}$.

El espectro RMN reveló que la cantidad de celobiosa que se esterificó completamente era del 93,5% y reveló las proporciones del producto que correspondían a los anómeros α y β , (93,5% el α -anómero).

Otros ésteres de la celobiosa se prepararon de la misma manera. Las muestras de la celobiosa esterificada preparadas de la manera antes descrita se usaron para gelificar varios líquidos y mezclas de líquidos inmiscibles en agua. El procedimiento se realizó de la siguiente manera:

Se pesaron 0,5 gramos de celobiosa esterificada y 9,5 gramos del líquido (u otras proporciones para alcanzar un total de 10 gramos) directamente en un recipiente de vidrio de 15 gramos ó 30 gramos. Se colocó un pequeño agitador magnético dentro del recipiente el cual luego se dispuso sobre una placa caliente. Se agitó y se calentó hasta que toda la celobiosa esterificada se hubiera disuelto en el líquido. Se anotó esta "temperatura de disolución". Luego, se retiró el recipiente de la placa caliente, y se sacó el agitador del líquido caliente en el recipiente. Se colocó un termómetro en el líquido y el contenido del recipiente luego se dejó enfriar sin disturbarse. Se anotó la temperatura de gelificación, v.g., la temperatura a la cual el contenido gelificó. El recipiente se dejó en

reposito durante 24 horas y luego se inspeccionó visualmente el contenido del recipiente, se prensó con una sonda y se clasificó cualitativamente de acuerdo con su apariencia ya sea como un gel blando, un gel con textura entre blanda y dura (textura media), ó como gel duro. Se registró la transparencia u opacidad del gel. En la mayoría de los casos, el gel se volvió a fundir, se anotó la temperatura a la cual el gel se volvió a fundir (temp. de re-fusión), y una porción del fundido se vertió dentro de una cubeta plástica (polimetilmetacrilato) y se dejó enfriar a la temperatura ambiente del laboratorio de tal manera que el gel se volviera a formar en la cubeta. Se determinó la transmitancia de luz a través de 1 cm de espesor del gel en la cubeta a una longitud de onda de 580 nm, usando un espectrofotómetro de luz ultravioleta/visible.

Las siguientes Tablas muestran los líquidos inmiscibles en agua utilizados, el porcentaje de estructurante celobiosa esterificada usado para gelificar el líquido, la temperatura de disolución, la temperatura de gelificación, la apariencia visual del gel, la temperatura del punto de la segunda fusión (Temp. de re-fusión) y el porcentaje de transmitancia de luz (expresada como % T) a través de 1 cm del gel a 580 nm.

Gelificación con α -celobiosa octa-octanoato ("CB8" R = $\text{COC}_7\text{H}_{15}$)						
Líquido	% de CB8	Temp. de disoluc.	Temp. de gelif.	Temp. de Re-fusión	%T	Apariencia visual del Gel
ISA (6)	5	41	30	41		Duro & transparente -> crecimiento de cristales
	10	41	35			Duro & translúcido -> crecimiento de cristales
DC 345 (2)	5	48	41	50	17	Duro & transparente /translúcido
	10	53	50			Duro & opaco
DC 556 (3)	5	48	30	45	49	Duro & transparente
	10	49	35			Duro & transparente
Silkflo 364 NF (5)	5	53	45	51	22	Duro & transparente
	10	55	50			Duro & opaco

Gelificación con α -celobiosa octa-nonanoato ("CB9")						
Líquido	% de CB9	Temp de disoluc.	Temp. de gelif.	Temp. de Re-fusión	%T	Apariencia visual del Gel
ISA (6)	5	57	25	46	78	medio*/duro & transparente
DC 345 (2)	5	62	42	60	15	Duro & transparente /translúcido
DC 566 (3)	5	69	29	52	81	Duro & transparente
Silkflo 364 NF (5)	5	71	40	55	78	Duro & transparente
AP Fluid (9)	5	82	38	55	37	Blando/medio & transparente
DC 345:AP Fluid, en una proporción de 80:20, en peso	5	68	28	54	39	Blando/ medio & transparente
DC 710 (4)	5	82	48	62	11	medio & translúcido
DC 710:DC 345 en una proporción en peso de 60:40	5	74	33	60	4	Duro & translúcido

* medio = textura media, entre blanda y dura

Puede observarse, con base en la tabla anterior, que las temperaturas de gelificación fueron bajas. Las temperaturas de re-fusión estuvieron muy por debajo de los 80°C y las composiciones pueden prepararse sin necesidad de exceder los 85°C.

Gelificación con α -celobiosa octa-decanoato ("CB10" R = $\text{COC}_9\text{H}_{19}$)						
Líquido	% de CB10	Temp de disol.	Temp. de gelif.	Temp. de Re- fusión	%T	Apariencia visual del Gel
Finsolv TN (7)	5	72	25	38		Gel muy blando & transparente
ISA (6)	5	72	25	47	46	Medio & transparente
	7	68	25	52		Duro & translúcido
	10	76	30			Medio & transparente
DC 345 (2)	5	85	62	71	0,02	Duro & translúcido/opaco
	7	84	65	59		Duro & opaco
DC 556 (3)	3	79	46	59		Medio & transparente
	5	n/d	50	52	2	Medio/duro & translúcido
	7	74	40	67		Duro & translúcido
Fluido AP (9)	3	85	35	60		Medio & transparente
	5	82	33	51		Medio & transparente
	7	78	51	53	3	Medio & translúcido
	10	84	45			Medio & translúcido/opaco
DC 345:Fluido AP proporción en peso 80:20	5	73	25	55	<0,01	Medio & translúcido/opaco
	7	82	36	49		Duro & opaco
	10	83	41			Duro & opaco
DC 710 (4)	5	100	80	80	0,15	Medio & opaco
DC 710: DC 345 proporción en peso 60:40	5	92	65	65	1	Medio & translúcido/opaco/ trans

Gelificación con α -celobiosa octa-dodecanoato ("CB12" R = $\text{COC}_{11}\text{H}_{23}$)						
Líquido	% de CB12	Temp de disol.	Temp. de gelif.	Temp. de Re-fusión	%T	Apariencia visual del Gel
ISA (6)	5	54	30	48	12	Blando & transparente /translúcido
DC 345 (2)	5	50	48	50	0,17	Blando & opaco
DC 556 (3)	5	60	35	48	17	Medio & transparente / translúcido
Silkflo 364 NF (5)	5	53	45	55	3	Medio & transparente
Fluid AP (9)	5	63	43	55	4	Blando & transparente / translúcido
DC 345: Finsolv TN, proporción 80 :20 en peso	5	65	29	42	3	Blando & translúcido
DC 345: Fluid AP- proporción en peso 80:20	5	63	42	50	0,25	Blando/medio & opaco
DC 710 (4)	5	65	57	65	1	Medio & opaco
DC 710: DC 345 proporción en peso 60:40	5	65	48	55	39	Blando & transparente

Gelificación con α -celobiosa octa-octadecanoato ("CB18" R = $\text{COC}_{17}\text{H}_{35}$)						
Líquido	% de CB18	Temp de disol.	Temp. de gelif.	Temp. de Re-fusión	%T	Apariencia visual del Gel
Finsolv TN (7)	5	68	47	60	0,12	Muy blando & opaco
	7	68	47			
IPM (10)	5	68	50	59	0,01	Muy blando & opaco
	7	72	50			Muy blando & opaco
ISA (6)	5	68	58	62	0,03	Muy blando & opaco
	7	70	61			Blando & opaco
DC 345 (2)	5	85	82	80	< 0,01	Blando & opaco
	7	87	86			Blando & opaco
	10	85	84			Medio & opaco
DC 556 (3)	5	77	76	75	0,08	Blando & opaco
	7	83	79			Blando & opaco
	10	83	79			Medio & opaco
Silkflo 364 NF (5)	5	72	66	75	0,11	Medio & opaco
	7	72	68			Medio & opaco
	10	79	69			Medio & opaco
Fluid AP (9)	5	78	76	78	0,11	Blando & opaco
	7	82	77			Medio & opaco
	10	82	81			Blando & opaco

Ejemplo 6

Se preparó una suspensión antiperspirante en barra con base en la siguiente formulación, usando el mismo procedimiento del Ejemplo 3.

	Partes en peso
Ciclometicona, DC 245 (1)	54,8
Polideceno (5)	13,7
Celobiosa octa-nonanoato	7,5
AZAG 7167 (14)	24

Ejemplo 7

Se prepararon barras del tipo de emulsión opacas con base en las formulaciones ilustradas en la tabla presentada más adelante.

Para preparar estas barras, se mezcló la ciclometicona con otros líquidos orgánicos (si se indica en la tabla) incluyendo el copoliol de la cetil dimeticona el cual funciona como un emulsificante (tensioactivo basado en silicona) y la mezcla se calentó con agitación suave a una temperatura 5 - 10°C por encima de la temperatura a la cual se encontró que el estructurante se había disuelto en una prueba preliminar. Luego se agregó la celobiosa esterificada y se permitió que se disolviera.

La fase dispersa (también referida como la fase interna) correspondió a un ingrediente activo basado en zirconio y aluminio disuelto en agua o en una mezcla de un poliol y agua. Esta fase dispersa se pre-calentó a la misma temperatura usada para los aceites orgánicos que contenían la celobiosa esterificada y se agregó dicha fase dispersa lentamente en el transcurso de un tiempo de un minuto mientras se mezclaba con un mezclador Silverson. Después que la adición se completó, la formulación se mezcló a velocidad alta durante cinco minutos. Luego se redujo la velocidad de agitación durante un período adicional de un minuto después del cual la mezcla se vertió en un recipiente cilíndrico para barras y se dejó enfriar a temperatura ambiente del laboratorio sin disturbarse. Las barras se sometieron a prueba con un penetrómetro, luego con un analizador de textura y en cuanto a la blancura de los depósitos, en cada caso siguiendo los procedimientos de prueba antes descritos. Todas las barras fueron opacas aunque sin la apariencia blanca gredosa de una barra blanca comercial (CWS, sigla en Inglés de commercial white stick) estructurada con alcohol estearílico y cera de castor cuyos resultados se presentan en la parte derecha final de la Tabla.

Ejemplos	7.1	7.2	7.3	CWS
	% en peso			
Ciclometicona DC 245 (1)	18	22,25	21,7	
Polideceno (5)	22,75	27,5	27,4	
PPG-14 Butil Eter (9)	4,5	5,5	5,4	
Celobiosa octa-nonanoato	3,75	3,75	4,5	
Cetil dimeticona copoliol (13)	1	1	1	
Zirkonal 50 (15)	40	40	40	
Agua	10	-	-	
	Propiedades			
Profundidad de la penetración (mm)	16,8	17,5	15,7	9,8
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,11	0,10	0,12	-
Blancura sobre papel gris 24 horas después de la deposición	19	16	16	118
Blancura sobre paño de la lana negro 24 horas después de la deposición	28	29	27	186

* CWS = Sigla en Inglés de Barra Blanca Comercial

Ejemplo 8

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 7 para preparar un número dado de barras del tipo de emulsión con base en formulaciones tales como las descritas en las siguiente Tablas. Se formularon las fases continuas y dispersas de modo que tuvieran índices de refracción que se acercaran estrechamente (igualaran) al valor dado en las Tablas. Estas barras se prepararon en la forma antes indicada y sus propiedades también se encuentran en estas Tablas.

89

Ejemplos	8.1	8.2	8.3	8.4	8.5	8.6
	% en peso					
Ciclometicona DC 245 (1)	22,625	18,75	25,5	19	26	17,75
Aceite Mineral (8)	22,625	-	-	-	-	-
Polideceno (5)	-	22,5	15,75	22	15	22
PPG-14 Butil Eter (9)	-	4	4	-	-	4,25
Alcohol isoestearílico (6)	-	-	-	4,25	4,25	-
Celobiosa octa-nonanoato	3,75	3,75	3,75	3,75	3,75	5
Cetil Dimeticona Copoliol (13)	1	1	1	1	1	1
Zirkonal 50 (15)	40	40	40	40	40	40
Glicerol (18)	10	10	7,5	10	7,5	10
Agua	-	-	2,5	-	2,5	-
Propilenglicol (19)	-	-	-	-	-	-
AZG 375 (17)	-	-	-	-	-	-
	Propiedades					
Indice de refracción igualado de las fases	1,43	1,43	1,425	1,435	1,425	1,43
Profundidad de la penetración (mm)	19,3	18,5	17,3	24,7	23,6	12,4
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,11	0,12	0,08	0,07	0,06	0,17
Blancura sobre papel gris 24 horas después de la deposición	-	15	16	18	19	16
Blancura sobre paño negro de lana 24 horas después de la deposición	-	24	28	25	30	26
Transmitancia medida a 580 nm	-	38%	33%	41%	35%	51%

Ejemplos	8.7	8.8	8.9	8.10	8.11
	% en peso				
Ciclometicona DC 245 (1)	16,75	18	14,02	28,4	4,5
Ciclometicona DC 345 (2)					
Aceite Mineral (8)	-	-	-	-	
Polideceno (5)	20,75	22,75	17,72	13,1	50,75
Butil Eter PPG-14 (9)	4	4,5	3,51	3,75	-
Alcohol isostearílico (6)	-	-	-	-	-
Celobiosa octa-nonanoato	7,5	3,75	3,75	3,75	3,75
Copoliol cetil dimeticona (13)	1	1	1	1	1
Zirkonal 50 (15)	40	-	40	40	-
Glicerol (18)	10	4	17,5	6,25	12
Agua	-	14	2,5	3,75	8
Propilenglicol (19)	-	12	-	-	-
AZG 375 (17)	-	20	-	-	20
	Propiedades				
Indice de refracción igualado para las fases	1,43	1,43	1,43	1,42	1,45
Profundidad de la penetración (mm)	11	14,5	14,9	15,1	14,8
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,29	0,11	0,14	0,13	0,11
Blancura sobre papel gris 24 horas después de la deposición	17	20	18	21	16
Blancura sobre paño negro de lana 24 horas después de la deposición	25	28	25	31	19
Transmitancia medida a 580 nm	48%	82%	65%	30%	72%

Ejemplos	8.12	8.13	8.14	8.15	8.16
	% en peso				
Ciclometicona DC 245 (1)	41,85	35,4	10,04	10,64	6,96
Permethyl 101A (11)	2,15				
Permethyl 102A (12)	-	8,6			
Polideceno (5)			12,7	13,45	8,8
PPG-14 Butil Eter (9)			2,51	2,66	1,74
Celobiosa octa-nonanoato	5	5	3,75	2,25	1,5
Cetil Dimeticona Copoliol (13)	1	1	1	1	1
Zirkonal 50 (15)	40	40	52,71	52,71	60,24
Glicerol (18)	0,75	4,5	17,29	17,29	19,76
Agua	9,25	5,5	-	-	-
	Propiedades				
Indice de refracción igualado de las fases	1,40	1,41	1,43	1,43	
Profundidad de la penetración (mm)	13,5	13,2	12,0	16,8	
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,16	0,15	0,13	0,07	
Blancura sobre papel gris 24 horas después de la deposición	59	61	24	24	
Blancura sobre paño negro de lana 24 horas después de la deposición	122	24	14,9	16,2	
Transmitancia medida a 580 nm	2,7%	5%	33%	73%	

Ejemplo 9

Se prepararon y sometieron a prueba barras siguiendo con el procedimiento suministrado en el Ejemplo 7. Se sometieron a prueba las barras en cuanto a su dureza mediante un analizador de textura y/o mediante un penetrómetro. Se observó que éstas daban lugar a depósitos de baja blancura, pero los datos numéricos no se registraron.

Para algunas barras pertenecientes a este Ejemplo, se compatibilizaron, esto es, se igualaron, los índices de refracción tanto de la fase continua immiscible en agua como de la solución del ingrediente activo antiperspirante polar de manera suficiente como para obtener barras con apariencia translúcida. Se ilustran algunos valores de transmitancia.

Ejemplos	9.1	9.2	9.3	9.4	9.5
	% en peso				
Ciclometicona DC 245 (1)	44	21,625	21,625	21,625	18
Silkflo 364 (5)	-	-	-	21,625	4
Permethyl 102A (12)	-	21,625	-	-	
SF 1555 (23)			21,625	-	22
Abil EM90 (13)	1	-	-	-	1
Quest PGPR (24)		1,75	1,75	1,75	-
Celobiosa esterificada – C9	5	5	5	5	5
Zirkonal 50 (15)	39	40	40	40	40
Glicerol (18)	-	8	9	8,75	10
Agua	11	2	1	1,25	
	Propiedades				
Profundidad de la penetración (mm)	9,3	12	11,3	13	
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,10	0,12	0,12	0,21	0,13

Ejemplos	9.6	9.7	9.8	9.9	9.10
	% en peso				
Ciclometicona DC 245 (1)	7,6	6,8	36,5	1,7	1,25
Alcohol isostearílico (6)	-	-	-	23,3	-
Octildodecanol (25)	-	-	-	-	23,1
SF 1555 (23)	37,43	37,7	7	-	-
Silkflo 364 (5)	-	-	-	16,8	17,65
Celobiosa esterificada -C10	8,12	7,3	7,8	7	7
Cetil Dimeticona Copoliol (Abil EM90) (13)	1,1	1	1	1	1
Ingrediente activo Westwood (16)	43,54	41	42	40	40
Glicerol (18)	-	4,7	5,2	6,8	6,5
Agua	2,21	1,5	0,5	3,4	3,5
	Propiedades				
Indice de refracción igualado de las fases	1,45	1,45	1,46	1,45	1,45
Profundidad de la penetración (mm)	9,1	6,9	8,7	8,8	9,1
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,37	0,03	0,08	0,04	0,19
Transmitancia medida a 580 nm (%)	8	3	5	6	5

Ejemplos	9.11	9.12	9.13	9.14
	% en peso			
DC 245 (1)	12	11,32	-	-
Silkflo 364 (5)	32,5	30,68	39	41,5
Abil EM90 (13)	0,5	0,5	1	1
Celobiosa esterificada -C10	5	7,5	10	7,5
Zirkonal 50 (15)	33	33	-	-
Ingrediente activo Westwood (16)	-	-	48,06	48,06
Glicerol (18)	17	17	-	-
Agua	-	-	1,94	1,94
	Propiedades			
Profundidad de la penetración (mm)	19	14	7,3	9,6
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,44	0,07	0,47	0,15

Ejemplo 10

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 7 para preparar un número dado de barras en emulsión con base en las formulaciones establecidas en las siguientes tablas. Al igual que en el Ejemplo 8, las fases continuas y dispersas se formularon de modo que tuvieran índices de refracción que se acercarán muy estrechamente al valor dado en las tablas. Se sometieron a prueba las barras en cuanto a su dureza a través de un analizador de textura y/o mediante un penetrómetro. Se observó que dichas barras producían depósitos de baja blancura, consistentemente con una excelente transparencia, pero los datos numéricos no se registraron.

Los índices de refracción de las cantidades muestreadas de la mezcla de líquidos inmiscibles en agua y de soluciones de ingredientes activos antiperspirantes se chequearon antes de fabricar las barras. En caso de que fuera necesario, sus formulaciones se modificaron muy ligeramente a fin de optimizar la comparabilidad de sus índices de refracción.

Ejemplos	10.1	10.2	10.3	10.4	10.5	10.6
	% en peso					
Permethyl 102A (12)	41,36	-	-	-	-	-
Panalene L-14E (26)	-	-	22	-	-	-
Fancol 800 (27)	-	-	-	22	22	-
Puresyn 4 (30)	-	-	-	-	-	22
DC 245 (1)	2,64	11,4	22	22	22	22
SF 1555 (23)	-	34,1	-	-	-	-
Celobiosa esterificada C9	5	4,9	5	5	5	5
Abil EM90 (13)	1	1	1	1	1	1
Zirkonal 50 (15)	-	-	40	40	36,6	40
Ingrediente activo Westwood (16)	50	48,6	-	-	-	-
Glicerol (18)	-	-	9,35	7,5	13,4	8,75
Agua	-	-	0,65	2,5	-	1,25
	Propiedades					
Indice de refracción igualado de las fases	1,46	1,45	1,431	1,425	1,437	1,429
Profundidad de la penetración (mm)	9	11	10,5	12,1	7,9	8,8
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,11	0,11	0,13	0,12	0,11	0,10
Transmitancia medida a 580 nm (%)	68	70	40	6	70	37

Ejemplos	10.7	10.8	10.9	10.10	10.11
	% en peso				
DC 245 (1)	22	22,25	22,25	21,625	-
DC 556 (3)	22				
Silkflo 364 (5)		-	-	-	44
Permethyl 102A (12)	-	22,25	-	-	-
Panalene L-14E (26)	-	-	-	21,625	-
SF 1555 (23)	-	-	22,25	-	-
Abil EM90 (13)	1	0,5	0,5	-	1
Lameform TGI (26)	-	-	-	0,875	-
Dehymuls PGPH (27)	-	-	-	0,875	-
Celobiosa esterificada C9	5	5	5	5	5
Zirkonal 50 (15)	40	40	40	40	50
Glicerol (18)	9	8	9	9,8	-
Agua	1	2	1	0,2	
	Propiedades				
Indice de refracción igualado de las fases	1,428	1,43	1,43	1,43	1,46
Profundidad de la penetración (mm)	9,0	11	11	10,5	9
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,10	0,09	0,16	0,13	0,13
Transmitancia medida a 580 nm (%)	40	22	33	36	24

Ejemplos	10.12	10.13	10.14	10.15	10.16	10.17
	% en peso					
DC 245 (1)	-	-	-	22	22	18
Silkflo 364 (5)	44	-	-	-	-	5,3
Permethyl 102A (12)	-	44	-	22	-	-
Panalene L-14E (26)	-	-	44	-	-	-
SF 1555 (23)	-	-	-	-	22	-
Octildodecanol (25)	-	-	-	-	-	21,9
Abil EM90 (13)	1	1	1	1	1	1
Celobiosa esterificada C9	5	5	5	5	5	5
Zirkonal 50 (15)	18	21,5	12	-	-	37,8
AZG 375 (17)	-	-	-	25	25	
Glicerol (18)	32	28,5	38	0,6	2,5	11
Agua	-	-	-	24,4	22,5	
	Propiedades					
Indice de refracción igualado de las fases (a 25°C)	1,45	1,45	1,46	1,43	1,43	1,43
Profundidad de la penetración (mm)	9	9	7	9	8	-
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,13	0,15	0,20	-	0,21	0,12
Transmitancia medida a 580 nm (%)	74	46	82	53	41	24

Ejemplo 11

Se utilizó el procedimiento del Ejemplo 7 para preparar un número dado de barras del tipo de emulsión con base en las formulaciones que aparecen en la siguiente tabla. Estas barras no contenían ingrediente activo antiperspirante. Ellas podrían ser útiles como barras humectantes o como protectores labiales y sus composiciones podrían usarse como base para otros, probablemente opacos, productos cosméticos en barra. Las fases continuas y dispersas se formularon de modo que tuvieran índices de refracción muy cercanos entre sí a los valores dados en la tabla, sin embargo, las pérdidas por evaporación ocurridas durante el procesamiento interfirieron en el logro de dicho propósito. Se sometieron a prueba las barras en cuanto a su dureza mediante un analizador de textura y/o a través de un penetrómetro.

Ejemplos	11.1	11.2	11.3	11.4
	% en peso			
DC 245 (1)	22	22	16,72	19,36
Silkflo 364 (5)	22	-	27,28	-
SF 1555 (23)	-	22	-	24,64
Abil EM90 (13)	1	1	1	1
Celobiosa esterificada C9	5	5	5	5
Glicerol (18)	33,5	37,5	-	-
Agua	16,5	12,5	-	-
Propilenglicol (19)	-	-	50	50
	Propiedades			
Indice de refracción igualado de las fases (a 25°C)	1,42	1,43	1,43	1,43
Profundidad de la penetración (mm)	9	9	-	10
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,13	0,15	0,15	-

Ejemplo 12

Se utilizó el procedimiento del Ejemplo 7 para preparar barras del tipo de emulsión translúcidas con base en la formulación indicada abajo en la cual el estructurante es α -celobiosa octa-undecanoato ("CB11"). Tal como sucede en el Ejemplo 8, las fases continuas y dispersas se formularon de modo que tuvieran índices de refracción estrechamente cercanos entre si respecto del valor dado. Se sometieron a prueba las barras en cuanto a su dureza mediante un analizador de textura y/o a través de un penetrómetro. Se observó que dichas barras daban lugar a la producción de depósitos de baja blancura.

Ingredientes	Porcentaje en peso
DC245 (1)	11
Silkflo 364 (5)	33
Abil EM90 (13)	1
Celobiosa esterificada C11	5
Zirkonal 50 (15)	33
Glicerol (18)	17
Propiedades	
Indice de refracción igualado de las fases (a 25°C)	1,44
Profundidad de la penetración (mm)	16
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,05
Transmitancia medida a 580 nm (%)	6

Ejemplo 13

Se utilizó el procedimiento del Ejemplo 7 para preparar una barra del tipo de emulsión, opaca, con la siguiente formulación, la cual incluye agentes que ayudan en el lavado de ésta.

Ingredientes	Porcentaje en peso
DC245 (1)	16,4
Silkflo 364 (5)	24,6
Abil EM90 (13)	1
Celobiosa esterificada C9	5
Zirkonal 50 (15)	40
Glicerol (18)	10
Ceteareth 20(31)	2,5
Alcoholes C ₂₀₋₄₀ (32)	0,5

Reivindicaciones

1. Una composición cosmética que comprende un líquido portador inmiscible en agua y un estructurante de éste el cual es eficaz para gelificar la composición luego del enfriamiento desde una temperatura a la cual el estructurante es una solución móvil en el portador líquido, composición caracterizada en cuanto que el estructurante es un sacárido por lo menos parcialmente esterificado el cual contiene no más de ocho residuos monosacárido y cuyo estructurante tiene una entalpía de gelificación en el portador líquido con una magnitud de por lo menos 45 kJ/mol.
2. Una composición cosmética que comprende un líquido portador inmiscible en agua y un estructurante de éste el cual es eficaz para gelificar la composición luego del enfriamiento desde una temperatura a la cual el estructurante es una solución móvil en el portador líquido, composición caracterizada en cuanto que el estructurante es un sacárido por lo menos parcialmente esterificado el cual contiene no más de ocho residuos monosacárido y cuyo estructurante es capaz de gelificar un mezcla 80 : 20% p/p de decametil ciclopentasiloxano y alcohol isoestearílico con una entalpía de gelificación en por lo menos uno de los líquidos con una magnitud de por lo menos 45 kJ/mol.
3. Una composición acorde con la Reivindicación 1 ó con la Reivindicación 2, en donde el estructurante del tipo de sacárido esterificado contiene de 2 a 5 residuos monosacárido.
4. Una composición acorde con la Reivindicación 3, en donde el estructurante del tipo de sacárido esterificado es un disacárido esterificado.
5. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en donde el estructurante del tipo de sacárido esterificado se encuentra esterificado en la mayoría de los grupos hidroxilo del sacárido.

6. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, en donde el estructurante del tipo de sacárido esterificado contiene grupos esterificantes acilo los cuales contienen un promedio de por lo menos seis átomos de carbono.
7. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, en donde la composición es una emulsión con una fase dispersa hidrofílica, preferiblemente miscible en agua, además de dicha fase continua líquida inmiscible en agua.
8. Una composición acorde con la Reivindicación 7, en donde la fase dispersa contiene un diol ó un poliol.
9. Una composición acorde con la Reivindicación 7 ó con la Reivindicación 8, la cual contiene desde 0,1% hasta 10% en peso de un emulsificante no iónico.
10. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 9, la cual no contiene más de 8% en peso de etanol ó de cualquier alcohol monohídrico con una presión de vapor por encima de 1,3 kPa a 22°C.
11. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 6, en donde la composición es una suspensión con un material en partículas sólido disperso en dicho portador líquido.
12. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, en donde el líquido portador inmiscible en agua contiene una silicona volátil y opcionalmente una silicona no volátil y/o un líquido orgánico hidrofóbico diferente a una silicona seleccionado del grupo conformado hidrocarburos, ésteres alifáticos hidrofóbicos, ésteres aromáticos, alcoholes hidrofóbicos y éteres hidrofóbicos.
13. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones

precedentes, en donde el líquido portador inmiscible en agua contiene aceite de silicona en una cantidad la cual representa por lo menos 10% en peso de la composición.

14. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, la cual contiene desde 0,1 a 12% en peso de estructurante.

15. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, la cual contiene no más de 5% en peso de cualquier alcohol graso el cual es sólido a 20°C.

16. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, la cual es una composición antiperspirante ó una desodorante que comprende un ingrediente activo antiperspirante ó desodorante.

17. Una composición acorde con la Reivindicación 11, la cual es una composición antiperspirante que comprende un ingrediente activo antiperspirante en partículas, en suspensión en dicho portador líquido inmiscible en agua.

18. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 4 a 10, la cual es una composición antiperspirante que comprende un ingrediente activo antiperspirante disuelto en dicha fase dispersa.

19. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 16 a 18 en donde el ingrediente activo antiperspirante comprende un halohidrato de aluminio y/o zirconio, un halohidrato activado de aluminio y/o zirconio, ó un complejo de aluminio y/o zirconio ó un complejo de aluminio y/o zirconio activado.

20. Una composición acorde con la Reivindicación 19, la cual es un halohidrato ó un complejo en el cual tanto el aluminio como el zirconio están presentes.

21. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 16 a 20, en donde la proporción de ingrediente activo antiperspirante se encuentra entre el 5 - 40% en peso de la composición.

22. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, la cual corresponde a un gel firme en donde una aguja de penetrómetro con un ángulo cónico de 9 grados 20 minutos, cae dentro del gel no más de 30 mm cuando se deja caer bajo un peso total de 50 gramos durante 5 segundos.

23. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, la cual es translúcida o transparente.

24. Una composición acorde con la Reivindicación 23, la cual presenta un valor de transmitancia de luz de por lo menos 1%, preferiblemente por lo menos 3%, medida a 589 nm a través de un espesor de 1 cm de la composición a 22°C.

25. Un producto antiperspirante que comprende un recipiente dispensador que tiene por lo menos una apertura para la aplicación del contenido del recipiente, un medio para impulsar el contenido del recipiente hacia dicha apertura o aperturas, y una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes acondicionada dentro del recipiente.

26. Un producto acorde con la Reivindicación 25, en donde la composición se encuentra en la forma de una barra y el recipiente posee un extremo abierto en el cual una porción terminal de la composición en barra se expone para su uso.

27. Un proceso para la producción de una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 20, el cual comprende, no necesariamente en un orden dado, los pasos de:

- incorporación de un estructurante dentro de un vehículo portador líquido inmiscible en agua,
- mezclado opcional del vehículo portador líquido con una fase dispersa sólida o líquida,
- calentamiento del vehículo portador líquido ó de una mezcla que lo contenga a una temperatura elevada a la cual el estructurante es soluble en el vehículo portador líquido inmiscible en agua,

a lo cual sigue un enfriamiento o permitir que la mezcla se enfríe a una temperatura a la cual ésta se espesa o solidifica.

28. Un proceso acorde con la Reivindicación 27, el cual incluye un paso de vertido de la mezcla a temperatura elevada dentro de un recipiente dispensador y dejarla enfriar dentro de éste para así obtener un producto acorde con la Reivindicación 25 ó con la Reivindicación 26.

29. Un método para prevenir o reducir la perspiración en la piel humana que comprende la aplicación tópica a la piel de una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 16 a 20. *



EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN
SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION

(21) No. SOLICITUD:

(51) INT. CL.:

(22) FECHA DE PRESENTACIÓN: 10-04-00

(71) SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

(30) PRIORIDAD:

(31) No. DE SOLICITUD: 9908212.5

(72) INVENTOR/ES: Andrew Hopkinson y Kevin Ronald Franklin

(32) FECHA DE PRESENTACIÓN: 12-04-99

(33) PAÍS: GB

(74) APODERADO: JOSE ANTONIO LLOREDA

(54) TÍTULO:

"COMPOSICIONES COSMETICAS"

(57) RESUMEN:

Reivindicación número 1.-

Una composición cosmética que comprende un líquido portador inmiscible en agua y un estructurante de éste el cual es eficaz para gelificar la composición luego del enfriamiento desde una temperatura a la cual el estructurante es una solución móvil en el portador líquido, composición caracterizada en cuanto que el estructurante es un sacárido por lo menos parcialmente esterificado el cual contiene no más de ocho residuos monosacárido y cuyo estructurante tiene una entalpía de gelificación en el portador líquido con una magnitud de por lo menos 45 kJ/mol.

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE

PATENTE DE INVENCION []

MODELO DE UTILIDAD []

- | | | |
|---|----|-----|
| • Nombre e identificación del Solicitante | 1 | [] |
| • Nombre e identificación del Inventor | (| [] |
| • Título o nombre de la Invención | (| [] |
| • Descripción | 16 | [] |
| • Reivindicaciones | 84 | [] |
| • Resumen | 10 | [] |
| • Comprobante de Pago | 9 | [] |

COMPLETA ☒

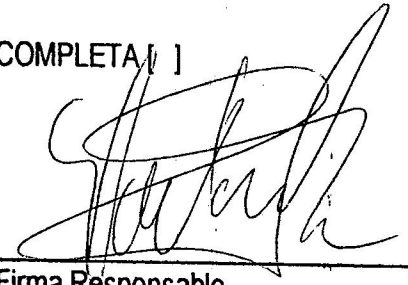
INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- | | |
|--|-----|
| • Nombre e identificación del peticionario | [] |
| • Nombre e identificación del inventor o diseñador | [] |
| • Indicación del género de productos para los cuales debe utilizarse | [] |
| • Representación gráfica | [] |
| • Comprobante de pago | [] |

COMPLETA []

INCOMPLETA []


Firma Responsable

Fecha: 2000-04-10

INFORME DE PROTOCOLO

Expediente 00-0260091.

Fecha: 11 de abril del 2000.

Se certifica que:

Desde fecha 25 de abril de 1990,
del folio 60.830 al folio 60.835 del
libro de Protocolo N° 202, obra el poder
N° 12.817 conferido por UNILEVER N.V.

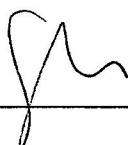
domiciliado(a) en Rotterdam - Holanda

al doctor JOSE LLORED CAMACHO y/o ALFONSO
LLORED CAMACHO y/o JOSE ANTONIO LLORED

Representante en Santafé de Bogotá D.C. Los
mismos.

Facultad para desistir SI.

Revisado



DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
PRIMER EXAMEN DE FORMA

94
2000-04-11
430

EXPEDIENTE 00-026091

Practicado el examen jurídico de acuerdo con lo establecido en el art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de **Patente de Invención**:

- | | | |
|-----------------|-----------------|--|
| SI [x] | NO [] | NO APLICABLE [] Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art. 14-a). |
| SI [x] | NO [] | NO APLICABLE [] Acreditó, en forma correcta, la existencia y representación de la persona jurídica solicitante (art. 14-c de la Decisión 344; literal g) del art. 4 del Decreto 117/94). |
| SI [x] | NO [] | NO APLICABLE [] Presentó, en forma correcta el comprobante de pago por la tasa de presentación establecida (art. 13-f de la Decisión 344 y la Resolución 02 del 4 de enero del 2000). |
| SI [x] | NO [] | EXTEMPORANEAMENTE [] Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de Paris. |
| SI [] | NO [x] | NO APLICABLE [] Presentó copia, certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, al momento de radicar la solicitud nacional. |
| SI [] | NO [x] | NO APLICABLE [] Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art. 4, D-3 Convenio de Paris; Concepto: 5 de enero de 1999 S.I.C.). |
| SI [] | NO [x] | CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS |

OBSERVACIONES JURIDICAS CONVENIO DE PARIS: En todo caso, deberá presentar copia certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, **en cualquier momento dentro del plazo de tres (3) meses**, contados a partir de la fecha de depósito de la solicitud posterior. La omisión de esta formalidad implicará la pérdida del derecho de prioridad.

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud:

- | | | |
|---------------|-----------------|--|
| SI [] | NO [x] | Se ajusta a los aspectos FORMALES indicados en la Decisión 344 y por tanto, |
| SI [] | NO [x] | Se recomienda PUBLICAR el extracto correspondiente. |

Santafé de Bogotá, D.C., 11 de abril del 2000.


EXAMINADOR JURIDICO

DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES

PRIMER EXAMEN DE FORMA

CONCEPTO TECNICO
EXPEDIENTE
IPC

981
00 026.091
A61K 7/34 || 7/38

Practicado el examen de acuerdo a lo establecido en el Art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de **Patente de Invención**:

- SI ☒ NO ☐ Contiene la identificación correcta del inventor (Art.8, Art.13-a).
 SI ☒ NO ☐ Contiene la identificación correcta del solicitante (Artículo 13-a).
 SI ☒ NO ☐ Contiene el resumen con el objeto o finalidad de la invención en forma correcta (Art.13-e).
 SI ☒ NO ☐ Contiene el título o nombre de la invención en forma correcta (Art.13-b).
 SI ☒ NO ☐ Contiene la descripción clara y completa de la invención (Art.13-c).
 SI ☒ NO ☐ Contiene los dibujos correctos (Art.14-c junto con el literal d) del Art. 4 del Dto. 117 /94).
 SI ☒ NO ☐ Contiene las unidades de medida en el sistema exigido (Art.14-c junto con el Decreto 3464 del 26 de diciembre de 1980).
 SI ☒ NO ☐ * Contiene una o más reivindicaciones, en forma correcta, que precisen la materia para la cual se solicita la protección mediante la patente (Art.13-d).
 SI ☒ NO ☐ Contiene el extracto y cumple con los requisitos para publicación (Art.14-c junto con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
 SI ☐ NO ☐ Contiene el arte final del dibujo característico y cumple con los requisitos (Art.14-c junto con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
 SI ☒ NO ☐ Contiene la tarjeta del Archivo Temático [formato P-104] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
 SI ☒ NO ☐ Contiene la tarjeta del Archivo de Propietarios [formato P-105] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94).

SI ☐ NO ☒ CUMPLE LOS REQUISITOS TÉCNICOS

OBSERVACIONES Y OTROS: SI ☒ NO ☐ ver hoja(s) anexa(s)

Santa Fe de Bogotá, D.C.,
Julio 4, 2000

EXAMINADOR TECNICO DE PATENTES
202007

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

PRIMER EXAMEN DE FORMA

CONCEPTO TECNICO 981
EXPEDIENTE 00 026.091
IPC A 61 K 7/34 // 7/38

Realizado el primer examen de forma de esta solicitud se hacen las siguientes observaciones:

1. La reivindicación 1 menciona "un estructurante", lo cual no es una expresión que defina el compuesto, nuevo dentro de este tipo de composiciones, que se quiere reivindicar. La forma convencional conocida en la técnica para definir un compuesto es mediante su nombre químico. Además dice después que tal estructurante tiene otro estructurante con una entapía de gelificación... lo cual es muy confuso. Hacer la aclaración y la precisión necesarias.
2. Menos aún, se define en la reivindicación 2 en la cual se dice que la composición está caracterizada porque "el estructurante es capaz de gelificar" unmezcla. Porque no se debe decir cómo funcionan los componentes sino que debe decirse en forma clara y precisa cuáles son.
3. Las reivindicaciones 25 y 26 mencionan un producto cosmético que incluye una composición y además un recipiente, lo cual no mantiene el principio de la unidad de invención porque las características de este recipiente pertenecen a un campo técnico diferente.
4. En la reivindicación 28 se menciona un paso pero este no corresponde tampoco al proceso para elaborar la composición, sino que se refiere al paso posterior que es el envase, lo cual no mantiene el principio de la unidad de invención. Hacer la corrección del caso.

EXAMINADOR TECNICO DE PATENTES 202007	JEFE DIVISIÓN NUEVAS CREACIONES	Santa Fe de Bogotá, D.C. Julio 4, 2000
--	------------------------------------	---

EXPEDIENTE 00-026091

AUTO 1073

97
2000-08-03
430

LA JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

DISPONE

ARTICULO PRIMERO: Reconocer personería al doctor José Antonio Lloreda, como apoderado del solicitante, en los términos y para los efectos del poder conferido

ARTICULO SEGUNDO: Conforme lo establece el artículo 22 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena, requiérese al solicitante, para que dentro del plazo de treinta (30) días hábiles siguientes a la fecha de notificación del auto, presente respuesta a las observaciones o complemente los antecedentes señalados en el examen de forma.

ARTICULO TERCERO: Notificar por estado el presente auto, advirtiéndole que contra el no procede recurso alguno en la vía gubernativa.

NOTIFIQUESE Y CUMPLASE

Dado en Santafé de Bogotá D.C., a los

01 AGO 2000

LA JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,

ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

NOTIFICADO POR ESTADO

Santafé de Bogotá D.C., 03 AGO 2000 notificado por anotación en estado de esta misma fecha.

VENCIMIENTO NOTIFICACION ESTADO

SOLICITO PRORROGA TERMINO SI___ NO___

VENCIMIENTO TERMINO PRORROGA