



00 26095

DE
DE
ON

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radiación : 00226095 00000000 Folios: 141
Fecha (AMD): 2000-04-10 15:27:42
Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

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 _____

Municipio Weena 455, 3013 AL Rotterdam, Holanda

Ciudad ROTTERDAM Teléfono 009 44 1234 781781

(74) DATOS DEL APODERADO

Nombre JOSE ANTONIO LLOREDA

Dirección y Domicilio Calle 72 No. 5-83 Piso 6°

Ciudad Santafé de Bogotá Teléfono 326 42 70

DATOS DEL INVENTOR

(72) Nombre del Inventor(es) Isabelle Claire Helene Marie Esser, Kevin Ronald Franklin, Lynda Grainger, Adam Jan Kowalski y Kathryn Elizabeth Rowe.

Identificación _____

Dirección Todos residentes en : Unilever Research Port Sunlight, Quarry Road East, Bebington, Wirral Merseyside CH 63 3JW , Reino Unido

Ciudad Merseyside. Teléfono 00944 1234 781781

DATOS DE LA PATENTE DE INVENCION

(54) Título de la Invención " COMPOSICIONES ANTITRANSPIRANTES "

PRIORIDAD REIVINDICADA SI ☒ NO ☐ TIPO DE PRIORIDAD ANDINA ☐ UNIONISTA ☒

(33) País GB (32) Fecha 12-04-99 (31) No. Solicitud 9908223.2 ✓

Para Publicar a los ☐ 6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses a partir de la fecha de la presente Solicitud

(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL

A.61K 7/32, -7/36, 7/38.

RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA INVENCION

Una composición antitranspirante que es una emulsión estructurada de una fase continua que contiene un portador líquido inmiscible en agua más un estructurante, y una fase dispersa que es una solución del activo antitranspirante en agua o una mezcla de agua y un solvente soluble en agua. El estructurante es un sacárido esterificado total o parcialmente. Las composiciones producen poco residuo visible cuando se aplican a la piel o sobre la ropa.

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: si ☒

Copia certificada de la primera solicitud: GB 9908223.2 DE FECHA 12-04-99

Nota: Debe presentarse dentro de los tres (3) meses, contados a partir de la fecha de radicación de la solicitud posterior

Traducción Simple EDUARDO CALADO NOGUERA No. 0240 de Fecha 05-04-00 ☒

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

2

Ref: Expediente 00-026098

Auto:

EL JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

TENIENDO EN CUENTA:

PRIMERO: Mediante escrito radicado el 9 de junio de 2000, el doctor José Antonio Lloreda, en su calidad de apoderado de UNILEVER NV. informó a esta División que por un error de su oficina se anexó de manera equivocada la documentación de la solicitud 00-026095 a la solicitud 00-026098 y viceversa, solicitando la corrección pertinente.

SEGUNDO: Que resulta procedente la petición en el sentido antes indicado, teniendo en cuenta que no hay correspondencia entre lo que indican las solicitudes a folio 1 y el cuerpo de las mismas.

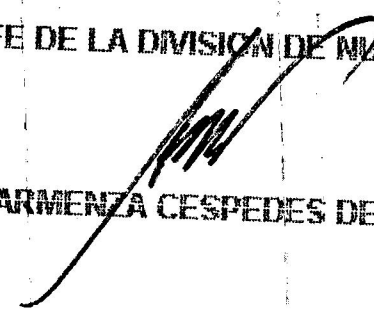
DISPONE

ARTICULO PRIMERO: Reordenar las mencionadas solicitudes teniendo en cuenta el contenido de las mismas, para lo cual se hace necesario efectuar el correspondiente traslado de documentación de la siguiente manera: anexar los folios 2 a 139 del expediente 00-026098 al expediente 00-026095, por otra parte anexar la documentación correspondiente a los folios 2 a 153 del expediente 00-026095 al expediente 00-026098.

ARTICULO SEGUNDO: Anéxese copia del presente auto al expediente 00-026095.

EL JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,

05 JUL 2000

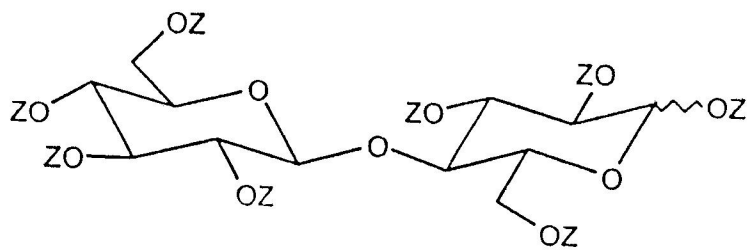

ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

CUMPLASE

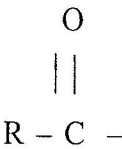
RESUMEN -OBJETO Y FINALIDAD DE LA INVENCION

COMPOSICIONES COSMETICAS

Una composición cosmética preferiblemente una composición antiperspirante, en forma de sólido ó de sólido blando que posee una fase continua la cual contiene un vehículo portador líquido inmiscible en agua y contiene también un estructurante el cual es la celobiosa parcial ó totalmente esterificada de la fórmula



en donde cada Z es independientemente hidrógeno ó un grupo acilo de la fórmula



en donde R representa un grupo hidrocarbilo que contiene de 4 a 22 átomos de carbono. No más de la mitad de los grupos Z son hidrógeno.

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 formulaciones antiperspirantes se han suministrado en una variedad de formas diferentes 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.

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.

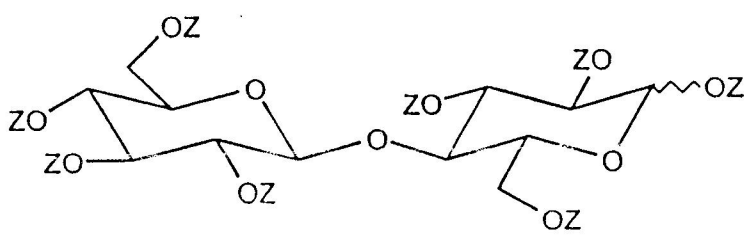
Las barras antiperspirantes se pueden dividir en tres categorías. Las barras del tipo de suspensión las cuales contienen un material en partículas, notablemente un material activo antiperspirante en partículas, suspendido en una fase líquida portadora estructurada. Las barras del tipo de emulsión las cuales normalmente tienen una fase hidrofílica que contiene el ingrediente activo antiperspirante en solución, fase que forma una emulsión con una segunda fase líquida, más hidrofóbica. La fase continua de la emulsión va estructurada. Las barras del tipo de solución las cuales típicamente tienen el material antiperspirante activo disuelto en una fase líquida estructurada la cual puede tratarse de una mezcla de agua y un solvente orgánico miscible en agua. Esta clasificación en barras del

COMPOSICIONES COSMETICAS

ara las

Una composición cosmética preferiblemente una composición antiperspirante, en forma de sólido ó de sólido blando que posee una fase continua la cual contiene un vehículo portador líquido inmiscible en agua y contiene también un estructurante el cual es la celobiosa parcial ó totalmente esterificada de la fórmula

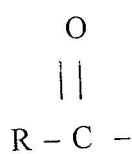
trados
una
os de
bien
los



n o

en donde cada Z es independientemente hidrógeno ó un grupo acilo de la fórmula

nido
se



en donde R representa un grupo hidrocarbilo que contiene de 4 a 22 átomos de carbono. No más de la mitad de los grupos Z son hidrógeno.

presentan normalmente en la naturaleza. Entre los ejemplos de estos se incluyen aquellos alcoholes grasos que son sólidos a temperatura ambiente, tales como el alcohol estearílico, y ceras del tipo de hidrocarburos, y ceras del tipo de siliconas. Tales materiales son ampliamente disponibles, y mediante la apropiada selección de los materiales mismos y sus concentraciones en la formulación, es posible obtener ya sea un sólido blando ó un sólido firme. Ejemplos de estas barras son los que se describen en un artículo de *Cosmetics and Toiletries*, 1990, Vol 105, P75-78 y en las Patentes de los Estados Unidos Nos. 5 169 626 y 4 725 432. Sin embargo, las barras estructuradas con alcohol graso ó con ceras tienden a dejar visible depósitos blancos luego de la aplicación a la piel humana, y los depósitos pueden también transferirse a la ropa cuando ésta se pone en contacto con la piel y el usuario puede, por ejemplo, encontrar marcas blancas en el dobladillo de las prendas sin mangas.

Se han propuesto algunos estructurantes alternativos. El término "gelificante" es con frecuencia empleado en lugar de "estructurante".

En los casos en donde el producto resultante es un líquido de viscosidad incrementada en lugar de ser un sólido ó un gel, el término "espesante" pueden también usarse. Por ejemplo, el uso de dibencilideno sorbitol (DBS) ó de derivados de éste se ha propuesto como gelificante en un buen número de publicaciones tales como las patentes EP-A-512 770, WO 92/19 222, y en las Patentes de los Estados Unidos Nos. 4 954 333, 4 822 602 y 4 725 430. Las formulaciones que contienen tal gelificante pueden sufrir cierto número de desventajas, entre las que se incluyen su inestabilidad en presencia de antiperspirantes de carácter ácido, y comparativamente la necesidad de altas temperaturas de procesamiento para la producción de las barras.

A combinación de una amida de un N-acilaminoácido y ácido 12-hidroxiesteárico para gelificar una formulación no acuosa se describe, por

9

ejemplo, en la patente mundial WO 93/23 008 y en la Patente de los Estados Unidos No. 5 429 816. Sin embargo, las altas temperaturas de procesamiento son necesarias para disolver el gelificante e impedir una gelificación prematura. Cuando se aplica a la piel, la formulación puede ser difícil de lavar (remover), pero la re-formulación con el propósito de solucionar dicho problema puede resultar imposible debido a la necesidad de usar altas temperaturas de procesamiento.

El uso de ácido 12-hidroxiesteárico sin una amida de un N-acilaminoácido a manera de un gelificante secundario se ha descrito en algunos documentos tales como en la Solicitud de Patente Japonesa 05/228915 y en la Patente de los Estados Unidos No. 5 744 130.

En la patente mundial WO 97/11 678 otorgada a Helene Curtis, Inc, se describe el uso del lanosterol como gelificante para preparar geles blandos, algunas veces en conjunción con un derivado hidrolizado del almidón para el caso de composiciones antiperspirantes. Dicho documento incluye una breve referencia a la celulosa como un posible ingrediente. La celulosa es por supuesto un polímero.

En la patente mundial WO 98/34 588 expedida a Lancaster Grupo GmbH, se describe el uso del lanosterol a manera de un gelificante para composiciones cosméticas basadas en aceites, las cuales contienen un material activo cosmético, como por ejemplo un desodorante, si bien no se ejemplifica qué desodorante.

La Solicitud de Patente Europea EP-A-400 910 revela composiciones cosméticas en las cuales una forma en polvo de la celulosa se utiliza a manera de un absorbente del material líquido. En uno de los ejemplos incluidos, tal polvo se utiliza para absorber una silicona volátil y el material resultante se utiliza a manera de un ingrediente en partículas en una barra la cual también contiene un ingrediente activo antiperspirante en partículas y un polímero aglutinante.

Se han revelado barras antiperspirantes, del tipo emulsión, sin ningún material identificado como estructurante en las Patentes de los Estados Unidos Nos. 4 673 570, 4 948 578 y 5 587 153.

Composiciones cosméticas diferentes a las composiciones antiperspirantes las cuales toman la forma de líquidos estructurados se describen, por ejemplo, en la Patente de los Estados Unidos No. 3 969 087, en donde se revela además el uso de N-acilaminoácidos y derivados de éstos como agentes gelificantes, y en la Patente de los Estados Unidos No. 5 486 566 que utilizó ácido 12-hidroxiesteárico.

RESUMEN DE LA INVENCION

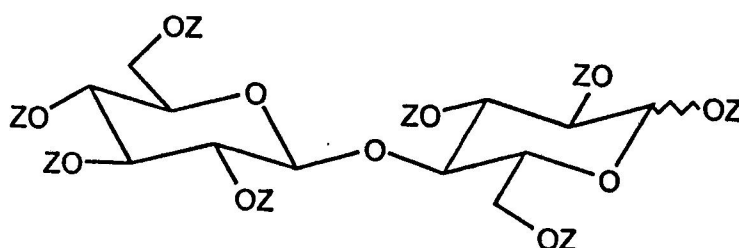
Es un objetivo de la presente invención proporcionar composiciones cosméticas espesadas o estructuradas, especialmente, pero no exclusivamente, composiciones antiperspirantes, en las cuales un material portador líquido se espesa o estructura usando un agente estructurante el cual es diferente de aquellos mencionados anteriormente. Un objetivo adicional de la invención es proporcionar un estructurante que pueda exhibir propiedades superiores frente a por lo menos algunos de los estructurantes que se han venido previamente utilizando.

Un objetivo más de por lo menos algunas formas de la invención, es proporcionar composiciones que exhiban muy pocos depósitos visibles.

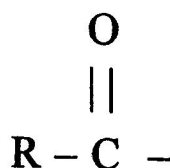
Ciertas formas particularmente preferidas de la invención tienen el objetivo de suministrar composiciones que presenten buen grado de transparencia, v.g., son translúcidas o incluso transparentes.

En concordancia con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición apropiada para uso cosmético que tiene una fase continua la cual comprende un vehículo portador líquido inmiscible

en agua y un estructurante de éste el cual es celobiosa parcial o totalmente esterificada en donde por lo menos la mitad de los grupos hidroxilo disponibles han sido esterificados para portar grupos acilo que contienen por lo menos cuatro átomos de carbono. Tal compuesto posee la fórmula:



en donde cada Z es independientemente hidrógeno ó un grupo acilo de la fórmula



en donde R representa un grupo hidrocarbilo que contiene de 4 a 22 átomos de carbono, con la condición de que no más de la mitad de los grupos Z sean hidrógeno.

La celobiosa parcial o totalmente esterificada funciona como agente estructurante o espesante para el vehículo portador líquido inmiscible en agua y cuando se usa en una suficiente cantidad, la cual probablemente es menor de 15% de la composición total, es capaz de estructurar dicho líquido para formar un gel con suficiente rigidez como para sostener su propia configuración.

Si acudir a disquisiciones teóricas ni a explicaciones específicas, se cree que la celobiosa esterificada forma una red de fibras o filamentos que se extienden a través de toda la fase líquida. Con el calentamiento del gel a la temperatura de gelificación del gel, los filamentos de estructurante se disuelven y la fase líquida se torna más móvil.

Con el fin de promover excelentes propiedades sensoriales en el momento de su uso, se prefiere incluir aceite de silicona en el líquido portador inmiscible en agua. La cantidad de aceite de silicona puede ser por lo menos el 10% en peso de la composición y/o por lo menos el 40% en peso del líquido portador inmiscible en agua.

El etanol proporciona un efecto de enfriamiento luego de la aplicación a la piel, debido a que es muy volátil. Se prefiere que el contenido de etanol o de cualquier otro alcohol monohídrico con una presión de vapor superior a 1,3 kPa (10 mmHg) no sea mayor al 15%, mejor aún no mayor a 8% en peso de la composición.

Tal como será explicado con más detalle más adelante, el líquido portador inmiscible en agua estructurado puede constituir la fase continua de una composición con una segunda fase dispersa, ya sea una emulsión o una suspensión de un sólido en partículas. Tal sólido puede tratarse de un ingrediente activo antiperspirante en partículas. Una fase dispersa puede corresponder a una solución de un ingrediente activo antiperspirante en agua o en otro solvente hidrofílico.

Ciertas prácticas o formas preferidas de la presente invención son aquellas concernientes a la obtención de composiciones que son translúcidas o transparentes. 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 pueden corresponder 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, v.g., sean aproximadamente iguales. 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. Cuando el estructurante es un éster de la celobiosa de C_9 ó C_9 , v.g., ácidos octanoico ó nonanoico, se ha encontrado que un rango ubicado entre 1,40 – 1,50, preferiblemente entre 1,41 – 1,47 en los índices de refracción es el apropiado, tal como se explicará en más detalle más adelante.

Una considerable ventaja de los materiales estructurantes preferidos acordes con la presente invención es que ellos poseen un índice de refracción con un valor conveniente de tal manera que no es difícil formular el resto de la composición para que exhiba un índice de refracción suficientemente cercano, y por otra parte los estructurantes particularmente preferidos son tolerantes de algún grado de disparidad entre sus índices de refracción y los índices de refracción igualados de las fases dispersas y continuas.

Otras ventajas de materiales estructurantes preferidos de la presente invención son que éstos no requieren altas temperaturas de procesamiento y que son químicamente estables, tanto durante procesamiento como en las composiciones resultantes. El hecho de evitar las altas temperaturas de procesamiento puede ser especialmente valioso cuando la composición contiene parte de agua u otro constituyente volátil.

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.

Un segundo aspecto de la invención por lo tanto proporciona un producto cosmético 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 el primer aspecto de la invención en el recipiente.

Las composiciones de la presente invención pueden producirse por procesos convencional para la obtención de sólidos o de sólidos blandos en emulsión o en suspensión.

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

- incorporación dentro de un vehículo portador líquido inmiscible en agua de un estructurante el cual es dicha celobiosa parcial o totalmente esterificada,
- si se requiere, mezclado del líquido portador con una fase dispersa líquida o sólida a ser suspendida dentro de éste,
- calentamiento del líquido portador o 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

- 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.

Un sólido suspendido puede tratarse de un ingrediente activo antiperspirante, y una fase dispersa puede serlo una solución de tal ingrediente activo en un solvente hidrofílico o polar.

De acuerdo con un cuarto aspecto de la presente invención, se proporciona a método para prevenir o reducir la perspiración en la piel humana que comprende la aplicación tópica a la piel de una composición que comprende un ingrediente activo antiperspirante, un vehículo portador líquido inmiscible en agua y un estructurante de éste el cual es celobiosa parcial o totalmente esterificada.

DESCRIPCION DETALLADA Y PRACTICAS DE LA INVENCION

Tal como se mencionó anteriormente, la invención exige la inclusión de celobiosa parcial o totalmente esterificada a manera de material estructurante de una fase líquida inmiscible en agua. Otros materiales puede también estar presentes dependiendo de la naturaleza de la composición. A continuación se discutirán los diversos materiales y se indicarán las características y posibilidades preferidas para cada caso.

Celobiosa esterificada

La estructura principal del estructurante es la celobiosa. Esta contiene dos residuos glucosa unidos a través de un enlace β -1,4. La celobiosa debe esterificarse en muchos, si nó en todos los grupos hidroxilo disponibles. Es conveniente utilizar celobiosa que haya sido completamente esterificada pero puede emplearse celobiosa parcialmente

esterificada a condición de que por lo menos la mitad de los grupos hidroxilo hayan sido esterificados, mejor aún, una proporción mayor tal como por lo menos 5 ó 6 por cada 8 grupos hidroxilo.

Los grupos acilo deberán contener por lo menos 4 átomos de carbono. Es improbable que éstos contengan más de 22 átomos de carbono. Se prefiere que los grupos acilo sean alifáticos con 6 - 18 ó 19 átomos de carbono y más particularmente preferido que cada grupo acilo incorpore un cadena alquílica o alquenílica de 5 a 12 ó de 18 átomos de carbono de tal manera que el grupo acilo contenga 6 - 13 ó 19 átomos de carbono. Grupos acilo particularmente preferidos son los que incorporan una cadena alquílica lineal de 7 - 10 átomos de carbono y corresponden por consiguiente a octanoil, nonanoil, decanoil o 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. El mismo artículo también describe la preparación de los beta anómeros de octa-alcanoatos de celobiosa a través de una ruta de síntesis que utiliza el apropiado ácido cloruro en presencia de piridina. Sin embargo, hemos encontrado que los alfa anómeros son estructurantes más eficaces.

La cantidad de estructurante celobiosa esterificada en una composición de la presente invención se encuentra probablemente entre 0,1 ó 0,5 a 15% en peso de la composición total y preferiblemente desde 0,5 hasta 8% ó 10%, probablemente entre 1 - 8%. Si la composición es una emulsión con una fase dispersa separada, la cantidad de celobiosa esterificada estructurante probablemente se encontrará entre 0,5 - 20% ó incluso 25% en peso de la fase continua, más probablemente entre 1% - 15% de esta fase.

Líquido Portador

El líquido portador inmiscible en agua 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 $-O-Si(CH_3)_3$ pendentos (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 copolioles 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 portador líquido 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% ó 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 adicionales 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, pero estos pueden usarse solo como parte del líquido portador, deseablemente en una proporción no mayor al 20%, y posiblemente menor del 10% en peso del vehículo portador líquido inmiscible en agua.

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 alcoholes $C_1 - C_{20}$ 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 al momento de usar la 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 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 entre el 20 - 60% en peso del líquido portador.

Fase Líquida Dispersa

Si la composición es una emulsión en la cual la celobiosa esterificada 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. C₁ - C₄ 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. Pueden suministrar una excelente dureza aún si la concentración del estructurante celobiosa esterificada pueda representar apenas un pequeño porcentaje de la composición total.

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 polioxiálquileo, especialmente una porción molecular polioxiétileno que con frecuencia contiene desde aprox. 2 - 80, y especialmente 5 - 60 unidades oxietilénicas, y/o contienen un compuesto polihidroxiado tal como glicerol ó sorbitol u otro alditol como porción molecular hidrofílica. La porción molecular hidrofílica puede contener polioxiopropileno. 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 polihidroxiado tal como el glicerol ó el sorbitol u otros alditoles. Entre los ejemplos de emulsificantes se incluyen aquellos conocidos con los nombres de cetareth como los cetareth-10 a cetareth-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

Si la composición es un antiperspirante, ésta contendrá un ingrediente activo antiperspirante. Los ingredientes activos antiperspirantes, son preferiblemente incorporados 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 $\text{Al}_2(\text{OH})_x\text{Q}_y \cdot w\text{H}_2\text{O}$ en donde Q representa cloro, bromo ó yodo, x varía entre 2 y 5, y en donde $x + y = 6$, mientras que $w\text{H}_2\text{O}$ 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: $\text{ZrO}(\text{OH})_{2n-nz}\text{B}_z \cdot w\text{H}_2\text{O}$ 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 una 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 portador líquido 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 (de remoción de la composición), 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 $C_8 - C_{22}$ y una porción molecular hidrofílica que puede comprender un grupo polioxialquileno (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 de la celobiosa esterificada - 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. Los estructurantes no poliméricos, algunas veces referidos como gelificantes, pueden seleccionarse entre ácidos grasos ó sales de éstos, tales como el ácido esteárico o el estearato de sodio ó el ácido 12-hidroxiesteárico. Gelificantes adicionales puede ser los 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 pueden 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.

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.

Cuando los estructurantes son ésteres de la celobiosa de ácidos grasos C_9 o más cortos, hemos encontrado que el valor al cual los índices de refracción de las fases continua y dispersa deben 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.

Cuando los estructurantes son ésteres de ácidos C_{10} o más largos, los índices de refracción igualados de las dos fases tendrán que ser cercanos a 1,48. Para el caso de la celobiosa octa-decanoato, se necesita que el índice de refracción de las dos fases esté por encima de 1,44 y

preferiblemente por encima de 1,45 con el fin de obtener un nivel alto translucidez.

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 celobiosa esterificada 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 de la celobiosa esterificada. 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 Mecánicas 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 protruiera 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 preparaci3n de la superficie pero apenas tenían una suficiente 3rea superficial para efectuar una sola prueba de indentaci3n.

Los datos asociados con cada prueba se manejaron usando el software standard previsto para el c3lculo de la dureza, H , usando la siguiente ecuaci3n:

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

en donde F_{max} es la carga pico y A_p es el 3rea proyectada de la indentaci3n que queda luego de retirar la carga. Esta 3rea puede calcularse geom3tricamente a partir de la profundidad de la indentaci3n pl3stica. Esta es ligeramente menor a la profundidad de penetraci3n total medida bajo carga debido a la deformaci3n el3stica de la muestra. La profundidad de indentaci3n pl3stica se calcula a partir de una gr3fica de profundidad de penetraci3n 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 recuperaci3n el3stica inicial de la muestra. La profundidad de indentaci3n pl3stica se calcula con base en el punto de intersecci3n entre el eje de fuerza cero y una lnea recta trazada como tangente a la parte inicial de la pendiente sin carga.

Tambi3n se hicieron mediciones similares de dureza usando una m3quina de pruebas Instron Universal de escritorio (*Instron Universal Testing Machine* (Model 5566) acoplada a una celda de carga de 10 N, y los an3lisis de los datos se realizaron de la misma manera.

iii) Deposici3n y blancura del d3posito

Otra prueba de las propiedades de una composici3n 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 substrato.

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 celobiosa 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 celobiosa esterificada 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°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 el tipo de 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°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 22°C.

- 1 & 2) Siliconas cíclicas volátiles (ciclometiconas) DC 245 y DC 345 (Dow Corning)
- 3 & 4) Siliconas fluidas no volátiles DC 556 y DC 710 (Dow Corning)
- 5) Polidecene (Silkflo 364NF from Albemarle)
- 6) Alcohol isoestearílico (abreviadamente ISA - Prisorine 3515 from Unichema)
- 7) Alquilbenzoatos C₁₂₋₁₅ (Finsolv TN, producidos 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) Cetil dimeticona copoliol (Abil EM90, emulsificante producido por T. Goldschmidt)
- 12) Complejo de Al/Zr Tetraclorohidrex glicina (AZAG - 7167 producido por Summit)
- 13) Solución acuosa al 50% de pentaclorohidrato de Al/Zr (Zirkonal 50 producido por Giulini)
- 14) Talco superfino (tamaño de partícula aprox. 5 μ , producido por Cyprus Minerals)

- 15) Glicerol (producido por Aldrich)
- 16) Propilenglicol (producido por Fisons)
- 17) Complejo de Al/Zr Tetraclorohidrex -glicina al 30% en propilenglicol (WA2Z 8106, producido por Westwood)
- 18) Complejo de Al/Zr tetraclorohidrex glicina (AZG-375, producido por Summit)
- 19) Isohexadecane (Permethyl 101A producido por Presperse Inc)
- 20) Isoeicosane (Permethyl 102A producido por Presperse Inc).
- 21) Bis-fenilpropildimeticona, una silicona no volátil fluida (SF 1555, producida por G E Siliconas)
- 22) Poligliceril polirricinolato (Quest PGPR)
- 23) 1-octildodecanol (Eutanol G, producido por Henkel/Cognis)
- 24) Poliisobuteno hidrogenado (Panalene-L-14E, producido por Amoco)
- 25) Poliisobuteno Hidrogenado (Fancol 800, producido por Fanning Corp)
- 26) Poligliceril-3-diisoestearato (Lameform TGI, producido por Henkel/Cognis)
- 27) Poligliceril-2-dipolihiidroxiestearato (Dehymuls PGPH, producido por Henkel/Cognis)
- 28) Polialfa olefinas (Puresyn 4, producido por Mobil Chemical)
- 29) Cetareth 20 (Eumulgin B2, producido por Henkel)
- 30) Alcoholes C_{20-C40} (Unilin 425, producido por Petrolite)

Ejemplo 1

Se esterificó la celobiosa con ácido nonanoico para obtener el producto completamente estearificado 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 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 desarrollaba 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 beaker 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 .

Se siguió el mismo procedimiento usando ácidos de cadenas de longitud diferente. En la siguiente tabla se muestran los ácidos usados y detalles de los productos.

Acido Utilizado	Propiedades del Producto			
	Punto de Fusión (°C)	% de α -anómero	% completamente esterificado	Comentarios
Hexanoico	104,9	95%	86%	-sin ácido libre -sólido blanco
Heptanoico	110	100%	100%	-agujas blancas
Octanoico	10	98%	100%	-sin ácido libres -polvo esponjoso blanco
Nonanoico	101	93,5%	93,5%	-0,3% de ácido libre -polvo blancuzco
Decanoico	97	87%	85,4%	-sin ácido libre -polvo blancuzco
Undecanoico	101-104	98,9%	100%	-polvo blanco -trazas del ácido libre
Dodecanoico	60-61*	80%	70%	-2% del ácido libre -polvo blancuzco
Octadecanoico	92	83%	74%	-sin ácido libre -polvo blancuzco
Nonanoico y decanoico en proporciones equimolares	90	86%	90%	-1-4% del ácido libre C_9 -1-3% del ácido libre C_{10} -polvo blancuzco

* El punto de Fusión se redujo debido a impurezas de metildodecanoato

Ejemplo 2

Las muestras de 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 reposo 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, 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 cuando se volvió a fundir (Temp. de Re-fusión) y el porcentaje de transmitancia de luz (expresada como % T) a través de 1 cm del gel a 580 nm. En unos pocos casos la formación de gel se llevó a cabo a manera de una prueba en una escala más pequeña, con lo cual se pudieron registrar menos datos.

Gelificación con α -celobiosa octa-hexanoato ("CB6" R = $\text{COC}_5\text{H}_{11}$)						
Líquido	% CB6	Temp. de Disol.	Temp. de Gelif.	Temp. de Re-fusión	%T	Apariencia visual del Gel
ISA (6)	5	53	26	45	76	Blando & transparente
DC 345 (2)	5	90	59	70	0,03	Medio* & opaco
DC 556 (3)	5	58	30	50	78	Muy blando & transparente
Silkflo 364 NF (5)	5	80	65	70	27	Muy Blando & transparente
Fluid AP (9)	5	65	30	53	46	Blando & transparente
DC 345: Fluid AP proporción en peso 80:20	5	72	30	55	56	Medio/duro & transparente

* Medio =Textura media, entre blanda y dura

Gelificación con α -celobiosa octa-heptanoato ("CB7" R = COC ₆ H ₁₃)						
Líquido	% de CB7	Temp. de Disol.	Temp. de Gelif.	Temp. de Re-fusión	%T	Apariencia visual del Gel
ISA (6)	5	41	25	41		Gel muy blando & transparente -> ocurrió crecimiento de cristales
DC 345 (2)	5	51	38	51		Medio & transparente -> crecimiento de cristales
Silkflo 364 NF (5)	5	57	48	57		Muy blando & opaco
Fluid AP (9)	5	55	35	55		Muy blando & opaco -> crecimiento de cristales

Gelificación con α -celobiosa octa-octanoato ("CB8" R = COC ₇ H ₁₅)						
Líquido	% de CB8	Temp. de Disol.	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" R = $\text{COC}_8\text{H}_{17}$)						
Líquido	% de CB9	Temp. de Disol.	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 556(3)	5	69	29	52	81	Duro & transparente
Silkflo 364 NF (5)	5	71	40	55	78	Duro & transparente
Fluid AP (9)	5	82	38	55	37	Blando/medio & transparente
DC 345: Fluid AP proporción en peso 80:20	5	68	28	54	39	Blando/medio & transparente
DC 710 (4)	5	82	48	62	11	Medio & translúcido
DC 710:DC 345 proporción en peso 60:40	5	74	33	60	4	Duro & translúcido

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
Fluid 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: Fluid 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

Gelificación con α -celobiosa octa-undecanoato ("CB11" R = $\text{COC}_{10}\text{H}_{21}$)			
Líquido	% CB11	%T	Apariencia Visual del Gel
ISA (6)	5	-	Gel opaco
DC 245 (1)	5	0,4	Gel opaco
DC 556 (3)	5	34	Gel transparente
	10	22	Gel transparente
	15	18	Casi un gel transparente
Silkflo 364NF (5)	5	58	Gel transparente
	10	45	Gel transparente
	15	37	Gel transparente
Aceite Mineral (8)	5	-	Gel blando opaco
	10	-	Gel opaco
Fluid AP (9)	5	-	Gel opaco
DC 245: Finsolv TN proporción 80:20 en peso	5	3	Gel transparente
	15	0,3	Gel opaco
DC 245: Silkflo 364 NF proporción en peso 40:60	5	5,2	Gel translúcido
	10	1,0	Gel translúcido
	15	1,3	Gel translúcido
DC 245: Silkflo 364 NF proporción en peso 20:80	5	28	Gel transparente
	10	21	Gel transparente
	15	11	Gel translúcido
DC 710 (4): DC 345 proporción en peso 60:40	5	13	Gel casi transparente
	10	7	Gel translúcido

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	0,01	Blando & opaco
	7	82	77			Medio & opaco
	10	82	81			Blando & opaco

Ejemplo 3

Se esterificó la celobiosa con una cantidad menor a la estequiométrica de ácido nonanoico para obtener un producto parcialmente esterificado, siguiendo un procedimiento general similar al usado en el Ejemplo 1.

Se utilizaron los siguientes materiales:

β -D-celobiosa, 2,5 gramos, $7,3 \times 10^{-3}$ moles

Acido nonanoico, 5,78 gramos, $3,65 \times 10^{-2}$ moles

Anhídrido trifluoroacético, 2,91 gramos, $1,38 \times 10^{-2}$ moles.

En un recipiente de fondo redondo de 3 bocas equipado con un agitador de ubicación superior, un condensador de agua y una abertura de adición se colocó el ácido nonanoico junto con el anhídrido trifluoroacético. La mezcla clara resultante se agitó y se calentó a 100°C. El color de la mezcla de reacción oscureció. La celobiosa se agregó lentamente y se formó una suspensión gris. La mezcla de reacción se mantuvo a 100°C durante 6 horas y luego se dejó enfriar a la temperatura ambiente del laboratorio. Se mezclaron 100 mL de metanol enfriado en hielo que contenían 10% de agua con el contenido del recipiente de reacción. Se formó un producto fino blanco. Este se filtró y se lavó con porciones adicionales de metanol/agua antes de secar en un horno al vacío. El rendimiento fue de 2,5 gramos.

El espectro infrarrojo exhibió picos de absorción a $1\,744\text{ cm}^{-1}$ y a $3\,340\text{ cm}^{-1}$ correspondientes al grupo carbonilo del éster y a los grupos hidroxilos libres respectivamente. La espectrometría de masas reveló la presencia de celobiosa no acilada y de los ésteres penta, hexa, hepta y octa-nonanoato de la celobiosa. No se pudieron observar los mono- di- y tri-ésteres.

La capacidad de dicha celobiosa parcialmente esterificada para gelificar líquidos inmiscibles en agua se sometió a prueba usando el siguiente procedimiento en el cual se incluyó la celobiosa completamente acilada para efectos de comparación. En este procedimiento un gran número de geles pueden prepararse simultáneamente.

Se prepararon geles en una placa de microvaloración de vidrio con 96 orificios (8 por 12 filas). Cada orificio tenía un volumen de aprox. 1 mL. Se colocaron 0,01 g de cada material celobiosa esterificado en 8 orificios consecutivos de una sola fila. Se agregaron aproximadamente 0,2 g del líquido requerido en cada orificio. Se colocó una tapa de vidrio en la parte superior de la placa. Se colocó durante 2,5 horas cuidadosamente la placa en un horno de gabinete asistido con un ventilador termostáticamente controlado a 150°C. A continuación se removió la placa del horno y se dejó enfriar naturalmente a temperatura ambiente del laboratorio. El contenido de cada orificio se evaluó después de 18 horas. La evaluación se llevó a cabo mediante inspección visual y suministrando pequeños golpecitos al contenido de cada orificio con una microespátula.

Los resultados obtenidos fueron:

Líquido	α -C9 Celobiosa completamente acilada	α -C9 Celobiosa parcialmente acilada	α -C10 Celobiosa completamente acilada
Aceite mineral (8)	Gel duro	No se formó gel	Gel Duro
Fluid AP (9)	Gel medio/duro	Gel blando	Gel Duro
Polideceno (5)	Gel duro	Gel blando	Gel Duro
DC 556 (3)	Gel duro	Gel blando	Gel Duro
Alcohol isoestearílico (6)	Gel duro	No se formó gel	Gel Duro

Esto demuestra que puede utilizarse la celobiosa parcialmente esterificada, sin embargo el compuesto completamente esterificado es superior.

Ejemplo 4

Se prepararon barras antiperspirantes del tipo de suspensión usando un líquido inmiscible en agua líquido o una mezcla de líquidos inmiscibles en agua, un ingrediente activo antiperspirante y celobiosa esterificada. En todos los casos el procedimiento se realizó como sigue: el líquido o la mezcla de líquidos se calentó a una temperatura 5 - 10°C por encima de la temperatura a la cual se observó que la celobiosa esterificada se disolvió en una prueba preliminar. Durante este calentamiento el líquido se mezcló suavemente usando un mezclador Silverson. Se agregó la celobiosa esterificada y se dejó disolver. A continuación, se agregó el ingrediente activo antiperspirante en partículas a esta solución. La mezcla resultante se dejó enfriar (o, se calentó si fue necesario) mientras se mezclaba suavemente hasta que alcanzó una temperatura aprox. 5 - 10° por encima del punto de gelificación. En esta etapa, la mezcla se vertió en recipientes cilíndricos para barras antiperspirantes y se dejó enfriar sin disturbarse más hasta que la formulación solidificó.

Las barras resultantes se evaluaron por lo menos 24 horas después a temperatura ambiente del laboratorio. En todos los casos se anotó la apariencia de la barra, la dureza se determinó mediante un penetrómetro, y con un analizador de textura y se llevaron a cabo las pruebas de deposición y de blancura de los depósitos resultantes, usando los procedimientos antes descritos.

Las formulaciones preparadas y las propiedades de las barras resultantes se ilustran en la tabla presentada más adelante. Las pruebas de dureza y blancura del depósito también se llevaron a cabo con una barra blanca comercial (CWS, sigla en inglés) estructurada con 15% de alcohol estearílico y 3% de cera de castor, porcentajes con base en el peso total de la composición.

En la TABLA: "Celobiosa esterificada C₁₂" = celobiosa esterificada con ácido dodecanoico, de la manera descrita en el Ejemplo 1.

"Celobiosa esterificada C₉/C₁₀" = celobiosa esterificada con una mezcla equimolar de ácidos nonanoico y decanoico, de la manera descrita en el Ejemplo 1.

Ejemplo	CWS	4.1	4.2	4.3	4.4	4.5	4.6	4.7
	% en peso							
Ciclometicona DC 245 (1)		68,50	54,80	52,80	66,00	51,05	52,80	66,00
Polideceno (5)		---	13,70	13,20	---	9,95	13,20	---
Celobiosa esterificada C ₁₂		7,50	7,50	10,00	10,00	15,00	---	---
Celobiosa esterificada C ₉ /C ₁₀		---	---	---	---	---	10,00	10,00
AZAG 7167 (12)		24,00	24,00	24,00	24,00	24,00	24,00	24,00
Profundidad de la penetración (mm)	9,40	---	11,2	13,5	12,6	---	16,2	12,0
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	---	---	0,26	0,18	0,21	0,50	0,11	0,24
Blancura sobre papel gris 24 horas después de la deposición	118	80	26	25	50	---	25	37
Blancura sobre paño negro de lana 24 horas después de la deposición	186	102	18,5	27	90	---	28	92

Ejemplo 5

Se prepararon dos productos sólidos blandos con base en las siguientes formulaciones:

Ingrediente		% en peso	
Ciclometicona DC 245	(1)	55,0	55,45
Polideceno	(5)	13,0	13,86
Celobiosa esterificada (completamente esterificada con ácido graso C18)		4,0	-
Celobiosa esterificada (completamente esterificada con ácidos grasos C9 y C10)		-	2,97
Talco	(14)	4,0	3,96
AZAG 7167	(12)	24,0	23,76

Se mezclaron los líquidos y el estructurante celobiosa esterificada y se calentaron con agitación suave utilizando un mezclador Silverson hasta alcanzar una temperatura aprox. 20 - 30°C por encima de la temperatura mínima a la cual la celobiosa esterificada podría disolverse. El ingrediente activo antiperspirante en partículas y el talco se agregaron con un mezclado más vigoroso. Luego se enfrió la mezcla manteniendo el mezclado continuo hasta que la temperatura cayera un poco por debajo de la temperatura de gelificación medida durante una prueba preliminar. Después se vertió la mezcla (la cual era aún móvil) en un recipiente cilíndrico para barras y se dejó enfriar a la temperatura ambiente del laboratorio.

Ambas formulaciones produjeron sólidos esparcibles y extruibles los cuales eran capaces aún de mantener su propia configuración durante el almacenamiento durante un período de 24 horas a 50°C.

Ejemplo 6

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 los demás 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 estructurada con alcohol estearílico y cera de castor.

Ejemplos	6.1	6.2	6.3	6.4	6.5	6.6
	% en peso					
Ciclometicona DC 245 (1)	18	22,25	21,7	45,5	-	-
Ciclometicona DC 345 (2)	-	-	-	-	23,8	24,4
Aceite mineral (8)	-	-	-	-	22,9	23,4
Polideceno (5)	22,75	27,5	27,4	-	-	-
PPG-14 Butil Eter (9)	4,5	5,5	5,4	-	-	-
Celobiosa esterificada -C ₉	3,75	3,75	4,5	-	-	-
Celobiosa esterificada -C ₁₀	-	-	-	2,5	4,8	2,4
Copoliol cetil dimeticona (13)	1	1	1	2	1	1
Zirkonal 50 (15)	40	40	40	40	38	38
Glicerol (15)	-	-	-	-	9,5	10,8
Agua	10	-	-	10	-	-
	Propiedades					
Profundidad de la penetración (mm)	16,8	17,5	15,7	40	12,5	-
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	31	-	-
Blancura sobre lana negra 24 horas después de la deposición	28	29	27	11	-	-

N.B.: una proporción de 40% de Zirkonal 50 proporciona 20% de antiperspirante activo y 20% de agua.

Ejemplos	6.7	6.8	6.9	6.10	6.11	6.12
	% en peso					
Ciclometicona DC 245 (1)	-	23,5	20,95	19,8	20,95	22,3
Ciclometicona DC 345 (2)	23,3	-	-	-	-	-
Aceite mineral (8)	23,3	22,2				21,0
Polideceno (5)				25,9		
PPG-14 Butil Eter (9)				-		
DC 556 (3)			24,75			
Alcohol isoestearílico (6)	-	-	-	-	24,8	-
Celobiosa esterificada -C ₉		-	-	-	-	-
Celobiosa esterificada -C ₁₀	2,4	2,5	2,5	2,5	2,5	5
Copoliol cetil dimeticona (13)	1	1,8	1,8	1,8	1,75	1,7
Zirkonal 50 (15)	40	40	40	40	40	40
Glicerol (15)	10	10	10	10	10	10
Agua	-	-	-	-	-	-
	Propiedades					
Profundidad de la penetración (mm)		22,7	25,6	25,0	29,0	17,8
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)				-		
Blancura sobre papel gris 24 horas después de la deposición		27	25	22	23	28
Blancura sobre paño de lana negro 24 horas después de la deposición		17	13	15	11	16

Ejemplo 7

Un número dado de aceites, con varios valores de índice de refracción, se gelificaron con celobiosa octa-éster, o con otro estructurante tal como se establece en la tabla presentada a continuación. La claridad de los geles se determinó mediante la medición de la transmisión de la luz a 580 nm, cuando un espesor de 1 cm de gel en la cubeta se colocó en un espectrofotómetro de haz de luz a 20 - 25°C.

En la siguiente tabla se presentan los resultados, en donde: Disparidad entre Índices de refracción = Índice de refracción del líquido - índice de refracción del estructurante.

	Disparidad entre Índices de Refracción				
Estructurante y su Índice de Refracción	-0,08	-0,04	-0,02	0,0	+0,06
5% de Celobiosa octa-nonanoato (~ 1,48)	16%	40%	63%	~100%	13%
5% de Celobiosa octa-dodecanoato (~ 1,48)	<0,02%	2%	16%	40%	3%
5% de Celobiosa octa-octadecanoato (~ 1,48)	<0,01%	<0,01%	<0,1%	6%	<0,05%
5% de Di-n-butilamida del ácido N-lauroil glutámico (GP1) (~1,48)	<0,01%	<0,01%	6%	63%	25%
2,5% de Acido 12-hidroxiestearico (~1,52)	16%	40%	63%	~100%	sin datos

Puede observarse que la disparidad entre los índices de refracción reducen la transmitancia de la luz. La celobiosa octa-nonanoato es mucho más tolerante de dicha disparidad que los ésteres de celobiosa con ácidos de cadena más larga y los gelificantes del tipo de amidas de N-acilaminoácidos. El ácido 12-hidroxiestearico también es tolerante de dicha disparidad pero exige que los líquidos sean igualados o llevados a su más alto índice de refracción posible.

Ejemplo 8

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 6 para preparar un número dado de barras del tipo de emulsión con base en las formulaciones indicadas en las siguientes Tablas. Se formularon las fases continuas y dispersas de modo que tuvieran índices de refracción muy cercanos al valor dado en las Tablas. Estas barras se prepararon en la forma antes descrita y sus propiedades también se encuentran en resumidas en las Tablas.

Ejemplos	8.7	8.8	8.9	8.10	8.11	8.12
	% en peso					
Ciclometicona DC 245 (1)	16,75	18	14,02	28,4	4,5	
Ciclometicona DC 345 (2)						4,4
Aceite mineral (8)	-	-	-	-		43,4
Polideceno (5)	20,75	22,75	17,72	13,1	50,75	
PPG-14 Butil Eter (9)	4	4,5	3,51	3,75	-	
Alcohol isostearílico (6)	-	-	-	-	-	
Celobiosa esterificada C ₉	7,5	3,75	3,75	3,75	3,75	
Celobiosa esterificada C ₁₀						2,4
Copoliol cetil dimeticona (11)	1	1	1	1	1	1
Zirkonal 50 (13)	40	-	40	40	-	
Westwood activo (17)						48,8
Glicerol (15)	10	4	17,5	6,25	12	
Agua	-	14	2,5	3,75	8	
Propilen Glicol (16)	-	12	-	-	-	
AZG 375 (18)	-	20	-	-	20	
	Propiedades					
Indice de refracción igualado de las fases	1,43	1,43	1,43	1,42	1,45	1,46
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 de lana negro 24 horas después de la deposición	25	28	25	31	19	-
Transmitancia a 580 nm	48%	82%	65%	30%	72%	74%

64

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 isostearílico (6)	-	-	-	4,25	4,25	-
Celobiosa octa-nonanoato	3,75	3,75	3,75	3,75	3,75	5
Copoliol cetil dimeticona (11)	1	1	1	1	1	1
Zirkonal 50 (13)	40	40	40	40	40	40
Glicerol (15)	10	10	7,5	10	7,5	10
Agua	-	-	2,5	-	2,5	-
PG (16)	-	-	-	-	-	-
AZG 375 (18)	-	-	-	-	-	-
	Propiedades					
Indices de refracción iguales 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 de lana negro 24 horas después de la deposición	-	24	28	25	30	26
Transmitancia a 580 nm	-	38%	33%	41%	35%	51%

Ejemplos	8.13	8.14	8.15	8.16	8.17
	% en peso				
Ciclometicona DC 245 (1)	41,85	35,4	10,04	10,64	6,96
Permethyl 101A (19)	2,15				
Permethyl 102A (20)	-	8,6			
Polideceno (5)			12,7	13,45	8,8
PPG-14 Butil Eter (9)			2,51	2,66	1,74
Celobiosa esterificada C ₉	5	5	3,75	2,25	1,5
Copoliol cetil dimeticona (11)	1	1	1	1	1
Zirkonal 50 (15)	40	40	52,71	52,71	60,24
Glicerol (15)	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 de lana negro 24 horas después de la deposición	122	24	15	16	
Transmitancia a 580 nm	2,7%	5%	33%	73%	

En la tabla anterior, el Ejemplo 8.17 es una barra con un porcentaje alto de fase interna. Se observó que esta tenía una excelente claridad, pero no era muy dura (aunque capaz de mantener su propia configuración).

Ejemplo 9

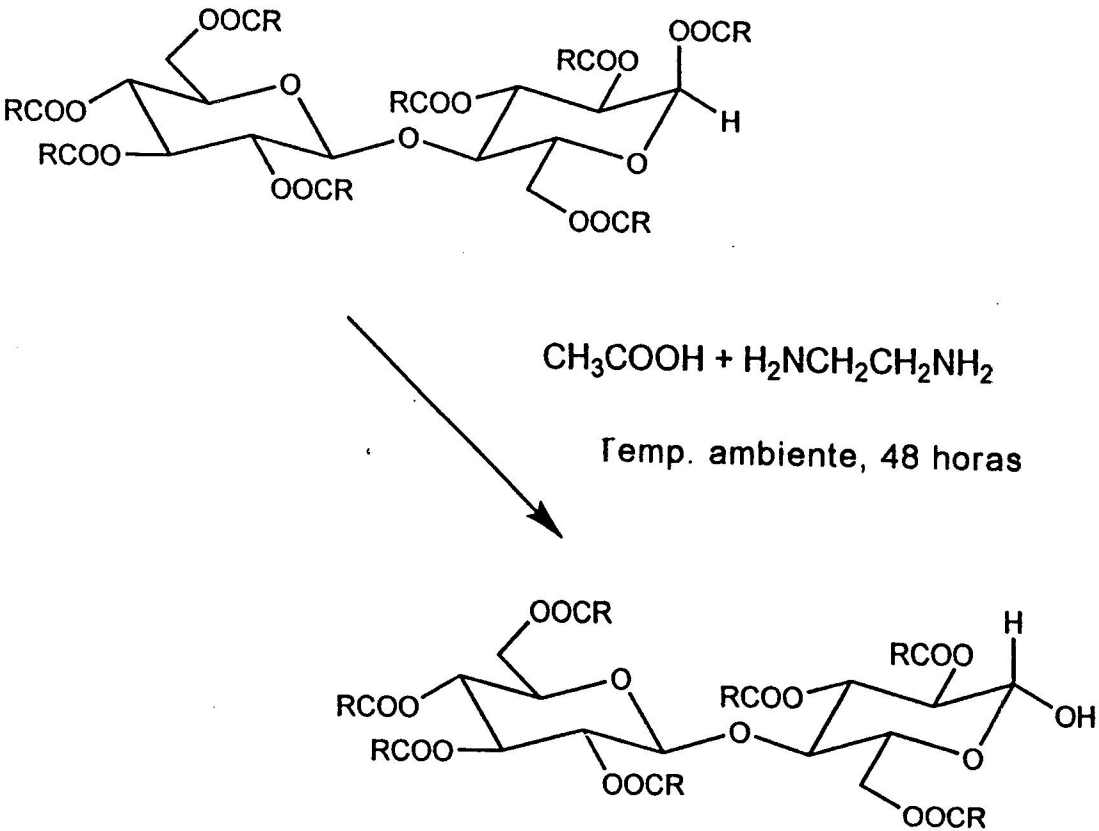
Se desaciló la α -celobiosa octanoato en el átomo de carbono anomérico a través de la reacción con una mezcla de ácido acético y etilendiamina, en una adaptación de un procedimiento suministrado en J. Carb. Chem 18 pages 461-469 (1999).

El procedimiento fue el siguiente:

Se agregó el ácido acético glacial (0,6 g) lentamente gota a gota con agitación a una solución de etilendiamina (1,2 g) en THF (250 cm³). Se formó un precipitado blanco el cual permaneció durante la reacción. Luego se agregó celobiosa octanonanoato (14,6 g) y toda la mezcla de reacción se agitó a temperatura ambiente durante un tiempo total de 48 horas. Después de este tiempo se transfirió el contenido del recipiente a un embudo de separación de un litro, después se agregaron 100 cm³ de agua y se extrajo la mezcla con diclorometano (250 cm³). La capa orgánica se recogió y se lavó adicionalmente con porciones de 100 cm³ de HCl (0,1 M) diluido, bicarbonato de sodio acuoso (1 M) y agua. La fase orgánica resultante luego se secó sobre sulfato de magnesio anhidro, se filtró y se removió el solvente remanente mediante evaporación rotatoria. Se obtuvo un producto sólido blancuzco ligeramente pegajoso, este se disolvió en THF (20 cm³) en un recipiente cónico de 500 cm³, se calentó en un baño de vapor, luego se agregó metanol lentamente (aprox. 150 cm³), la solución resultante se mantuvo en el baño de vapor durante 3 - 4 minutos y después se removió y se dejó enfriar a temperatura ambiente durante una noche. A la mañana siguiente el sólido blanco se precipitó, se secó y se recogió.

El producto se obtuvo en una cantidad de 6,8 g (51% rendimiento). Tenía un punto de fusión de 100°C y su pureza determinada a través de cromatografía líquida de alto rendimiento fue del 98,5%.

Su estructura se chequeó mediante espectrometría de masas (ión molecular de de masa 1 341), RMN de protones y espectro infrarrojo (picos en 3 446, 2 923, 2 853 y 1 742 cm⁻¹). Se encontró que el material correspondía al α-anómero de la celobiosa heptanonanoato. La reacción puede por consiguiente representarse como sigue:



El material se utilizó para gelificar algunos líquidos inmiscibles en agua como se describe en el Ejemplo 2. Los resultados se suministran en la siguiente Tabla:

Gelificación con β-celobiosa hepta-nonanoato "CB-HN"				
Líquido	% de CB	Temp. de Disol.	Temp. de Gelif.	Apariencia visual del gel
DC 345 (2)	5	82	67	Gel opaco
DC 556 (3)	5	-	-	Gel opaco
Silkflo 364 (5)	10	-	-	Gel opaco muy blando
DC 345: Silkflo 364 proporción en peso 80:20	5	76	71	Gel opaco blando
DC 345: Silkflo 364 proporción en peso 80:20	5	73	69	Gel opaco blando



Ejemplo 10

Se prepararon y sometieron a prueba barras siguiendo con el procedimiento suminsitrado en el Ejemplo 6. 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	10.1	10.2	10.3	10.4	10.5
	% en peso				
DC 245 (1)	44	21,625	21,625	21,625	18
Silkflo 364 (5)		-	-	21,625	4
Permethyl 102A (20)	-	21,625	-	-	-
SF 1555 (21)	-	-	21,625	-	22
Abil EM90 (13)	1	-	-	-	1
Quest PGPR (11)	-	1,75	1,75	1,75	-
Celobiosa esterificada -C9	5	5	5	5	5
Zirkonal 50 (13)	39	40	40	40	40
Glicerol (15)	-	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	10.6	10.7	10.8	10.9	10.10
	% en peso				
Ciclometicona DC 245 (1)	7,6	6,8	36,5	1,7	1,25
Alcohol isoestearílico (6)	-	-	-	23,3	-
Octildodecanol (23)	-	-	-	-	23,1
SF 1555 (21)	37,43	37,7	7	-	-
Silkflo 364 (5)	-	-	-	16,8	17,65
Celobiosa esterificada C ₁₀	8,12	7,3	7,8	7	7
Copoliol cetil dimeticona (Abil EM90) (11)	1,1	1	1	1	1
Westwood activo (17)	43,54	41	42	40	40
Glicerol (15)	-	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 a 580 nm (%)	8	3	5	6	5

Ejemplos	10.11	10.12	10.13	10.14
	% en peso			
DC 245 (1)	12	11,32	-	-
Silkflo 364 (5)	32,5	30,68	39	41,5
Abil EM90 (11)	0,5	0,5	1	1
Celobiosa esterificada -C10	5	7,5	10	7,5
Zirkonal 50 (13)	33	33	-	-
Westwood activo (17)	-	-	48,06	48,06
Glicerol (15)	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 11

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 6 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 immiscibles 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 su índice de refracción.

Ejemplos	11.1	11.2	11.3	11.4	11.5	11.6
	% en peso					
Permethyl 102A (20)	41,36	-	-	-	-	-
Panalene L-14E (24)	-	-	22	-	-	-
Fancol 800 (25)	-	-	-	22	22	-
Puresyn 4 (28)	-	-	-	-	-	22
DC 245 (1)	2,64	11,4	22	22	22	22
SF 1555 (21)	-	34,1	-	-	-	-
Celobiosa esterificada C9	5	4,9	5	5	5	5
Abil EM90 (11)	1	1	1	1	1	1
Zirkonal 50 (15)	-	-	40	40	36,6	40
Ingrediente activo Westwood (17)	50	48,6	-	-	-	-
Glicerol (15)	-	-	9,35	7,5	13,4	8,75
Agua	-	-	0,65	2,5	-	1,25
	Propiedades					
Indice de refracción igualado de las fases (a 25°C)	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 a 580 nm (%)	68	70	40	6	70	37

Ejemplos	11.7	11.8	11.9	11.10	11.11
	% en peso				
DC 245 (1)	22	22,25	22,25	21,625	-
DC 556 (3)	22				
Silkflo 364 (5)		-	-	-	44
Permethyl 102A (20)	-	22,25	-	-	-
Panalene L-14E (24)	-	-	-	21,625	-
SF 1555 (21)	-	-	22,25	-	-
Abil EM90 (11)	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 (13)	40	40	40	40	50
Glicerol (15)	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 a 580 nm (%)	40	22	33	36	24

Ejemplos	11.12	11.13	11.14	11.15	11.16	11.17
	% en peso					
DC 245 (1)	-	-	-	22	22	18
Silkflo 364 (5)	44	-	-	-	-	5,3
Permethyl 102A (20)	-	44	-	22	-	-
Panalene L-14E (24)	-	-	44	-	-	-
SF 1555 (21)	-	-	-	-	22	-
Octildodecanol (23)	-	-	-	-	-	21,9
Abil EM90 (11)	1	1	1	1	1	1
Celobiosa esterificada C9	5	5	5	5	5	5
Zirkonal 50 (13)	18	21,5	12	-	-	37,8
AZG-375 (18)	-	-	-	25	25	
Glicerol (15)	32	28,5	38	0,6	2,5	11
Agua	-	-	-	24,4	22,5	
	Propiedades					
Indice de refracción igualado de las fases	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 a 580 nm (%)	74	46	82	53	41	24

Ejemplo 12

Se utilizó el procedimiento del Ejemplo 6 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	12.1	12.2	12.3	12.4
	% en peso			
DC 245 (1)	22	22	16,72	19,36
Silkflo 364 (5)	22	-	27,28	-
SF 1555 (21)	-	22	-	24,64
Abil EM90 (11)	1	1	1	1
Celobiosa esterificada C9	5	5	5	5
Glicerol (15)	33,5	37,5	-	-
Agua	16,5	12,5	-	-
Propilenglicol (16)	-	-	50	50
	Propiedades			
Índice de refracción igualado de las fases (a 25°C)	1,42	1,43	1,43	1,43
Profundidad de la penetración (nm)	9	9	-	10
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,13	0,15	0,15	-

Ejemplo 13

Se utilizó el procedimiento del Ejemplo 6 para preparar barras del tipo de emulsión translúcidas con la formulación de indicada abajo en la cual el estructurante es α -celobiosa octa-undecanoato ("CB11"). Tal como sucede en el Ejemplo 8, las fases continuaa y dispersaa 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 EM9O (11)	1
Celobiosa esterificada C11	5
Zirkonal 50 (13)	33
Glicerol (15)	17
Propiedades	
Indice de refracción igualado de las fases (a 25°C)	1,44
Profundidad de la penetración (nm)	16
Dureza medida en un analizador de textura (N/mm ²)	0,05
Transmitancia a 580 nm (%)	6

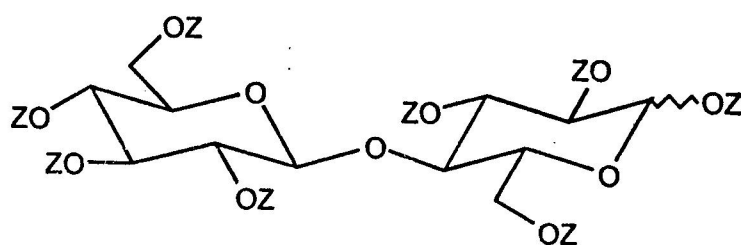
Ejemplo 14

Se utilizó el procedimiento del Ejemplo 6 para preparar una barra del tipo de emulsión, opaca, con la siguiente formulación, la cual incluye agentes que ayudan en el lavado -remoción- de ésta de la piel.

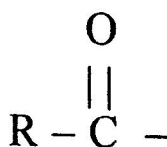
Ingredientes	Porcentaje en peso
DC245 (1)	16,4
Silkflo 364 (5)	24,6
Abil EM9O (11)	1
Celobiosa esterificada C9	5
Zirkonal 50 (13)	40
Glicerol (15)	10
Ceteareth 20(29)	2,5
Alcoholes C ₂₀₋₄₀ (30)	0,5

REIVINDICACIONES

1. Una composición de sustancias apropiada para uso cosmético que comprende una fase continua que contiene un vehículo portador líquido inmiscible en agua y un estructurante dentro de éste, estructurante el cual es celobiosa por lo menos parcialmente esterificada de la fórmula



en donde cada Z es independientemente hidrógeno ó un grupo acilo de la fórmula



en donde R representa un grupo hidrocarbilo que contiene de 4 a 22 átomos de carbono, con la condición de que no más de la mitad de los grupos Z sean hidrógeno.

2. Una composición acorde con la Reivindicación 1, en donde por lo menos cinco de cada ocho grupos Z corresponden a dichos grupos acilo.

3. Una composición acorde con la Reivindicación 1, en donde por lo menos las tres cuartas partes de dichos grupos Z son dichos grupos acilo. (6)

4. Una composición acorde con la Reivindicación 2 ó con Reivindicación 3, en donde R representa un grupo alquil ó alquenil de 5 a 18 átomos de carbono.

5. Una composición acorde con la Reivindicación 2 ó con la Reivindicación 3, en donde R representa un grupo alquil lineal de 17 átomos de carbono.

6. Una composición acorde con la Reivindicación 2 ó con la Reivindicación 3, en donde R representa un grupo alquil de 5 a 12 átomos de carbono.

7. Una composición acorde con la Reivindicación 2 ó con la Reivindicación 3, en donde R representa un grupo alquil lineal de 7 a 9 átomos de carbono.

8. Una composición acorde con la Reivindicación 2 ó con la Reivindicación 3 en donde R representa un grupo alquil lineal de 10 átomos de carbono.

9. Una composición acorde con la Reivindicación 2 ó con la Reivindicación 3, en donde sustancialmente todos los grupos Z son grupos acilo en donde R es alquil lineal de 7 a 9 átomos de carbono.

10. Una composición acorde con la Reivindicación 2 ó con la Reivindicación 3, en donde sustancialmente todos los grupos Z son grupos acilo en donde R es alquil lineal de 10 átomos de carbono.

11. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, caracterizada en cuanto que el vehículo portador líquido inmiscible en agua contiene una silicona volátil y opcionalmente una silicona no volátil y/o un líquido orgánico hidrofóbico diferente a una silicona seleccionado entre hidrocarburos, ésteres alifáticos hidrofóbicos, ésteres aromáticos, alcoholes hidrofóbicos y éteres hidrofóbicos.

12. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, en donde el líquido portador inmiscible en agua contiene un

aceite de silicona en una cantidad la cual es por lo menos 10% en peso de la composición.

13. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, la cual contiene desde 0,1 hasta 15% en peso de estructurante.

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

15. 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.

16. Una composición acorde con la Reivindicación 15, en donde la fase dispersa contiene un diol ó un poliol.

17. Una composición acorde con la Reivindicación 15 ó con la Reivindicación 16, la cual contiene entre 0,1% y 10% en peso de un emulsificante no iónico.

18. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 15 a 17, la cual no contiene más de 8% en peso de etanol ó de cualquier alcohol monohídrico con una presión de vapor superior a 1,3 kPa a 22°C.

19. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 14, en donde la composición es una suspensión con material sólido en partículas disperso en dicha fase continua líquida.

20. 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.

21. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 14, la cual es una composición antiperspirante que comprende un ingrediente activo antiperspirante en partículas en suspensión en dicha fase continua líquido inmiscible en agua.

22. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 15 a 18, la cual es una composición antiperspirante que comprende un ingrediente activo antiperspirante disuelto en dicha fase dispersa.

23. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 20 a 22, 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.

24. Una composición acorde con la Reivindicación 23, la cual es un halohidrato ó un complejo en el cual el aluminio y el zirconio están ambos presentes.

25. Una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 20 a 24, en donde la proporción de ingrediente activo antiperspirante se encuentra entre 5 y 40% en peso de la composición.

26. 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, penetra dentro del gel no más de 30 mm cuando se deja caer bajo un peso total de 50 gramos durante 5 segundos.

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

28. Una composición acorde con la Reivindicación 27, la cual posee un valor de transmitancia de luz de por lo menos 1%, preferiblemente por lo menos 3% medido a 580 nm a través de un espesor de 1 cm de la composición a 22°C.

29. Un producto antiperspirante que comprende un recipiente dispensador que tiene por lo menos una apertura para administración 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.

30. Un producto acorde con la Reivindicación 29, 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 barra de la composición se expone para su uso.

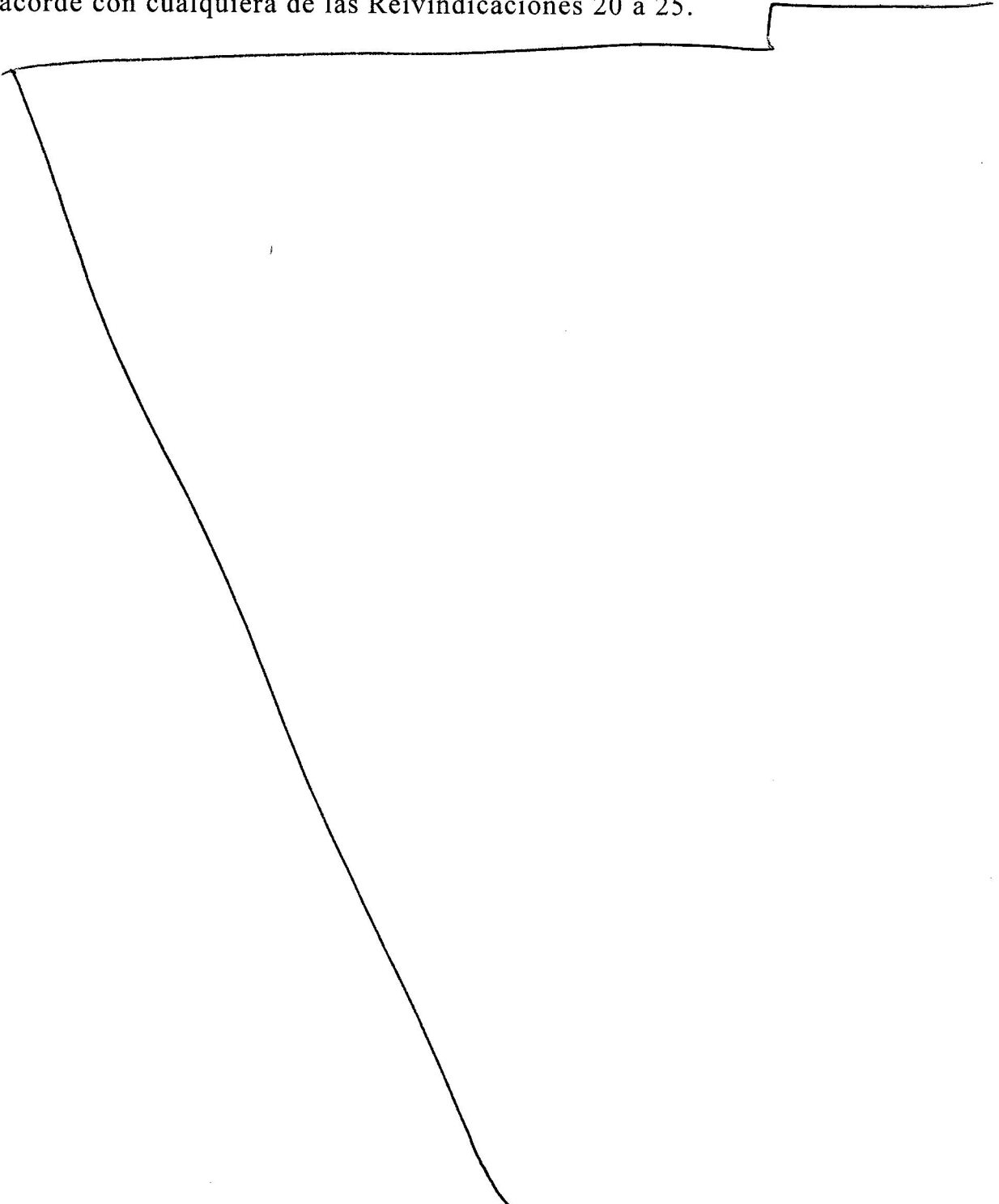
31. Un proceso para la producción de una composición acorde con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 28, proceso que comprende, no necesariamente en un orden dado, los pasos de

- incorporación dentro de un vehículo portador líquido inmiscible en agua de un estructurante el cual es dicha celobiosa parcial o totalmente esterificada,
- si se requiere, mezclado del líquido portador con una fase dispersa líquida ó sólida a ser suspendida dentro de éste,
- calentamiento a una temperatura elevada a la cual el estructurante se encuentra en solución 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.

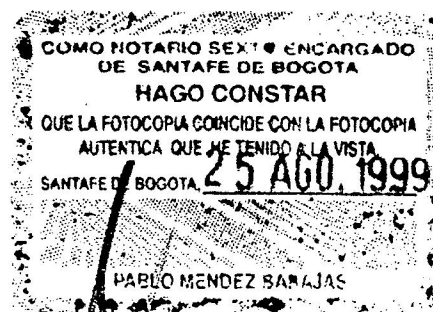
32. Un proceso acorde con la Reivindicación 31, el cual incluye un paso de vertido de la mezcla a temperatura elevada dentro de un recipiente dispensador y dejar enfriarla dentro de éste para obtener así un producto acorde con la Reivindicación 29 ó la Reivindicación 30.

33. 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 20 a 25.



REPUBLICA DE COLOMBIA
MINISTERIO DE RELACIONES EXTERIORES

EL SUSCRITO JEFE DEL AREA DE
LEGALIZACIONES DEL MINISTERIO DE
RELACIONES EXTERIORES



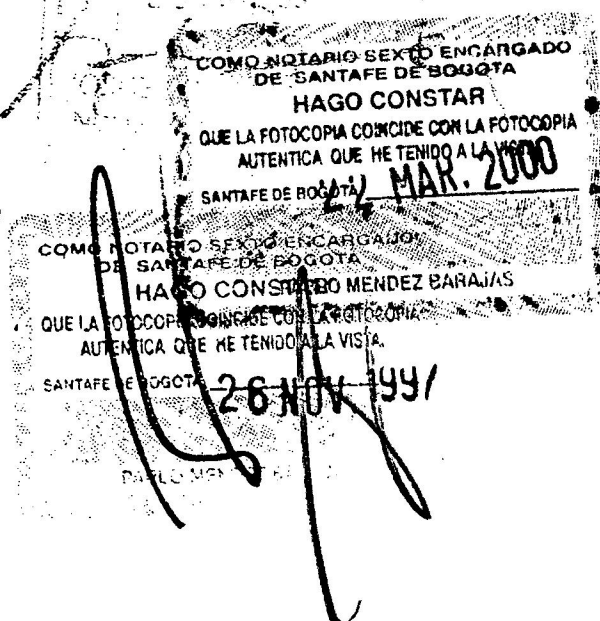
CERTIFICA

Que revisados los registros que se llevan en la oficina de Legalizaciones aparece la firma del señor **EDUARDO CALADO NOGUERA**, como traductor e intérprete oficial para los idiomas INGLES- ESPAÑOL, ESPAÑOL- INGLES, según resolución 541 del 27 de febrero de 1976.

La anterior certificación se expide a solicitud del interesado quien se identificó con cédula de ciudadanía 17.177.588 expedida en Bogotá.

Dada en Santa Fe de Bogotá, D.C., a los seis (6) de noviembre de 1997.

Blanca Acosta de García
BLANCA ACOSTA DE GARCIA
Jefe Area de Legalizaciones (e)



República de Colombia



Ministerio de Justicia y del Derecho

EL SECRETARIO GENERAL (E) DEL MINISTERIO DE JUSTICIA Y DEL DERECHO

CERTIFICA:

Que por Resolución 541 del 27 de febrero de 1976, le fue expedida licencia para ejercer funciones de Traductor e Intérprete Oficial en los idiomas INGLÉS y ESPAÑOL al señor **EDUARDO CALADO NOGUERA**, identificado con la cédula de ciudadanía No. 17.177.588 expedida en Bogotá.

Que dicha Resolución se encuentra vigente en la fecha.

Se expide la presente certificación a solicitud del interesado,

Dada en Santa Fe de Bogotá, D.C., a

14 OCT. 1997

[Firma manuscrita]

ALVARO NAMEN VARGAS

ICM/mmc
TFR.

NOTARIO SEXTO ENCARGADO DE SANTA FE DE BOGOTA
HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA COINCIDE CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA.
SANTA FE DE BOGOTA 25 AGO. 1999
PABLO MENDEZ BARAJAS

NOTARIO SEXTO ENCARGADO DE SANTA FE DE BOGOTA
HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA COINCIDE CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA.
SANTA FE DE BOGOTA 26 NOV. 1997

NOTARIO SEXTO ENCARGADO DE SANTA FE DE BOGOTA
HAGO CONSTAR que esta copia coincide con el documento original presentado para su verificación.
QUE LA FOTOCOPIA COINCIDE CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA.
SANTA FE DE BOGOTA 04 NOV. 1997
SANTA FE DE BOGOTA 12 MAR. 1998
PABLO MENDEZ BARAJAS

Abril 5, 2000
Traducción Oficial No.0241
REF:UNILEVER N.V.
Patente No. 9908202.6

Caso: Uni q/P22484/co
UNILEVER N. V.

La Oficina de Patentes
Concept House
Cardiff Road
Newport
South Wales
NP10 8QQ

LA OFICINA DE PATENTES

Yo, el abajo firmante, funcionario debidamente autorizado de acuerdo a la sección 74(1) y (4) de Actos de Patentes y Diseños 1994, otorgado para firmar y expedir certificados a nombre de Comptroller- General, por la presente certifico que la copia anexada aquí es una fiel copia de los documentos originales tal y como fueron registrados en relación con la solicitud de Patentes identificadas en el presente documento.

De acuerdo con las regulaciones de 1982 de Patentes (re-registro de compañías) , si una empresa es mencionada en este certificado o cualquiera de los documentos anexos, ha sido esta re-registrada en el Acta de Compañías bajo el mismo nombre con el cuál fué registrado inmediatamente en ese momento antes de tal re- registro, salvo a sustición tal como, inclusión tal como, la última parte del nombre con las palabras "Compañía Pública Limitada" o su equivalente en Galés, referencias

Edwards

nombre de la compañía en este certificado o cualquier otros documento anexado debe ser tratado como referencias con el nombre con el cual fué re-registrados.

De acuerdo a los reglamentos, las palabras "Compañía Pública Limitada" puede ser remplazados con las siglas Cia. Ltda, C.Ltada, C.P.L. o CPL.

El re-registro bajo el Acta de Compañías no constituye una nueva empresa legal sino que solamente sujeta a la compañía a ciertas reglas adicionales legales impuestas por la compañía.

HAY FIRMA :Andrew Gersey

FECHA:Marzo 1, 2000

Hay sello de "The Patent Office" plastificado de color rojo

Edw. Gersey

LA OFICINA DE PATENTES

PETICION PARA OTORGAR UNA PATENTE

Actas de Patentes 1977

(Regulación 16)

Cardiff Road

Newport

Gwent NP9 1RH

Hay sello de la Oficina de Patente

Fecha: Abril 12/1999

1. Su referencia : MFF/LP5770359
2. Número de solicitud de patente: No.9908202.6
Fecha -Abril 12, 1999
3. Nombre completo de cada solicitante, dirección y código postal

UNILEVER PLC

UNILEVER HOUSE,
BLACKFRIARS
LONDON, EC4P 4BQ

Número de ADP de Patente 1628002

Hay sello de la Oficina de Patentes de Londres con fecha: Abril 12/99

Si el solicitante es una empresa escriba el
nombre del país/estado de su incorporación. REINO UNIDO.

4. Título de la invención: Composiciones Cosméticas

Edvardo Calado
F. 1

MEWBURNS ELLIS

“Dirección para detalles de servicio” en el Reino Unido para toda correspondencia:

YORK HOUSE
23 KINGSWAY
LONDRES
WC2B 6HP

Número de ADP de Patente

109006

8. Si existe una declaración del inventor o un derecho para otorgar una patente y sea necesario confirmar esta petición ? Si

Responda s “Si” en el cado de que:

- a) cualquier solicitante mencionado en la parte 3 no sea un inventor, o
 - b) hay un inventor que no aparece mencionado como solicitante, o
 - c) cualquier solicitante mencionado forma parte de la empresa;
- Ver nota (d)

9. Favor llenar los números de páginas por cada de los siguientes item incluidos en esta solicitud.

Hojas continuadas de esta forma. 0

Descripción	70
-------------	----

Reivindicación (es)	6
---------------------	---

Resumen 0

Gráficas	0
----------	---

Hay firma (ilegible)

11. Yo/Nosotros solicitamos la otorgación de una patente en base a esta solicitud. Firmado por: MICHAEL FORD, Funcionario autorizado.
Fecha: Abril 9, 1999.

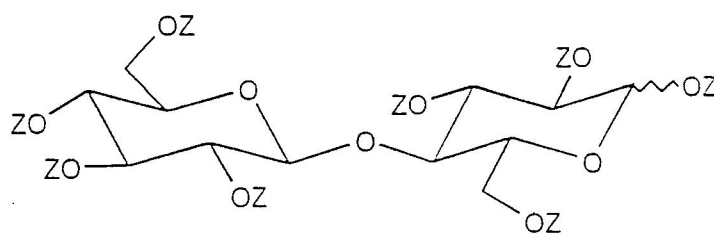
12. Nombre de persona que se pueda contactar en el Reino Unido
número telefónico: Michael Ford Tel: 0171 240 4405 *Michael Ford*

Reino Unido y
Edwards Calado

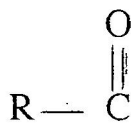
REIVINDICACIONES

1. Una composición de sustancia indicada para uso cosmético la cual consta de una fase continua la cual contiene un portador líquido de agua inmiscible y un ~~estructurante~~ ~~estructurante~~ dentro del mismo, el cual es de sacaridas parcialmente ~~esterificadas~~ ~~que contienen~~ por lo menos dos residuos de glucosa ~~unidos en una configuración~~ β -1, 4.

2. Una composición de acuerdo a la reivindicación 1 en el cual las sacaridas esterificadas es en por lo menos parcialmente de cellobiosisi esterificadas de la formula



en la cual cada z es independientemente hidrógeno o grupo de acilo de la formula



Edwando

donde R denota un grupo de hidrocarbilos que contienen de 4 hasta 22 átomos de carbono, siempre y cuando que no más de la mitad de los grupos z sean hidrógeno.

3. Una composición de acuerdo a la reivindicación 2 en la cual por lo menos tres cuartos de dichos grupos z sean grupos de acilo.

4. Una composición de acuerdo a la reivindicación 2 o reivindicación 3 en la cual R denota un grupo de alquilo o alquenilo de 5 hasta 18 átomos de carbono.

5. Una composición de acuerdo a la reivindicación 2 o reivindicación 3 en la cual R denota un grupo de alquilo de 5 hasta 12 átomos de carbono.

6. Una composición de acuerdo a la reivindicación 2 o reivindicación 3 en la cual R denota un grupo alquilo linear de 7 hasta 9 átomos de carbono.

7. Una composición de acuerdo a la reivindicación 2 en la cual substancialmente todos dichos grupos z son los mencionados grupos de acilo donde R es un alquilo linear de 7 hasta 9 átomos de carbono.

Eduardo Calvo

8. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones de la 1 hasta la 7, la cual se caracteriza en que el portador líquido de agua inmiscible contiene una silicona volátil y opcionalmente una silicona no volátil y/o una silicona orgánica líquida hidrofóbica seleccionada de hidrocarburos, hidrofóbica de ésteres alifáticos, ésteres aromáticos, alcoholes hidrofóbicos y éteres hidrofóbicos.

9. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones anteriores en las cuales el portador líquido de agua inmiscible contiene aceite de silicona en una cantidad el cual es por lo menos un 10% del peso de la composición.

10. Una composición de acuerdo a cualquiera de las anteriores reivindicaciones que contienen por lo menos aproximadamente 0.1 hasta 1.5 % del peso del estructurante.

11. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones anteriores las cuales contienen no más de 5% de peso de cualquier alcohol graso el cual es sólido a 20 grados centígrados.

Edwardo

12. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones anteriores en la cual la composición es una emulsión con un miscible de agua hidrofílico preferiblemente, una fase dispersa en adición a dicha fase líquida de agua inmiscible.

13. Una composición de acuerdo a la reivindicación 12 en la cual la fase dispersa contiene diol y poliol.

14. Una composición de acuerdo a la reivindicación 12 o 13 la cual contiene desde 0.1% hasta 10% del peso de un emulsificador no iónico.

15. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones de la 12 hasta la 14 la cual no contiene más de un 8% del peso de etanol o cualquier alcohol monohídrico con una presión de vapor superior de 1.3 kPa a 22 grados centígrados.

16. Una composición de acuerdo a cualquiera de las desde la 1 hasta la 11 en el cual la composición es una suspensión de un material en partículas sólidas dispersas en dicha fase de líquido continuo.

Edoardo Calvo

17. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones las cuales son una composición desodorante la cual consta de un desodorante activo.
18. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones de la 1 hasta 11 la cual es una composición desodorante la cual consiste de un desodorante activo de partículas en suspensión en dicha fase continua de agua inmiscible.
19. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones desde la 11 hasta la 15 en el cual la composición desodorante consta de un desodorante activo disuelto en dicha fase dispersa.
20. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones desde la 17 hasta la 19 en la cual el desodorante activo consiste de aluminio y/o halohidrato de circonio, un aluminio activado y/o halohidrato de circonio o un aluminio y/o complejo de circonio o un aluminio activado y/o un complejo de circonio.

Edwardo Calado A



21. Una composición de acuerdo a la reivindicación 20 en la cual es un halohidrato o complejo en el cual el aluminio y circonio se encuentran ambos presentes.
22. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones desde la 17 hasta 21 en el cual la proporción del desodorante activo es desde 5 hasta 40% del peso de la composición.
23. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones anteriores es una gelatina sólida tal que una aguja penetradora por metros con un cono de ángulo de unos 9 grados y 10 minutos, cae en la gelatina por no más de 30 mm y cuando se permite que caiga bajo un peso total de 50 gramos durante 5 segundos.
24. Una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones anteriores la cual es traslúcida o transparente.
25. Una composición de acuerdo a la reivindicación 24 la cual tiene un 1% preferiblemente por lo menos un 3% de transmisión de

Edwards

luz a 580 nm a través de 1cm de espesor en una composición a 22 grados centígrados.

26. Un producto desodorante el cual consiste en dispensar el contenedor que tiene por lo menos un apertura para suministrar el contenido del recipiente, medio para empujar el contenido del recipiente a dicha apertura y una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones anteriores ubicadas dentro del contenedor.

27. Un producto de acuerdo a la reivindicación 26 en la cual la composición es en la forma de varilla y el recipiente tiene una apertura en la parte final en la cual la parte final de la varilla de la composición se encuentra expuesta para el uso.

28. Un proceso para la producción de una composición desodorante la cual consiste en orden concurrente o cualquier otro orden en los siguientes pasos:

incorporar el estructurante en un portador líquido de agua inmiscible el cual es un sacarida esterificada o parcialmente

Edwardo Palacios

esterificada que contiene por lo menos dos residuos de glucosa
unidos en una configuración β -1,4-

- si se requiere, mezclar el portador líquido con un sólido o una fase de líquido disperso que se suspenderá en la misma,
- calentar a una temperatura elevada en el cual el estructurante se encuentra en una solución del portador líquido de agua inmiscible,
- seguidos al enfriar la mezcla a una temperatura en la cual se espesa o se solidifica.

29. Un proceso de acuerdo a la reivindicación 28 el cual incluye el paso de verter la mezcla a una temperatura elevada en un recipiente de almacenar y permitir que se enfríe en este para producir un producto de acuerdo a la reivindicación 26 o reivindicación 27.

30. Un método para prevenir o reducir el sudor en piel humana, la cual consiste en aplicar tópicamente a la piel una composición de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones de 17 hasta 21.

Eduardo Calado



The
Patent
Office



INVESTOR IN PEOPLE

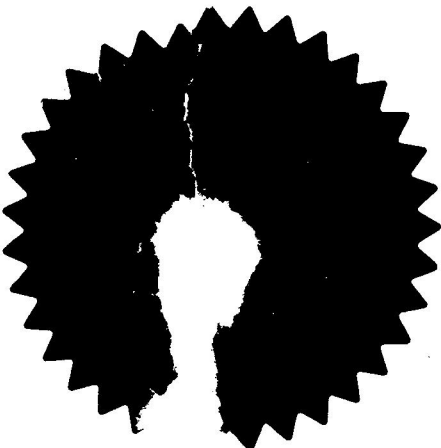
The Patent Office
Concept House
Cardiff Road
Newport
South Wales
NP10 8QQ

I, the undersigned, being an officer duly authorised in accordance with Section 74(1) and (4) of the Deregulation & Contracting Out Act 1994, to sign and issue certificates on behalf of the Comptroller-General, hereby certify that annexed hereto is a true copy of the documents as originally filed in connection with the patent application identified therein.

In accordance with the Patents (Companies Re-registration) Rules 1982, if a company named in this certificate and any accompanying documents has re-registered under the Companies Act 1980 with the same name as that with which it was registered immediately before re-registration save for the substitution as, or inclusion as, the last part of the name of the words "public limited company" or their equivalents in Welsh, references to the name of the company in this certificate and any accompanying documents shall be treated as references to the name with which it is so re-registered.

In accordance with the rules, the words "public limited company" may be replaced by p.l.c., plc, P.L.C. or PLC.

Re-registration under the Companies Act does not constitute a new legal entity but merely subjects the company to certain additional company law rules.



Signed

Andrew Grey

Dated

1 March 2000

Request for grant of a patent

(See the notes on the back of this form. You can also get an explanatory leaflet from the Patent Office to help you fill in this form)

Cardiff Road
Newport
Gwent NP9 1RH

1. Your reference

12 APR 1999

MFF/LP5770359 - J3464

2. Patent application number

(The Patent Office will fill in this part)

9908202.6

3. Full name, address and postcode of the or of each applicant (underline all surnames)

UNILEVER PLC
UNILEVER HOUSE
BLACKFRIARS
LONDON EC4P 4BQ

Patents ADP number (if you know it)

162 8002

If the applicant is a corporate body, give the country/state of its incorporation

4. Title of the invention

COSMETIC COMPOSITIONS

5. Name of your agent (if you have one)

MEWBURN ELLIS

"Address for service" in the United Kingdom to which all correspondence should be sent (including the postcode)

YORK HOUSE
23 KINGSWAY
LONDON
WC2B 6HP

Patents ADP number (if you know it)

109006 ✓



6. If you are declaring priority from one or more earlier patent applications, give the country and the date of filing of the or of each of these earlier applications and (if you know it) the or each application number

Country

Priority application number
(if you know it)

Date of filing
(day / month / year)

7. If this application is divided or otherwise derived from an earlier UK application, give the number and the filing date of the earlier application

Number of earlier application

Date of filing
(day / month / year)

8. Is a statement of inventorship and of right to grant of a patent required in support of this request? (Answer 'Yes' if:

- a) any applicant named in part 3 is not an inventor, or
 - b) there is an inventor who is not named as an applicant, or
 - c) any named applicant is a corporate body.
- See note (d))

NO Yes

Patents Form 1/77

9. Enter the number of sheets for any of the following items you are filing with this form. Do not count copies of the same document

Continuation sheets of this form 0

Description 70

Claim(s) 6

Abstract 0

Drawing(s) 0

10. If you are also filing any of the following, state

Priority documents 0

Translations of priority documents 0

Statement of inventorship and right 0

Request for preliminary examination 0

Request for substantive examination 0
(Patents Form 10/77)

Any other documents 0
(Please specify)

11. I/We request the grant of a patent on the basis of this application.

Signature

Date

9 April 1999

12. Name and daytime telephone number of person to contact in the United Kingdom

MICHAEL F. FORD

0171 240 4405

Michael Ford

Warning

After an application for a patent has been filed, the Comptroller of the Patent Office will consider whether publication or communication of the invention should be prohibited or restricted under Section 22 of the Patents Act 1977. You will be informed if it is necessary to prohibit or restrict your invention in this way. Furthermore, if you live in the United Kingdom, Section 23 of the Patents Act 1977 stops you from applying for a patent abroad without first getting written permission from the Patent Office unless an application has been filed at least 6 weeks beforehand in the United Kingdom for a patent for the same invention and either no direction prohibiting publication or communication has been given, or any such direction has been revoked.

Notes

- a) If you need help to fill in this form or you have any questions, please contact the Patent Office on 0645 500505.
- b) Write your answers in capital letters using black ink or you may type them.
- c) If there is not enough space for all the relevant details on any part of this form, please continue on a separate sheet of paper and write "see continuation sheet" in the relevant part(s). Any continuation sheet should be attached to this form.
- d) If you have answered 'Yes' Patents Form 7/77 will need to be filed.
- e) Once you have filled in the form you must remember to sign and date it.
- f) For details of the fee and ways to pay please contact the Patent Office.

COSMETIC COMPOSITIONS

FIELD OF THE INVENTION

The present invention relates to cosmetic compositions for application to human skin. Significant forms of the invention are concerned with antiperspirant compositions for application to human skin, especially the axilla. However, the invention can also be applied to other forms of cosmetic composition.

BACKGROUND OF THE INVENTION AND SUMMARY OF PRIOR ART

A wide variety of cosmetic compositions for application to human skin make use of a thickened or structured liquid carrier to deliver colour or some other active material to the surface of the skin. A significant example of such cosmetic compositions are antiperspirant compositions which are widely used in order to enable their users to avoid or minimise wet patches on their skin, especially in axillary regions.

Antiperspirant formulations have been provided with a range of different product forms. One of these is a so-called "stick" which is usually a bar of an apparently firm solid material held within a dispensing container and which retains its structural integrity and shape whilst being

applied. When a portion of the stick is drawn across the skin surface a film of the stick composition is transferred to the skin surface. Although the stick has the appearance of a solid article capable of retaining its own shape for a period of time, the material usually has a structured liquid phase so that a film of the composition is readily transferred from the stick to another surface upon contact.

Another possibility is that a stick is a softer solid composition accommodated in a dispensing container which in use extrudes the composition through one or more apertures.

Antiperspirant sticks can be divided into three categories. Suspension sticks contain a particulate antiperspirant active material suspended in a structured carrier liquid phase. Emulsion sticks normally have a hydrophilic phase containing the antiperspirant active in solution, this phase forming an emulsion with a second, more hydrophobic, liquid phase. The continuous phase of the emulsion is structured. Solution sticks typically have the antiperspirant active dissolved in a structured liquid phase which may be a mixture of water and a water-miscible organic solvent. This classification into suspension, emulsion and solution types can be applied to both firm and soft solid compositions.

Other types of cosmetic composition can also be

provided in the form of a stick and again the stick may be a structured solution, emulsion or suspension. Examples of cosmetic compositions which are, or can be, marketed in a stick form are lipsticks, lip salves and eyebrow pencils.

5 There is substantial literature on the structuring or thickening of cosmetic compositions.

Conventionally, many sticks have been structured using naturally-occurring or synthetic waxy materials. Examples of these include those fatty alcohols which are solid at
10 room temperature, such as stearyl alcohol, and hydrocarbon waxes or silicone waxes. Such materials are widely available, and by suitable selection of the materials themselves and their concentrations in the formulation, it is possible to obtain either a soft solid or a firm solid.
15 Examples of wax-structured sticks are described in an article in Cosmetics and Toiletries, 1990, Vol 105, P75-78 and in US patents 5169626 and 4725432. However, fatty alcohol or wax structured sticks tend to leave visible white deposits on application to human skin, and the deposits can
20 also transfer onto clothing when it comes into contact with the skin and the wearer can, for example, find white marks at the armhole of the sleeveless garment.

Some alternative structurants have been proposed. The term "gellant" is often employed instead of "structurant".

Where the resulting product is liquid of increased viscosity rather than a solid or gel, the term "thickener" can also be used. For example, the use of dibenzylidene sorbitol (DBS) or derivatives thereof has been proposed as gellant in a number of publications such as EP-A-512770, WO 92/19222, US 4954333, US 4822602 and US 4725430. Formulations containing such gellants can suffer from a number of disadvantages, including instability in the presence of acidic antiperspirants, and comparatively high processing temperatures needed in the production of sticks.

A combination of an N-acylaminoacid amide and 12-hydroxy stearic acid to gel a non-aqueous formulation is described in, for example, WO 93/23008 and US 5429816. However, high processing temperatures are needed to dissolve the gellants and prevent premature gelling. When applied to skin the formulation can be difficult to wash off, but reformulation to overcome that problem can be made impossible by the need for a high processing temperature.

The use of 12-hydroxy stearic acid without N-acylamidoacid amide as a secondary gellant has been disclosed in some documents such as Japanese application 05/228915 and US 5744130.

In WO 97/11678 to Helene Curtis, Inc, there is described the use of lanosterol as a gellant to make soft

gels, sometimes in conjunction with a starch hydrolyzate derivative for antiperspirant compositions.

In WO 98/34588 to Lancaster Group GmbH, there is described the use of lanosterol as a gellant for oil-based
5 cosmetic compositions, containing a cosmetic active material, of which one listed material is a deodorant, though not exemplified.

Antiperspirant emulsion sticks without any material identified as a structurant have been disclosed in US
10 4673570, US 4948578 and US 5587153.

Cosmetic compositions other than antiperspirants which take the form of structured liquids have been disclosed, for example in US 3969087, which disclosed the use of N-acylamino acids and derivatives thereof as gelling agents,
15 US 5486566 which utilised 12-hydroxy stearic acid.

SUMMARY OF THE INVENTION

It is an object of the present invention to provide thickened or structured cosmetic compositions, especially but not exclusively antiperspirant compositions, in which a
20 liquid carrier material is thickened or structured using a structuring agent which is different from those mentioned

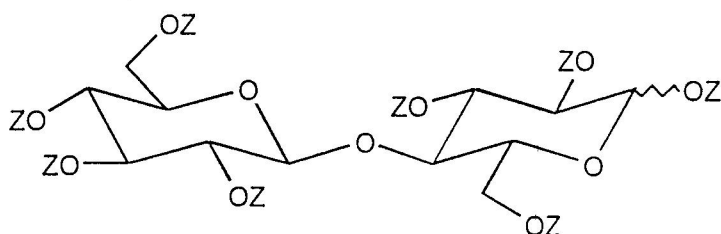
above. A further object of the invention is to provide a structurant which can have superior properties to at least some of the structurants which have been used previously.

A further object of at least some forms of the invention is to provide compositions which exhibit low visible deposits.

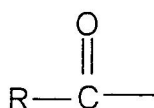
Certain particularly preferred forms of the invention have the objective of providing compositions which have a measure of clarity, i.e. are translucent or even transparent.

According to a first aspect of the present invention there is provided a composition of matter suitable for cosmetic use having a continuous phase which comprises water-immiscible liquid carrier and a structurant therein which is a wholly esterified or partially esterified saccharide containing at least two glucose residues joined in a β -1,4-configuration.

The esterified saccharide may in particular be a fully esterified or partially esterified cellobiose in which at least half the available hydroxyl groups have been esterified to bear acyl groups containing at least four carbon atoms. Such a compound has the formula:



wherein each Z is independently hydrogen or an acyl
group of the formula



where R denotes a hydrocarbyl group containing from 4 to
22 carbon atoms, with the proviso that not more than half of
5 the Z groups are hydrogen.

The fully or partially esterified saccharide serves as
a structuring agent or thickener for the water-immiscible
liquid carrier and when used in a sufficient amount, which
is likely to be less than 15% of the total composition, is
10 able to structure this liquid into a gel with sufficient
rigidity to sustain its own shape.

Without being bound to any specific theory or
explanation, it is believed that the esterified saccharide
forms a network of interconnected strands extending
15 throughout the liquid phase. Upon heating the gel to the
gel melting temperature, the strands of structurant dissolve
and the liquid phase becomes more mobile.

In order to promote good sensory properties at the time of use it is preferred to include silicone oil in the water-immiscible carrier liquid. The amount of silicone oil may
5 be at least 10% by weight of the composition and/or at least 40% by weight of the water-immiscible carrier liquid.

Ethanol gives a cooling effect on application to skin, because it is very volatile. It is preferred that the content of ethanol or any monohydric alcohol with a vapour
10 pressure above 1.3kPa (10 mmHg) is not over 15% better not over 8% by weight of the composition.

As will be explained in more detail below, the structured water-immiscible carrier liquid may be the continuous phase of a composition with a dispersed second
15 phase, either an emulsion or a suspension of particulate solid. Such a solid may be a particulate antiperspirant active. A disperse phase may be a solution of antiperspirant active in water or other hydrophilic solvent.

Certain preferred forms of this invention are concerned
20 with compositions which are translucent or transparent. As is already known, translucent or transparent compositions can be obtained if it is possible to match the refractive indices of the different constituent phases present in the composition.

We have found that compositions within this invention which are a novel transparent or translucent emulsion can be obtained by formulating the composition to meet two criteria. Firstly the disperse phase and the continuous phase (consisting of the water-immiscible carrier liquid and the structurant contained within that liquid) should be formulated so that their refractive indices match. The refractive index of the continuous phase will be close to the refractive index of the water-immiscible carrier liquid in it. In order to achieve good light transmission through a composition, the refractive index of the water-immiscible continuous phase and the refractive index of the disperse phase should match within 0.003 units preferably 0.002 units.

Secondly, the matched refractive indices of these two phases should lie in a range which is an approximate match to the refractive index of the structurant. When the structurant is a cellobiose ester of C_8 or C_9 , i.e. octanoic or nonanoic, acids a range from 1.40 to 1.50 preferably from 1.41 to 1.47 has been found suitable as will be explained below in greater detail.

One considerable advantage of preferred structurant materials of this invention is that they have a refractive index at a convenient value such that it is not difficult to formulate the rest of the composition to have a sufficiently

close refractive index, and in addition the particularly preferred structurant materials are tolerant of mis-match between their refractive index and the matched refractive indices of the continuous and disperse phases.

5 Further advantages of preferred structurant materials of this invention are that they do not require high processing temperatures and that they are chemically stable, both during processing and in the resultant compositions. The avoidance of high processing temperatures can be
10 especially valuable when the composition contains some water or other volatile constituent.

A composition of this invention will generally be marketed in a container by means of which it can be applied at time of use. This container may be of conventional type.

15 A second aspect of the invention therefore provides a cosmetic product comprising a dispensing container having at least one aperture for delivery of the contents of the container, means for urging the contents of the container to the said aperture or apertures, and a composition of the
20 first aspect of the invention in the container.

The compositions of this invention can be produced by conventional processes for making suspension or emulsion solids or soft-solids.

Thus, according to a third aspect of the present invention there is provided a process for the production of a cosmetic composition comprising, not necessarily in any order, the steps of

- 5 • incorporating into a water-immiscible liquid carrier a structurant which is a said wholly esterified or partially esterified saccharide containing at least two glucose residues joined in a β -1,4-configuration,
- if required, mixing the liquid carrier with a solid or
10 a disperse liquid phase to be suspended therein,
- heating the liquid carrier or a mixture containing it to an elevated temperature at which the structurant is soluble in the water-immiscible liquid carrier,
followed by
- 15 • introducing the mixture into a mould which preferably is a dispensing container, and then
- cooling or permitting the mixture to cool to a temperature at which it is thickened or solidified.

A suspended solid may be an antiperspirant active and a
20 disperse phase may be a solution of such an active in a hydrophilic or polar solvent.

According to a fourth aspect of the present invention, there is provided a method for preventing or reducing perspiration on human skin comprising topically applying to
25 the skin a composition comprising an antiperspirant active,

a water-immiscible liquid carrier and a structurant therefor which is a wholly esterified or partially esterified saccharide containing at least two glucose residues joined in a β -1,4-configuration.

5 DETAILED DESCRIPTION AND EMBODIMENTS

As mentioned above the invention requires a fully esterified or partially esterified saccharide as a structurant material for a water-immiscible liquid phase. Other materials may also be present depending on the nature
10 of the composition. The various materials will now be discussed by turn and preferred features and possibilities will be indicated.

Esterified saccharide

The core structure of the saccharide should contain at
15 least two glucose residues joined through a β -1,4 linkage. The simplest such saccharide is cellobiose which has two glucose residues joined through such a β -1,4 linkage. The saccharide must be esterified on many, if not all of the available hydroxyl groups. It is convenient to utilise a
20 saccharide which has been fully esterified but a partially esterified saccharide can be employed provided at least half of the hydroxyl groups have been esterified, better a higher proportion such as at least 5 or 6 out of every 8 hydroxyl

groups.

The acyl groups should contain at least 4 carbon atoms. It is unlikely that they will contain more than 22 carbon atoms. It is preferred that the acyl groups are aliphatic with 6 to 18 or 19 carbon atoms and more particularly preferred that each acyl group incorporates an alkyl or alkenyl chain of 5 to 12 or 18 carbon atoms so that the acyl group contains 6 to 13 or 19 carbon atoms. Particularly preferred acyl groups incorporate a linear alkyl chain of 7 to 9 carbon atoms and are thus octanoyl, nonanoyl or decanoyl.

The acyl groups may have a mixture of chain lengths but it is preferred that they are similar in size and structure. Thus it is preferred that all of the acyl groups are aliphatic and at least 90% of the acyl groups have a chain length within a range such that the shorter and longer chain lengths in the range differ by no more than two carbon atoms, i.e. length in a range from $m - 1$ to $m + 1$ carbon atoms where m has a value in a range from 7 to 10.

Linear aliphatic acyl groups may be obtained from natural sources, in which case the number of carbon atoms in the acyl group is likely to be an even number or may be derived synthetically from petroleum as the raw material in which case both odd and even numbered chain lengths are

available.

Synthetic methods for the esterification of saccharides are well known. The esterification of cellobiose has been reported by Takada et al in *Liquid Crystals*, (1995) Volume 19, pages 441-448. This article gives a procedure for the production of the alpha anomers of cellobiose octa-alkanoates by esterification of β -cellobiose using an alkanoic acid together with trifluoroacetic anhydride. The same article also reports the preparation of the beta anomers of cellobiose octa-alkanoates by a synthetic route utilising the appropriate acid chloride in the presence of pyridine. However, we have found that the alpha anomers are more effective structurants.

The amount of esterified saccharide structurant in a composition of this invention is likely to be from 0.1 or 0.5 to 15% by weight of the whole composition and preferably from 0.5 up to 8% or 10%, probably from 1 to 8%. If the composition is an emulsion with a separate disperse phase, amount of esterified saccharide structurant is likely to be from 0.5 to 20% or even 25% by weight of the continuous phase, more likely from 1% to 15% of this phase.

Carrier liquid

The water-immiscible carrier liquid comprise one or a

mixture of materials which are relatively hydrophobic so as to be immiscible in water. Some hydrophilic liquid may be included in the carrier, provided the overall carrier liquid mixture is immiscible with water. It will generally be
5 desired that this carrier is liquid (in the absence of structurant) at temperatures of 15°C and above. It may have some volatility but its vapour pressure will generally be less than 4kPa (30 mmHg) at 25°C so that the material can be referred to as an oil or mixture of oils. More
10 specifically, it is desirable that at least 80% by weight of the hydrophobic carrier liquid should consist of materials with a vapour pressure not over this value of 4kPa at 25°C.

It is preferred that the hydrophobic carrier material includes a volatile liquid silicone, i.e. liquid
15 polyorganosiloxane. To class as "volatile" such material should have a measurable vapour pressure at 20 or 25°C. Typically the vapour pressure of a volatile silicone lies in a range from 1 or 10 Pa to 2 kPa at 25°C.

It is desirable to include volatile silicone because it
20 gives a "drier" feel to the applied film after the composition is applied to skin.

Volatile polyorganosiloxanes can be linear or cyclic or mixtures thereof. Preferred cyclic siloxanes include polydimethsiloxanes and particularly those containing from 3

to 9 silicon atoms and preferably not more than 7 silicon atoms and most preferably from 4 to 6 silicon atoms, otherwise often referred to as cyclomethicones. Preferred linear siloxanes include polydimethylsiloxanes containing
5 from 3 to 9 silicon atoms. The volatile siloxanes normally by themselves exhibit viscosities of below 10^{-5} m²/sec (10 centistokes), and particularly above 10^{-7} m²/sec (0.1 centistokes), the linear siloxanes normally exhibiting a viscosity of below 5×10^{-6} m²/sec (5 centistokes). The
10 volatile silicones can also comprise branched linear or cyclic siloxanes such as the aforementioned linear or cyclic siloxanes substituted by one or more pendant $-O-Si(CH_3)_3$ groups. Examples of commercially available silicone oils include oils having grade designations 344, 345, 244, 245
15 and 246 from Dow Corning Corporation; Silicone 7207 and Silicone 7158 from Union Carbide Corporation; and SF1202 from General Electric.

The hydrophobic carrier employed in compositions herein can alternatively or additionally comprise non-volatile
20 silicone oils, which include polyalkyl siloxanes, polyalkylaryl siloxanes and polyethersiloxane copolymers. These can suitably be selected from dimethicone and dimethicone copolyols. Commercially available non-volatile silicone oils include Dow Corning 556 and Dow Corning 200
25 series.

The water-immiscible liquid carrier may contain from 0 to 100% by weight of one or more liquid silicones.

Preferably, there is sufficient liquid silicone to provide at least 10%, better at least 15%, by weight of the whole

5 composition. If silicone oil is used, volatile silicone preferably constitutes from 20 to 100% of the weight of the carrier liquid. In many instances, when a non-volatile silicone oil is present, its weight ratio to volatile silicone oil is chosen in the range of from 1:3 to 1:40.

10 Silicon-free hydrophobic liquids can be used instead of, or more preferably in addition to liquid silicones.

Silicon-free hydrophobic organic liquids which can be incorporated include liquid aliphatic hydrocarbons such as mineral oils or hydrogenated polyisobutene, often selected
15 to exhibit a low viscosity. Further examples of liquid hydrocarbons are polydecene and paraffins and isoparaffins of at least 10 carbon atoms.

Other hydrophobic carriers are liquid aliphatic or aromatic esters, but these can be used as only part of the
20 liquid carrier, desirably not above 20%, and possibly less than 10% by weight of the water-immiscible liquid carrier.

Suitable aliphatic esters contain at least one long chain alkyl group, such as esters derived from C_1 to C_{20} alkanols esterified with a C_8 to C_{22} alkanolic acid or C_6 to

C₁₀ alkanedioic acid. The alkanol and acid moieties or mixtures thereof are preferably selected such that they each have a melting point of below 20°C. These esters include isopropyl myristate, lauryl myristate, isopropyl palmitate, 5 diisopropyl sebacate and diisopropyl adipate.

Suitable liquid aromatic esters, preferably having a melting point of below 20°C, include fatty alkyl benzoates. Examples of such esters include suitable C₈ to C₁₈ alkyl benzoates or mixtures thereof.

10 Further instances of suitable hydrophobic carriers comprise liquid aliphatic ethers derived from at least one fatty alcohol, such as myristyl ether derivatives e.g. PPG-3 myristyl ether or lower alkyl ethers of polyglycols such as PPG-14 butyl ether.

15 Aliphatic alcohols which are solid at 20°C, such as stearyl alcohol are preferably absent or present in low concentration such as less than 5% by weight of the whole composition since these lead to visible white deposits when a composition is used.

20 However, aliphatic alcohols which are liquid at 20°C may be employed. These include branched chain alcohols of at least 10 carbon atoms such as isostearyl alcohol and octyl dodecanol.

Silicon-free liquids can constitute from 0-100% of the water-immiscible liquid carrier, but it is preferred that silicone oil is present and that the amount of silicon-free constituents preferably constitutes up to 50 or 60% and in many instances from 20 to 60% by weight of the carrier liquid.

Liquid Disperse Phase

If the composition is an emulsion in which the esterified saccharide acts as a structurant in the continuous phase, the emulsion will contain a more polar disperse phase. The disperse phase may be a solution of an active ingredient.

The hydrophilic disperse phase in an emulsion normally comprises water as solvent and can comprise one or more water soluble or water miscible liquids in addition to or replacement for water. The proportion of water in an emulsion according to the present invention is often selected in the range of up to 60%, and particularly from 10% up to 40% or 50% of the whole formulation.

One class of water soluble or water-miscible liquids comprises short chain monohydric alcohols, e.g. C₁ to C₄ and especially ethanol or isopropanol, which can impart a deodorising capability to the formulation. A further class

of hydrophilic liquids comprises diols or polyols preferably having a melting point of below 40°C, or which are water miscible. Examples of water-soluble or water-miscible liquids with at least one free hydroxy group include
5 ethylene glycol, 1,2-propylene glycol, 1,3-butylene glycol, hexylene glycol, diethylene glycol, dipropylene glycol, 2-ethoxyethanol, diethylene glycol monomethylether, triethyleneglycol monomethylether and sorbitol. Especially preferred are propylene glycol and glycerol.

10 In an emulsion the disperse phase is likely to constitute from 5 to 80 or 85% of the weight of the composition preferably from 5 to 50 or 65% more preferably from 25 or 35% up to 50 or 65%, while the continuous phase with the structurant therein provides the balance from 15 or
15 35% up to 95% of the weight of the composition. Compositions with high proportion of disperse phase, i.e. from 65 to 85% disperse phase, may also be advantageous. They can give good hardness even though the concentration of esterified saccharide structurant may be only a small
20 percentage of the total composition.

An emulsion composition will generally include one or more emulsifying surfactants which may be anionic, cationic, zwitterionic and/or nonionic surfactants. The proportion of emulsifier in the composition is often selected in the range
25 up to 10% by weight and in many instances from 0.1 or 0.25

up to 5% by weight of the composition. Most preferred is an amount from 0.1 or 0.25 up to 3% by weight. Nonionic emulsifiers are frequently classified by HLB value. It is desirable to use an emulsifier or a mixture of emulsifiers with an overall HLB value in a range from 2 to 10 preferably from 3 to 8.

It may be convenient to use a combination of two or more emulsifiers which have different HLB values above and below the desired value. By employing the two emulsifiers together in appropriate ratio, it is readily feasible to attain a weighted average HLB value that promotes the formation of an emulsion.

Many suitable emulsifiers of high HLB are nonionic ester or ether emulsifiers comprising a polyoxyalkylene moiety, especially a polyoxyethylene moiety, often containing from about 2 to 80, and especially 5 to 60 oxyethylene units, and/or contain a polyhydroxy compound such as glycerol or sorbitol or other alditol as hydrophilic moiety. The hydrophilic moiety can contain polyoxypropylene. The emulsifiers additionally contain a hydrophobic alkyl, alkenyl or aralkyl moiety, normally containing from about 8 to 50 carbons and particularly from 10 to 30 carbons. The hydrophobic moiety can be either linear or branched and is often saturated, though it can be unsaturated, and is optionally fluorinated. The hydrophobic

moiety can comprise a mixture of chain lengths, for example those deriving from tallow, lard, palm oil, sunflower seed oil or soya bean oil. Such nonionic surfactants can also be derived from a polyhydroxy compound such as glycerol or sorbitol or other alditols. Examples of emulsifiers include cetareth-10 to -25, ceteth-10-25, steareth-10-25 (i.e. C₁₆ to C₁₈ alcohols ethoxylated with 10 to 25 ethylene oxide residues) and PEG-15-25 stearate or distearate. Other suitable examples include C₁₀-C₂₀ fatty acid mono, di or tri-glycerides. Further examples include C₁₈-C₂₂ fatty alcohol ethers of polyethylene oxides (8 to 12 EO).

Examples of emulsifiers, which typically have a low HLB value, often a value from 2 to 6 are fatty acid mono or possibly diesters of polyhydric alcohols such as glycerol, sorbitol, erythritol or trimethylolpropane. The fatty acyl moiety is often from C₁₄ to C₂₂ and is saturated in many instances, including cetyl, stearyl, arachidyl and behenyl. Examples include monoglycerides of palmitic or stearic acid, sorbitol mono or diesters of myristic, palmitic or stearic acid, and trimethylolpropane monoesters of stearic acid.

A particularly desirable class of emulsifiers comprises dimethicone copolymers, namely polyoxyalkylene modified dimethylpolysiloxanes. The polyoxyalkylene group is often a polyoxyethylene (POE) or polyoxypropylene (POP) or a copolymer of POE and POP. The copolymers often terminate in

C₁ to C₁₂ alkyl groups.

Suitable emulsifiers and co-emulsifiers are widely available under many trade names and designations including Abil™, Arlacel™, Brij™, Cremophor™, Dehydrol™, Dehymuls™, Emerest™, Lameform™, Pluronic™, Prisorine™, Quest PGPH™, Span™, Tween™, SF1228, DC3225C and Q2-5200.

Antiperspirant Actives

If the composition is an antiperspirant, it will contain an antiperspirant active. Antiperspirant actives, are preferably incorporated in an amount of from 0.5-60%, particularly from 5 to 30% or 40% and especially from 5 or 10% to 30 or 35% of the weight of the composition.

Antiperspirant actives for use herein are often selected from astringent active salts, including in particular aluminium, zirconium and mixed aluminium/zirconium salts, including both inorganic salts, salts with organic anions and complexes. Preferred astringent salts include aluminium, zirconium and aluminium/zirconium halides and halohydrate salts, such as chlorohydrates.

Aluminium halohydrates are usually defined by the general formula $Al_2(OH)_xQ_y \cdot wH_2O$ in which Q represents

chlorine, bromine or iodine, x is variable from 2 to 5 and
x + y = 6 while wH_2O represents a variable amount of
hydration. Especially effective aluminium halohydrate salts,
known as activated aluminium chlorohydrates, are described
5 in EP-A-6739 (Unilever NV et al), the contents of which
specification is incorporated herein by reference. Some
activated salts do not retain their enhanced activity in the
presence of water but are useful in substantially anhydrous
formulations, i.e. formulations which do not contain a
10 distinct aqueous phase.

Zirconium actives can usually be represented by the
empirical general formula: $ZrO(OH)_{2n-nz}B_z \cdot wH_2O$ in which z is
a variable in the range of from 0.9 to 2.0 so that the value
2n-nz is zero or positive, n is the valency of B, and B is
15 selected from the group consisting of chloride, other
halide, sulphamate, sulphate and mixtures thereof. Possible
hydration to a variable extent is represented by wH_2O .
Preferable is that B represents chloride and the variable z
lies in the range from 1.5 to 1.87. In practice, such
20 zirconium salts are usually not employed by themselves, but
as a component of a combined aluminium and zirconium-based
antiperspirant.

The above aluminium and zirconium salts may have
coordinated and/or bound water in various quantities and/or
25 may be present as polymeric species, mixtures or complexes.

In particular, zirconium hydroxy salts often represent a range of salts having various amounts of the hydroxy group. Zirconium aluminium chlorohydrate may be particularly preferred.

5 Antiperspirant complexes based on the above-mentioned astringent aluminium and/or zirconium salts can be employed. The complex often employs a compound with a carboxylate group, and advantageously this is an amino acid. Examples of suitable amino acids include dl-tryptophan, dl-β-
10 phenylalanine, dl-valine, dl-methionine and β-alanine, and preferably glycine which has the formula $\text{CH}_2(\text{NH}_2)\text{COOH}$.

 It is highly desirable to employ complexes of a combination of aluminium halohydrates and zirconium chlorohydrates together with amino acids such as glycine,
15 which are disclosed in US-A-3792068 (Luedders et al). Certain of those Al/Zr complexes are commonly called ZAG in the literature. ZAG actives generally contain aluminium, zirconium and chloride with an Al/Zr ratio in a range from 2 to 10, especially 2 to 6, an Al/Cl ratio from 2.1 to 0.9 and
20 a variable amount of glycine. Actives of this preferred type are available from Westwood, from Summit and from Reheis.

 Other actives which may be utilised include astringent titanium salts, for example those described in GB 2299506A.

The proportion of solid antiperspirant salt in a composition normally includes the weight of any water of hydration and any complexing agent that may also be present in the solid active. However, when the active salt is in solution, its weight excludes any water present.

If the composition is in the form of an emulsion the antiperspirant active will be dissolved in the disperse phase. In this case, the antiperspirant active will often provide from 3 to 60% by weight of the aqueous disperse phase, particularly from 10% or 20% up to 55% or 60% of that phase.

Alternatively, the composition may take the form of a suspension in which antiperspirant active in particulate form is suspended in the water-immiscible liquid carrier. Such a composition will probably not have any separate aqueous phase present and may conveniently be referred to as "substantially anhydrous" although it should be understood that some water may be present bound to the antiperspirant active or as a small amount of solute within the water-immiscible liquid phase. In such compositions, the particle size of the antiperspirant salts often falls within the range of 0.1 to 200 μm with a mean particle size often from 3 to 20 μm . Both larger and smaller mean particle sizes can also be contemplated such as from 20 to 50 μm or 0.1 to 1 μm .

Optional ingredients

Optional ingredients in compositions of this invention can include disinfectants, for example at a concentration of up to about 10% w/w. Suitable deodorant actives can
5 comprise deodorant effective concentrations of antiperspirant metal salts, deoperfumes, and/or microbicides, including particularly bactericides, such as chlorinated aromatics, including biguanide derivatives, of which materials known as Igasan DP300 TM, Triclosan TM,
10 Tricloban TM, and Chlorhexidine warrant specific mention. A yet another class comprises biguanide salts such as available under the trade mark Cosmosil TM.

Other optional ingredients include wash-off agents, often present in an amount of up to 10% w/w to assist in the
15 removal of the formulation from skin or clothing. Such wash-off agents are typically nonionic surfactants such as esters or ethers containing a C₈ to C₂₂ alkyl moiety and a hydrophilic moiety which can comprise a polyoxyalkylene group (POE or POP) and/or a polyol.

20 A further optional constituent of the formulation comprises one or more secondary structurants which can be employed in addition to the esterified saccharide which is the primary structurant. The amount of such secondary structurants in the formulation is often zero, and usually
25 not more than 15% of the formulation. It is normally not greater than the amount of the primary structurant.

The secondary structurants employable herein can be non-polymeric or polymeric. Solid linear fatty alcohol and/or a wax may be included but are not preferred. Non-polymeric structurants, sometimes referred to as gellants, can be selected from fatty acids or salts thereof, such as stearic acid or sodium stearate or 12-hydroxy stearic acid. Other suitable gellants can comprise dibenzylidene alditols, e.g. dibenzylidene sorbitol. Further suitable gellants can comprise lanosterol, selected N-acyl amino acid derivatives, including ester and amide derivatives, such as N-lauroyl glutamic acid dibutylamide, which gellants can be contemplated in conjunction with 12-hydroxy stearic acid or an ester or amide derivative thereof. Still further gellants include amide derivatives of di or tribasic carboxylic acids, such as alkyl N,N' dialkylsuccinamides, e.g. dodecyl N,N'-dibutylsuccinamide.

Polymeric structurants which can be employed can comprise organo polysiloxane elastomers such as reaction products of a vinyl terminated polysiloxane and a cross linking agent or alkyl or alkyl polyoxyalkylene-terminated poly (methyl substituted) or poly (phenyl substituted) siloxanes. A number of polyamides have also been disclosed as structurants for hydrophobic liquids. Polymers containing both siloxane and hydrogen bonding groups, which might be used as secondary structurants, have been disclosed in WO 97/36572 and WO 99/06473. If an aqueous disperse

phase is present, polyacrylamides, polyacrylates or polyalkylene oxides may be used to structure or thicken this aqueous phase.

5 The compositions herein can incorporate one or more cosmetic adjuncts conventionally contemplatable for antiperspirant solids or soft solids. Such cosmetic adjuncts can include skin feel improvers, such as talc or finely divided polyethylene, for example in an amount of up
10 to about 10%; skin benefit agents such as allantoin or lipids, for example in an amount of up to 5%; colours; skin cooling agents other than the already mentioned alcohols, such a menthol and menthol derivatives, often in an amount of up to 2%, all of these percentages being by weight of the
15 composition. A commonly employed adjunct is a perfume, which is normally present at a concentration of from 0 to 4% and in many formulations from 0.25 to 2% by weight of the composition.

Translucent/Transparent Compositions

20 If a composition of this invention is formulated as an emulsion it is possible to construct the formulation such that the emulsion is translucent or transparent. In order to do this the refractive indices of the water-immiscible continuous phase and the polar or aqueous disperse phase
25 must be matched to each other and the value of refractive

index at which they are matched must also approximately match the refractive index of the structurant.

The refractive index of a fibrous network of a structurant can be determined by using that structurant to
5 gel a number of oils or oil mixtures of differing refractive index. When the resulting gel is transparent, the refractive index of the oil or oil mixture (which can be determined by conventional measurement) is a good approximation to the refractive index of the structurant.
10 The oils or mixtures or oils should be chosen from these which are gelled well by the structurant to avoid interfering effects.

Using this method we have determined the refractive index of a preferred esterified saccharide, namely
15 cellobiose octa-nonanoate, to fall in a range between 1.45 and 1.50, being approximately 1.48 at 22°C.

When the structurants are cellobiose esters of C₉ or shorter fatty acids, we have found that the value at which the refractive indices of the continuous and disperse phases
20 are matched can be somewhat below the refractive index of the structurant, down to a value of 1.42 or even down as far as 1.41 or 1.40. A value slightly above 1.48 would be useable also, but is inconvenient to achieve.

When the structurants are esters of C_{10} or longer acids, the matched refractive indices of the two phases have to be closer to 1.48. For cellobiose octa-decanoate the refractive index of the two phases needs to be above 1.44 and preferably above 1.45 in order to obtain a high level of translucency.

For the continuous phase, silicon-free water-immiscible liquid oils generally have refractive indices in a range from 1.43 to 1.49 at 22°C and can be used alone or mixed together to give a silicon-free carrier liquid with refractive index in this range. Volatile silicone oils generally have a refractive index slightly below 1.40 at 22°C, but carrier liquid mixtures with refractive indices in the range from 1.41 to 1.46 can be obtained by mixing volatile silicone with other oils. Non-volatile silicone oils generally have refractive indices in a range from 1.45 to 1.48 at 22°C and so can be included when desired.

The RI of the continuous phase will be very close to the RI of the carrier liquid (usually a carrier liquid mixture) which is its principal component.

For the disperse phase, a solution of an antiperspirant active salt in water alone will generally display a refractive index below 1.425. The refractive index can be raised by incorporating a diol or polyol into the aqueous

solution. It is believed to be novel to match the refractive index of a polar disperse phase to that of a structurant network within a continuous phase. Moreover, it can be achieved without using so much diol or polyol as will
5 make the composition excessively sticky.

If composition of this invention is a gelled continuous phase without any disperse phase, it can be made transparent or translucent by approximating the refractive index of the liquid carrier to that of the esterified saccharide
10 structurant in the manner discussed above.

For a composition which is a suspension the route to a transparent or translucent composition is to match the refractive indices of the liquid carrier and the suspended solid to that of the esterified saccharide. Particulate
15 antiperspirant actives which are anhydrous solids generally have a refractive index substantially above 1.50 which is brought down by hydration, but we have found that it is not easy to obtain an antiperspirant active with a refractive index of 1.48 or below even if the active is partially
20 hydrated to lower its refractive index.

For this reason, a feature within this invention is to prefer the emulsion form of antiperspirant stick when seeking to achieve a transparent or translucent product.

Mechanical Properties and Product Packages

The compositions of this invention are structured liquids and may be firm or soft in appearance. Even a soft solid has an ability to sustain its own shape, for instance
5 if it is removed from a mould without being subjected to shear it will retain its shape for at least 30 seconds, usually longer.

A composition of this invention will usually be marketed as a product comprising a container with a quantity
10 of the composition therein, where the container has at least one aperture for the delivery of composition, and means for urging the composition in the container towards the delivery aperture. Conventional containers take the form of a barrel of oval cross section with the delivery aperture(s) at one
15 end of the barrel.

A composition of this invention may be sufficiently rigid that it is not apparently deformable by hand pressure and is suitable for use as a stick product in which a quantity of the composition in the form of a stick is
20 accommodated within a container barrel having an open end at which an end portion of the stick of composition is exposed for use. The opposite end of the barrel is closed.

Generally the container will include a cap for its open

end and a component part which is sometimes referred to as an elevator or piston fitting within the barrel and capable of relative axial movement along it. The stick of composition is accommodated in the barrel between the piston and the open end of the barrel. The piston is used to urge the stick of composition along the barrel. The piston and stick of composition may be moved axially along the barrel by manual pressure on the underside of the piston using a finger or rod inserted within the barrel. Another possibility is that a rod attached to the piston projects through a slot or slots in the barrel and is used to move the piston and stick. Preferably the container also includes a transport mechanism for moving the piston comprising a threaded rod which extends axially into the stick through a correspondingly threaded aperture in the piston, and means mounted on the barrel for rotating the rod. Conveniently the rod is rotated by means of a handwheel mounted on the barrel at its closed end, i.e. the opposite end to the delivery opening.

If a composition of this invention is softer, but still capable of sustaining its own shape it will be more suited for dispensing from a barrel with a closure instead of an open end, where the closure has one or more apertures through which composition from the barrel can be extruded. The number and design of such apertures is at the discretion of the designer of the package.

The component parts of such containers are often made from thermoplastic materials, for example polypropylene or polyethylene. Descriptions of suitable containers, some of which include further features, are found in US patents

5 4865231, 5000356 and 5573341.

Measurement of Properties

i) Penetrometer

The hardness and rigidity of a composition which is a firm solid can be determined by penetrometry. If the
10 composition is a softer solid, this will be observed as a substantial lack of any resistance to the penetrometer probe.

A suitable procedure is to utilise a lab plant PNT penetrometer equipped with a Seta wax needle (weight 2.5
15 grams) which has a cone angle at the point of the needle specified to be $9^{\circ}10' \pm 15'$. A sample of the composition with a flat upper surface is used. The needle is lowered onto the surface of the composition and then a penetration hardness measurement is conducted by allowing the needle
20 with its holder to drop under a total weight, (i.e. the combined weight of needle and holder) of 50 grams for a period of five seconds after which the depth of penetration is noted. Desirably the test is carried out at a number of points on each sample and the results are averaged.

25 Utilising a test of this nature, an appropriate hardness for

use in an open-ended dispensing container is a penetration of less than 30 mm in this test, for example in a range from 2 to 30 mm. Preferably the penetration is in a range from 5mm to 20 mm.

5 In a specific protocol for this test measurements on a stick were performed in the stick barrel. The stick was wound up to project from the open end of the barrel, and then cut off to leave a flat, uniform surface. The needle was carefully lowered to the stick surface, and then a
10 penetration hardness measurement was conducted. This process was carried out at six different points on the stick surface. The hardness reading quoted is the average value of the 6 measurements.

ii) Texture analyser

15 The hardness of a softer solid can be measured by using a texture analyser. This test apparatus can move a blunt probe into or out from a sample at a controlled speed and at the same time measure the applied force. The parameter which is determined as hardness is a function of the peak
20 force and the projected area of indentation.

A specific test protocol used a Stable Micro systems TA.XT2i Texture Analyser. A metal sphere, of diameter 9.5mm, was attached to the underside of the Texture Analyser's 5 kg load cell such that it could be used for

indenting a sample placed beneath it on the base plate of the instrument. After positioning the sample, the sphere position was adjusted until it was just above the sample surface. *Texture Expert Exceed* software was used to
5 generate the subsequent motion profile used in the test method. This profile initially indented the sphere into the sample at an indentation speed of 0.05mm/s until a designated force was reached, which was chosen such that the distance of penetration into the sample was less than the
10 radius of the sphere. At this load the direction of motion of the sphere was immediately reversed to withdraw the sphere from the sample at the same speed of 0.05mm/s. During the course of the test, the data acquired were time(s), distance (mm) and force (N) and the data
15 acquisition rate was 25 Hz.

Suitable samples for measurement were either contained in stick barrels, which had a screw mechanism, or in 15 ml glass jars. For the barrel samples, the stick was wound up until it protruded above the edges of the barrel and then a
20 knife was used to skim the top of the barrel in such a way as to leave a flat uniform surface. The stick was then pushed back into the barrel as far as possible to minimise any mechanical interference resulting from the compliance of the screw mechanism in the pack. Two indents were generally
25 made either side of the screw. The samples in the 15 ml jars needed no surface preparation but only had enough

surface area for a single indentation test to be performed.

The data associated with each test were manipulated using standard spreadsheet software and used to calculate the hardness, H , using the following equation:

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

5 where F_{max} is the peak load and A_p is the projected area of the indentation remaining on unloading. This area can be calculated geometrically from the plastic indentation depth. This is slightly less than the total penetration depth measured under load because of elastic deformation of the
10 sample. The plastic indentation depth is calculated from a graph of the unloading-force-versus-total-penetration-depth. The initial slope of this unloading data depends on the initial elastic recovery of the sample. The plastic indentation depth is estimated from an intercept between the
15 zero force axis and a straight line drawn at a tangent to the initial part of the unloading slope.

Similar hardness measurements were also done using a desktop *Instron Universal Testing Machine* (Model 5566) fitted with a 10 N load cell, and the data analysis
20 performed in the same way.

iii) Deposition and whiteness of deposit

Another test of the properties of a composition is the amount of the composition which is delivered onto a surface when the composition is drawn across that surface

5 (representing the application of a stick product to human skin). To carry out this test of deposition, a sample of the composition with standardised shape and size is fitted to apparatus which draws the sample across a test surface under standardised conditions. The amount transferred to
10 the surface is determined as an increase in the weight of the substrate to which it is applied. If desired the colour, opacity or clarity of the deposit may subsequently be determined.

A specific procedure for such tests used apparatus to apply
15 a deposit from a stick onto a substrate under standardised conditions and then measures the mean level of white deposits using image analysis.

The substrates used were

- a: 12 x 28cm strip of grey abrasive paper (3M™ P800
20 WatorDry™ Carborundum paper)
b: 12 x 28cm strip of black Worsted wool fabric.

The substrates were weighed before use. The sticks were previously unused and with domed top surface unaltered.

The apparatus comprised a flat base to which a flat substrate was attached by a clip at each end. A pillar having a mounting to receive a standard size stick barrel was mounted on an arm that was moveable horizontally across the substrate by means of a pneumatic piston.

Each stick was kept at ambient laboratory temperature overnight before the measurement was made. The stick was advanced to project a measured amount from the barrel. The barrel was then placed in the apparatus and a spring was positioned to bias the stick against the substrate with a standardised force. The apparatus was operated to pass the stick laterally across the substrate eight times. The substrate was carefully removed from the rig and reweighed.

Whiteness of Deposit

The deposits from the previous test were assessed for their whiteness after an interval of 24 hours approximately.

This was done using a Sony XC77 monochrome video camera with a Cosmimar 16mm focal length lens positioned vertically above a black table illuminated from a high angle using fluorescent tubes to remove shadowing. The apparatus was initially calibrated using a reference grey card, after the fluorescent tubes had been turned on for long enough to give a steady light output. A cloth or Carborundum paper with a deposit thereon from the previous test was placed on the

table and the camera was used to capture an image. An area of the image of the deposit was selected and analysed using a Kontron IBAS image analyser. This notionally divided the image into a large array of pixels and measured the grey level of each pixel on a scale of 0 (black) to 255 (white). The average of the grey intensity was calculated. This was a measure of the whiteness of the deposit, with higher numbers indicating a whiter deposit. It was assumed that low numbers show a clear deposit allowing the substrate colour to be seen.

iv) Light transmission

The translucency of a composition may be measured by placing a sample of standardised thickness in the light path of a spectrophotometer and measuring transmittance, as a percentage of light transmitted in the absence of the gel.

We have carried out this test using a dual-beam spectrophotometer. The sample of composition was poured hot into a 4.5 ml cuvette made of polymethylmethacrylate (PMMA) and allowed to cool to an ambient temperature of 20-25°C. Such a cuvette gives a 1 cm thickness of composition. Measurement was carried out at 580 nm, with an identical but empty cuvette in the reference beam of the spectrophotometer, after the sample in the cuvette had been held for 24 hours. We have observed that a composition which gives a transmittance of as little as 1% in this test

is perceived by eye as "translucent". If a stick is made from a composition with 3% transmittance, it is possible to see cavities made by boring beneath the surface of the sample. By contrast, a conventional stick structure with 5 stearyl alcohol is so opaque that it is impossible to see beneath its surface. A transmittance measured at any temperature in the range from 20-25°C is usually adequately accurate, but measurement is made at 22°C if more precision is required. In a number of preferred examples we have 10 achieved a transmittance of 20% or above.

Preparation

Compositions of this invention can be produced by conventional processes for making suspension or emulsion solids or soft-solids. Such processes involve forming a 15 heated mixture of the composition at a temperature which is sufficiently elevated that all the esterified saccharide structurant dissolves, pouring that mixture into a mould, which may take the form of a dispensing container, and then cooling the mixture whereupon the structurant solidifies 20 into a network of interconnected fibres extending through the water-immiscible liquid phase.

A convenient process sequence for a composition which is a suspension comprises first forming a solution of the esterified saccharide structurant in the water-immiscible

liquid. This is normally carried out by agitating the mixture at a temperature sufficiently high that all the structurant dissolves (the dissolution temperature) such as a temperature in a range from 50 to 120°C. Thereafter the
5 particulate constituent, for example particulate antiperspirant active, is blended with the hot mixture. This must be done slowly, or the particulate solid must be preheated, in order to avoid premature gelation. The resulting blend is then introduced into a dispensing
10 container such as a stick barrel. This is usually carried out at a temperature 5 to 30°C above the setting temperature of the composition. The container and contents are then cooled to ambient temperature. Cooling may be brought about by nothing more than allowing the container and contents to
15 cool. Cooling may be assisted by blowing ambient or even refrigerated air over the containers and their contents.

In a suitable procedure for making emulsion formulations, a solution of the esterified structurant in the water-immiscible liquid phase is prepared at an elevated
20 temperature just as for suspension sticks. If any emulsifier is being used, this is conveniently mixed into this liquid phase. Separately an aqueous or hydrophilic disperse phase is prepared by introduction of antiperspirant active into the liquid part of that phase (if this is necessary;
25 antiperspirant actives can sometime be supplied in aqueous solution which can be utilised as is). This solution of

antiperspirant active which will become the disperse phase is preferably heated to a temperature similar to that of the continuous phase with structurant therein, but without exceeding the boiling point of the solution, and then mixed with the continuous phase. Alternatively, the solution is introduced at a rate which maintains the temperature of the mixture. If necessary a pressurised apparatus could be used to allow a higher temperature to be reached, but with the structurant materials of this invention this is usually unnecessary. After two phases are mixed, the resulting mixture is filled into dispensing containers, typically at a temperature 5 to 30°C above the setting temperature of the composition, and allowed to cool as described above for suspension sticks.

15 EXAMPLES

The examples below were prepared using a number of materials set out with their proprietary names in the following list. All temperature are in degrees Celsius. Refractive indices were measured at 22°C.

- 20 1 & 2) Volatile cyclic silicones (cyclomethicones)
DC 245 and DC 345 (Dow Corning)
- 3 & 4) Non-volatile silicone fluids
DC 556 and DC 710 (Dow Corning)
- 5) Polydecene (Silkflo 364NF from Albemarle)

- 6) Isostearyl Alcohol (abbreviated to ISA -
Prisorine 3515 from Unichema)
- 7) C12-15 alkyl benzoate (Finsolv TN from Fintex)
- 8) Mineral Oil (Sirius M70 from Dalton)
- 5 9) Polypropyleneglycol 14 butylether (Fluid AP from
Amercol)
- 10) Isopropyl myristate (abbreviated to IPM from
Unichema)
- 11) Cetyl dimethicone copolyol (Abil EM90 emulsifier
10 from Th. Goldschmidt)
- 12) Al/Zr Tetrachlorohydrex glycine complex (AZAG -
7167 from Summit)
- 13) 50% aqueous solution of Al/Zr pentachlorohydrate
(Zirkonal 50 from Giulini)
- 15 14) Superfino talc (particle size about 5 μ from Cyprus
Minerals)
- 15) Glycerol (from Aldrich)
- 16) Propylene glycol (from Fisons)
- 17) Al/Zr Tetrachlorohydrex glycine complex 30% in
20 propylene glycol (WA2Z 8106 from Westwood)
- 18) Al/zr tetrachlorohydrex glycine complex (AZG-375
from Summit)
- 19) Isohexadecane (Permethyl 101A from Presperse Inc)
- 20) Isoeicosane (Permethyl 102A from Presperse Inc).

25 Example 1

Cellobiose was esterified with nonanoic acid to yield

the fully esterified product in the form of its α -anomer following a procedure generally as described in Takada et al, Liquid Crystals, Volume 19, page 441 (1995).

The following materials were used:

- 5 β -D-cellobiose, 20 grams, 0.058 moles
Nonanoic acid, 591.6 grams, 3.74 moles
Trifluoroacetic anhydride, 297.6 grams, 1.42 moles.

These materials were obtained from Acros Organics - Fisher Scientific.

- 10 Into a 2 litre flange pot equipped with an overhead stirrer, water condenser and addition inlet was placed the nonanoic acid together with the trifluoroacetic anhydride. The resultant clear mixture was stirred up and heated to 100°C using a silicone oil bath and temperature probe.
- 15 During heating it was noted that the colour of the reaction mixture darkened and developed a dark brown tinge. After allowing the mixture to stir for one hour at 100°C, the cellobiose was slowly added via a solid powder funnel to the dark activated solution, and a dirty brown suspension was
- 20 formed which re-dissolved forming a clear black solution within 10-20 minutes.

The reaction flask was then maintained at 100°C for a total of 6 hours then cooled down to ambient laboratory

temperature. Next the contents of the flask were transferred into 2 litres of methanol containing 10% de-ionised water in an ice-cooled 5 litre beaker. Immediately an off-white solid precipitate came out of solution, this
5 was filtered off and collected. The crude solid was recrystallised a total of 4 times from a tetrahydrofuran/methanol solution producing a white solid product.

The product was obtained in a quantity of 31.5 g which
10 was a 37% yield. It had a melting point of 110°C. The infra-red spectrum showed an absorption peak at 1739 cm^{-1} for the ester carbonyl group. The amount of free acid could be determined from its absorption peak at 1705 cm^{-1} .

The n.m.r. spectrum showed the amount of cellobiose
15 which was fully esterified and the proportions of product which were the α - and β -anomers.

The same procedure was followed using acids of different chain lengths. The acids used and details of the products are set out in the following table.

Acid used	Properties of product			
	Mpt (°C)	% of α-anomer	% fully esteri- fied	Comments
Hexanoic	104.9	95%	86%	- no free acid - white solid
Heptanoic	110	100%	100%	- white needles
Octanoic	110	98%	100%	- no free acid - white fluffy powder
Nonanonic	101	93.5%	93.5%	- 0.3% free acid - off white powder
Decanoic	97	87%	85.4%	- no free acid - off white powder
Dodeca- noic	60- 61*	80%	70%	- 2% free acid - off white powder
Octadeca- noic	92	83%	74%	- no free acid - white powder
Nonanonic and deca- noic in equimolar ratio	90	86%	90%	- 1-4% free C ₉ acid - 1-3% free C ₁₀ acid - off white powder

* Melting point reduced by methyl dodecanoate impurity.

Example 2

Samples of esterified cellobiose prepared in accordance with Example 1 were used to gel various water-immiscible liquids and mixtures of liquids. The procedure was as follows:

0.5 grams esterified cellobiose and 9.5 grams of the liquid (or other proportions to give a total of 10 grams) were weighed directly into a 15 gram or 30 gram glass jar. A small magnetic follower was placed in the jar which was then placed on a hot plate. It was stirred and heated until all of the esterified cellobiose had dissolved in the liquid. This "dissolution temperature" was noted. The jar was then removed from the hot plate, the stirrer was removed from the hot liquid in the jar. A thermometer was placed in the liquid and the contents of the jar were then left undisturbed to cool. The gelling temperature, i.e. the temperature at which the contents gelled, was noted. The jar was left to stand for 24 hours and then the contents of the jar were inspected visually, pressed with a probe and classified qualitatively according to their appearance as a soft, medium or hard gel. The clarity or otherwise of the gel was noted. In most instances the gel was remelted, the remelting temperature was noted, and some of the melt was poured into a plastic (polymethylmethacrylate) cuvette and allowed to cool back to ambient laboratory temperature so

that the gel reformed in the cuvette. The transmittance of light through the 1cm thickness of gel in the cuvette was determined at a wave length of 580 nm using an ultraviolet/visible spectrophotometer.

5 The following tables show the water-immiscible liquids which were used, the percentage of esterified cellobiose structurant used to gel the liquid, the dissolution temperature, the gelling temperature, the visual appearance of the gel and in some cases the remelt temperature and the
10 percentage light transmittance (denoted as %T) through 1cm of the gel at 580nm.

Gelling with α -cellobiose octa-hexanoate ("CB6" R = $-\text{COC}_5\text{H}_{11}$)						
Liquid	% CB6	Diss Temp	Gel Temp	Remelt Temp	% T	Visual appearance of gel
ISA (6)	5	53	26	45	76	Soft & transparent
15 DC 345 (2)	5	90	59	70	0.03	Medium & opaque
DC 556 (3)	5	58	30	50	78	V. soft & transparent
Silkflo 364 NF (5)	5	80	65	70	27	v. soft & transparent
Fluid AP (9)	5	65	30	53	46	Soft & transparent
20 DC 345: Fluid AP 80 : 20 wt ratio	5	72	30	55	56	Medium/hard & transparent

Gelling with α -cellobiose octa-heptanoate ("CB7" R= -COC ₆ H ₁₃)						
Liquid	% CB7	Diss Temp	Gel Temp	Remelt Temp	% T	Visual appearance of gel
ISA (6)	5	41	25	41		Very soft & transparent gel -> crystal growth occurs
DC 345 (2)	5	51	38	51		Medium & transparent -> crystal growth
5 Silkflo 364 NF (5)	5	57	48	57		Very soft & opaque
Fluid AP (9)	5	55	35	55		Very soft & opaque -> crystal growth

Gelling with α -cellobiose octa-octanoate("CB8" R = COC ₇ H ₁₅)						
Liquid	% CB8	Diss Temp	Gel Temp	Remelt Temp	% T	Visual appearance of gel
ISA (6)	5	41	30	41		Hard & transparent -> crystal growth
	10	41	35			Hard & translucent -> crystal growth
10 DC 345 (2)	5	48	41	50	17	Hard & transparent/translucent
	10	53	50			Hard & opaque
DC 556 (3)	5	48	30	45	49	Hard & transparent
	10	49	35			Hard & transparent
Silkflo 364 NF (5)	5	53	45	51	22	Hard & transparent
	10	55	50			Hard & opaque

Gelling with α -cellobiose octa-nonanoate ("CB9" R = $\text{COC}_8\text{H}_{17}$)						
Liquid	% CB9	Diss Temp	Gel Temp	Remelt Temp	% T	Visual appearance of gel
ISA (6)	5	57	25	46	78	Medium/hard & transparent
DC 345 (2)	5	62	42	60	15	Hard & transparent/ translucent
DC 566 (3)	5	69	29	52	81	Hard & transparent
Silkflo 364NF (5)	5	71	40	55	78	Hard & transparent
Fluid AP	5	82	38	55	37	Soft/medium & transparent
DC 345 : Fluid AP 80 : 20 wt ratio	5	68	28	54	39	Soft/medium & transparent
DC 710 (4)	5	82	48	62	11	Medium & translucent
DC 710 : DC 345 60 : 40 wt ratio	5	74	33	60	4	Hard & translucent

Gelling with α -cellobiose octa-decanoate ("CB10" R = $\text{COC}_9\text{H}_{19}$)						
Liquid	% CB10	Diss Temp	Gel Temp	Remelt Temp	% T	Visual appearance of gel
Finsolv TN (7)	5	72	25	38		Very soft & transparent gel
ISA (6)	5	72	25	47	46	Medium & transparent
	7	68	25	52		Hard & translucent
	10	76	30			Medium & transparent
DC 345 (2)	5	85	62	71	0.02	Hard & translucent/ opaque
	7	84	65	59		Hard & opaque
DC 556 (3)	3	79	46	59		Medium & transparent
	5	n/d	50	52	2	Medium/hard & translucent
	7	74	40	67		Hard & translucent
Fluid AP (9)	3	85	35	60		Medium & transparent
	5	82	33	51		Medium & transparent
	7	78	51	53	3	Medium & translucent
	10	84	45			Medium & translucent/ opaque
DC 345 : Fluid AP 80 : 20 wt ratio	5	73	25	55	<0.01	Medium & translucent/ opaque
	7	82	36	49		Hard & opaque
	10	83	41			Hard & opaque
DC 710 (4)	5	100	80	80	0.15	Medium & opaque
DC 710 : DC 345 60 : 40 wt ratio	5	92	65	65	1	Medium & translucent/opaque

Gelling with α -cellobiose octa-dodecanoate ("CB12" R = $\text{COC}_{11}\text{H}_{23}$)						
Liquid	% CB12	Diss Temp	Gel Temp	Remelt Temp	% T	Visual appearance of gel
ISA (6)	5	54	30	48	12	Soft & transparent/trans- lucent
5 DC 345 (2)	5	50	48	50	0.17	Soft & opaque
DC 556 (3)	5	60	35	48	17	Medium & transparent/trans- lucent
Silkflo 364 NF (5)	5	53	45	55	3	Medium & transparent
Fluid AP (9)	5	63	43	55	4	Soft & transparent/ translucent
10 DC 345: Finsolv TN 80 : 20 wt ratio	5	65	29	42	3	soft & translucent
DC 345 : Fluid AP 80 : 20 wt ratio	5	63	42	50	0.25	Soft/medium & opaque
DC 710 (4)	5	65	57	65	1	Medium & opaque
15 DC 710 : DC 345 60 : 40 wt ratio	5	65	48	55	39	Soft & transparent

Gelling with α -cellobiose octa-octadecanoate						
("CB18" R = $\text{COC}_{17}\text{H}_{35}$)						
Liquid	% CB18	Diss Temp	Gel Temp	Remelt Temp	% T	Visual appearance of gel
Finsolv TN (7)	5	68	47	60	0.12	very soft & opaque
	7	68	47			
IPM (10)	5	68	50	59	0.01	very soft & opaque
	7	72	50			very soft & opaque
ISA (6)	5	68	58	62	0.03	very soft & opaque
	7	70	61			soft & opaque
DC 345 (2)	5	85	82	80	<0.01	soft & opaque
	7	87	86			soft & opaque
	10	85	84			medium & opaque
DC 556 (3)	5	77	76	75	0.08	soft & opaque
	7	83	79			soft & opaque
	10	83	79			medium & opaque
Silkflo 364 NF (5)	5	72	66	75	0.11	medium & opaque
	7	72	68			medium & opaque
	10	79	69			medium & opaque
Fluid AP (9)	5	78	76	78	0.01	soft & opaque
	7	82	77			medium & opaque
	10	82	81			soft & opaque

Example 3

Cellobiose was esterified with a less than stoichiometric quantity of nonanoic acid to yield a partially esterified product, following a procedure generally similar to that of Example 1.

The following materials were used:

β -D-cellobiose, 2.5 grams, 7.3×10^{-3} moles

Nonanoic acid, 5.78 grams, 3.65×10^{-2} moles

Trifluoroacetic anhydride, 2.91 grams, 1.38×10^{-2} moles.

10 Into a 3-neck round bottomed flask equipped with an overhead stirrer, water condenser and addition inlet was placed the nonanoic acid together with the trifluoroacetic anhydride. The resultant clear mixture was stirred and heated to 100°C. The colour of the reaction mixture darkened. The cellobiose
15 was slowly added and a grey suspension was formed. The reaction mixture was kept at 100°C for 6 hours then allowed to cool to ambient laboratory temperature. 100 ml of ice-cold methanol containing 10% water was mixed with the contents of the reaction flask. A fine white product was
20 formed. This was filtered off and washed with further portions of methanol/water before drying in a vacuum oven. The yield was 2.5 grams.

The infra-red spectrum showed absorption peaks at 1744 and

3340 cm^{-1} corresponding to the ester carbonyl group and free hydroxyl groups respectively. Mass spectrometer showed the presence of unacylated cellobiose and the penta-, hexa-, hepta- and octa-nonanoate esters of the cellobiose. The
5 mono- di- and tri- esters could not be observed.

The ability of this partially esterified cellobiose to gel water-immiscible liquids was tested using the following procedure in which fully acylated cellobiose was included for comparison. In this procedure a large number of gels
10 can be prepared simultaneously.

Gels were prepared in a 96 well (8 by 12 row) glass micro-titre plate. Each well had a volume of about 1 ml. About 0.01 g of each esterified cellobiose material was placed into 8 consecutive wells in a single row.
15 Approximately 0.2 g of the required liquid was added to each well. A glass lid was placed on top of the plate. The plate was carefully placed in a thermostatically controlled fan assisted box oven at 150°C for 2.5 hours. The plate was then removed from the oven and allowed to cool naturally to
20 ambient laboratory temperature. The contents of each well were evaluated after 18 hours. Evaluation was carried out by visual inspection and by poking the contents of each well with a micro-spatula.

The results obtained were:

Liquid	Fully acylated α C9 Cellobiose	Partially acylated α C9 Cellobiose	Fully acylated α C10 Cellobiose
Mineral oil (8)	hard gel	no gel	hard gel
Fluid AP (9)	medium hard gel	soft gel	hard gel
5 Polydecene(5)	hard gel	soft gel	hard gel
DC 556 (3)	hard gel	soft gel	hard gel
Isostearyl alcohol (6)	hard gel	no gel	hard gel

10 This demonstrates that partially esterified cellobiose can be used, but the fully esterified compound is superior.

Example 4

Antiperspirant suspension sticks were prepared using a water-immiscible liquid or a mixture of water-immiscible liquids, an antiperspirant active and an esterified cellobiose. In all cases the procedure was as follows: the liquid or mixture of liquids was heated to a temperature 5 to 10°C above a temperature at which the esterified cellobiose had been observed to dissolve in a preliminary test. During this heating the liquid was mixed gently using a Silverson mixer. The esterified cellobiose was added and allowed to dissolve. Next, the particulate antiperspirant active was added to this solution. The resulting mixture was then allowed to cool (or, if necessary, heated) whilst mixing gently until it reached a temperature of about 5 to 10° above the gelling point. At this stage the mixture was poured into antiperspirant stick barrels and left to cool without further disturbance until the formulation had solidified.

The resulting sticks were evaluated after at least 24 hours at ambient laboratory temperature. In all cases the appearance of the stick was noted, the hardness was determined by penetrometer and texture analyser, and tests of deposition and whiteness of the resulting deposit were carried out using the procedures described earlier.

The formulations which were prepared and the properties of the resulting sticks are set out in the table below. The testing of hardness and whiteness of deposit was also carried out with a commercial white solid stick (CWS) structured with 15% stearyl alcohol and 3% castor wax, these percentages being by weight of its whole composition.

"Esterified cellobiose C_{12} " denotes cellobiose esterified with dodecanoic acid, as in Example 1.

"Esterified cellobiose C_9/C_{10} " denotes cellobiose esterified with an equimolar mixture of nonanoic and decanoic acids, as in Example 1.

Example		CWS	4.1	4.2	4.3	4.4	4.5	4.6	4.7
		% by Weight							
5	Cyclomethicone, DC 245 (1)		68.50	54.80	52.80	66.00	51.05	52.80	66.00
	Polydecene (5)		---	13.70	13.20	---	9.95	13.20	---
	Esterified cellobiose C ₁₂		7.50	7.50	10.00	10.00	15.00	---	---
	Esterified cellobiose C ₉ /C ₁₀		---	---	---	---	---	10.00	10.00
10	AZAG 7167 (12)		24.00	24.00	24.00	24.00	24.00	24.00	24.00
	penetration depth (mm)	9.40	---	11.2	13.5	12.6	---	16.2	12.0
	Hardness by texture analyser (N/mm ²)	---	---	0.26	0.18	0.21	0.50	0.11	0.24
15	Whiteness on grey paper 24 hours after deposition	118	80	26	25	50	---	25	37
	Whiteness on black wool 24 hours after deposition	186	102	18.5	27	90	---	28	92

Example 5

Two soft solid products were prepared with the following formulations:

5	Ingredient	% by weight	
	Cyclomethicone DC 245 (1)	55.0	55.45
	Polydecene (5)	13.0	13.86
	Esterified cellobiose (fully esterified with C18 fatty acid)	4.0	-
10	Esterified cellobiose (fully esterified with C9 and C10 fatty acids)	-	2.97
	Talc (14)	4.0	3.96
	AZAG (12)	24.0	23.76

The liquids and esterified cellobiose structurant were mixed together and heated with gentle stirring from a Silverson mixer to reach a temperature about 20-30°C above the minimum temperature at which the esterified cellobiose would dissolve. The particulate antiperspirant active and talc were both added with more vigorous mixing. The mixture was then cooled further with continued mixing until the temperature had fallen to somewhat below a gelation temperature measured during a preliminary test. Then the mixture (which was still mobile) was poured into stick barrels and left to cool to ambient laboratory temperature.

Both formulations were spreadable and extrudable soft solids which was nevertheless capable of sustaining their own shape during storage for a period of 24 hours at 50°C.

Example 6

Opaque emulsion sticks were prepared with formulations as set out in tables below.

To prepare these sticks, the cyclomethicone was mixed
5 with the other organic liquids (if any) including the cetyl
dimethicone copolyol which functioned as an emulsifier
(silicone surfactant) and the mixture was heated with gentle
stirring to a temperature 5 to 10°C above the temperature at
which the structurant had been found to dissolve. The
10 esterified cellobiose was then added and allowed to
dissolve.

The disperse phase (also referred to as internal phase)
was an aluminium zirconium active dissolved in water or in a
mixture of a polyol and water. This disperse phase was pre-
15 heated to the same temperature as the organic oils
containing the esterified cellobiose and added slowly to
them over a period of one minute while mixing with a
Silverson mixer. After addition was complete the
formulation was mixed at higher speed for five minutes.
20 Stirring speed was then reduced for a further one minute
after which the mixture was poured into stick barrels and
allowed to cool undisturbed to ambient laboratory
temperature. The sticks were tested by penetrometer, by
texture analyser and for whiteness of deposits, in each
25 instance by the test procedures given earlier. All of the
sticks were opaque although without the chalky white

appearance of a commercial white stick structured with stearyl alcohol and castor wax.

Examples		6.1	6.2	6.3	6.4	6.5	6.6
		% by weight					
5	Cyclomethicone DC 245 (1)	18	22.25	21.7	45.5	-	-
	Cyclomethicone DC 345 (2)	-	-	-	-	23.8	24.4
	Mineral Oil (8)	-	-	-	-	22.9	23.4
	Polydecene (5)	22.75	27.5	27.4	-	-	-
10	PPG-14 Butyl Ether (9)	4.5	5.5	5.4	-	-	-
	Esterified cellobiose -C ₉	3.75	3.75	4.5	-	-	-
	Esterified cellobiose -C ₁₀	-	-	-	2.5	4.8	2.4
	Cetyl Dimethicone Copolyol (11)	1	1	1	2	1	1
15	Zirkonal 50 (13)	40	40	40	40	38	38
	Glycerol	-	-	-	-	9.5	10.8
	Water	10			10	-	-
		Properties					
	penetration depth (mm)	16.8	17.5	15.7	40	12.5	-
20	Hardness by texture analyser (N/mm ²)	0.11	0.10	0.12	-	-	-
	Whiteness on grey paper 24 hours after deposition	19	16	16	31	-	-
	Whiteness on black wool 24 hours after deposition	28	29	27	11	-	-

25 N.B. 40% of Zirkonal 50 provides 20% of antiperspirant active and 20% of water.

Examples		6.7	6.8	6.9	6.10	6.11	6.12
		% by weight					
5	Cyclomethicone DC 245 (1)	-	23.5	20.95	19.8	20.95	22.3
	Cyclomethicone DC 345 (2)	24.4	-	-	-	-	-
	Mineral Oil (8)	23.4	22.2				21.0
	Polydecene (5)				25.9		
	PPG-14 Butyl Ether (9)				-		
10	DC 556 (3)			24.75			
	Isostearyl alcohol (6)	-	-	-	-	24.8	-
	Esterified cellobiose -C ₉		-	-	-	-	-
	Esterified cellobiose -C ₁₀	2.4	2.5	2.5	2.5	2.5	5
	Cetyl Dimethicone Copolyol (11)	1	1.8	1.8	1.8	1.75	1.7
15	Zirkonal 50 (13)	40	40	40	40	40	40
	Glycerol	10	10	10	10	10	10
	Water	-	-	-	-	-	-
		Properties					
20	penetration depth (mm)		22.7	25.6	25.0	29.0	17.8
	Hardness by texture analyser (N/mm ²)				-		
	Whiteness on grey paper 24 hours after deposition		27	25	22	23	28
	Whiteness on black wool 24 hours after deposition		17	13	15	11	16

Example 7

A number of oils, with various values of refractive index, were gelled with cellobiose octa-ester, or with another structurant as stated in the table below. The clarity of the gels was assessed by measuring light transmission at 580 nm, when a 1cm thickness of gel in a cuvette was placed in a spectrophotometer light beam at 20-25°C.

Results are given in the following table, where

RI mismatch = RI of liquid - RI of structurant.

Structurant and its RI	RI mismatch				
	-0.08	-0.04	-0.02	0.0	+0.06
5% cellobiose octa-nonanoate (~1.48)	16%	40%	63%	~100%	13%
5% cellobiose octa-dodecanoate (~1.48)	<0.2%	2%	16%	40%	3%
5% cellobiose octa-octadecanoate (~1.48)	<0.01%	<0.01%	<0.1%	6%	<0.05%
4% N-lauroyl glutamic acid di-n-butylamide (GP1) (~1.48)	<0.01%	<0.01%	6%	63%	25%
2.5% 12-hydroxy stearic acid (~1.52)	16%	40%	63%	~100%	no data

It can be seen that mis-match of refractive index reduces light transmittance. Cellobiose octa-nonanoate is much more tolerant of mismatch than are esters of cellobiose with longer acids and the N-acylaminoacid amide gellants. 12-hydroxy stearic acid is also tolerant of mis-match but

requires the liquids to be matched to its higher refractive index.

Example 8

5 The procedure of Example 6 was repeated to prepare a number of emulsion sticks with formulations set out in the following tables. The continuous and disperse phases were formulated to have refractive indices which matched closely at the value given in the tables. These sticks were tested as before and the properties are also given in these tables.

Examples		8.1	8.2	8.3	8.4	8.5	8.6
		% by weight					
5	Cyclomethicone DC245 (1)	22.625	18.75	25.5	19	26	17.75
	Mineral Oil (8)	22.625	-	-	-	-	-
	Polydecene (5)	-	22.5	15.75	22	15	22
	PPG-14 Butyl Ether (9)	-	4	4	-	-	4.25
	Isostearyl Alcohol (6)	-	-	-	4.25	4.25	-
10	Esterified Cellobiose C ₉	3.75	3.75	3.75	3.75	3.75	5
	Cetyl Dimethicone Copolyol (11)	1	1	1	1	1	1
	Zirkonal 50 (13)	40	40	40	40	40	40
15	Glycerol (15)	10	10	7.5	10	7.5	10
	Water	-	-	2.5	-	2.5	-
	PG (16)	-	-	-	-	-	-
	AZG 375 (18)	-	-	-	-	-	-
		Properties					
20	Matched RI of phases	1.43	1.43	1.425	1.435	1.425	1.43
	penetration depth (mm)	19.3	18.5	17.3	24.7	23.6	12.4
	Hardness by texture analyser (N/mm ²)	0.11	0.12	0.08	0.07	0.06	0.17
25	Whiteness on grey paper 24 hours after deposition	-	15	16	18	19	16
	Whiteness on black wool 24 hours after deposition	-	24	28	25	30	26
30	Transmittance at 580nm	-	38%	33%	41%	35%	51%

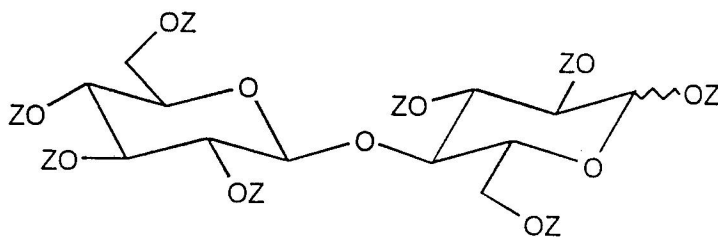
Examples		8.7	8.8	8.9	8.10	8.11	8.12
		% by weight					
5	Cyclomethicone DC245 (1)	16.75	18	14.02	28.4	4.5	
	Cyclomethicone DC345 (2)						4.4
	Mineral Oil (8)	-	-	-	-		43.4
	Polydecene (5)	20.75	22.75	17.72	13.1	50.75	
	PPG-14 Butyl Ether (9)	4	4.5	3.51	3.75	-	
10	Isostearyl Alcohol (6)	-	-	-	-	-	
	Esterified Cellobiose C ₉	7.5	3.75	3.75	3.75	3.75	
	Esterified Cellobiose C ₁₀						2.4
	Cetyl Dimethicone Copolyol (11)	1	1	1	1	1	1
	Zirkonal 50 (13)	40	-	40	40	-	
15	Westwood Active (17)						48.8
	Glycerol (15)	10	4	17.5	6.25	12	
	Water	-	14	2.5	3.75	8	
	PG (16)	-	12	-	-	-	
	AZG 375 (18)	-	20	-	-	20	
		Properties					
20	Matched RI of phases	1.43	1.43	1.43	1.42	1.45	1.46
	penetration depth (mm)	11	14.5	14.9	15.1	14.8	-
	Hardness by texture analyser (N/mm ²)	0.29	0.11	0.14	0.13	0.11	-
	Whiteness on grey paper 24 hours after deposition	17	20	18	21	16	-
	Whiteness on black wool 24 hours after deposition	25	28	25	31	19	-
25	Transmittance at 580nm	48%	82%	65%	30%	72%	74%

Examples	8.13	8.14	8.15	8.16	8.17	
	% by weight					
Cyclomethicone DC245 (1)	41.85	35.4	10.04	10.64	6.96	
Permethyl 101A (19)	2.15					
Permethyl 102A (20)	-	8.6				
Polydecene (5)			12.7	13.45	8.8	
PPG-14 Butyl Ether (9)			2.51	2.66	1.74	
Isostearyl Alcohol (6)	-	-				
Esterified Cellobiose C ₉	5	5	3.75	2.25	1.5	
Cetyl Dimethicone Copolyol (11)	1	1	1	1	1	
Zirkonal 50 (13)	40	40	52.71	52.71	60.24	
Glycerol (15)	0.75	4.5	17.29	17.29	19.76	
Water	9.25	5.5	-	-	-	
PG (16)						
AZG 375 (18)						
	Properties					
Matched RI of phases	1.40	1.41	1.43	1.43		
penetration depth (mm)	13.5	13.2	12.0	16.8		
Hardness by texture analyser (N/mm ²)	0.16	0.15	0.13	0.07		
Whiteness on grey paper 24 hours after deposition	59	61	24	24		
Whiteness on black wool 24 hours after deposition	122	24	15	16		
Transmittance at 580nm	2.7%	5%	33%	73%		

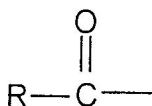
CLAIMS:

1. A composition of matter suitable for cosmetic use comprising a continuous phase which contains a water-immiscible liquid carrier and a structurant therein which is
 5 an at least partially esterified saccharide containing at least two glucose residues joined in β -1,4-configuration.

2. A composition according to claim 1 wherein the esterified saccharide is an at least partially esterified cellobiose of the formula



10 wherein each Z is independently hydrogen or an acyl group of the formula



where R denotes a hydrocarbyl group containing from 4 to 22 carbon atoms, with the proviso that not more than half of the Z groups are hydrogen.

15 3. A composition according to claim 2 wherein at least three-quarters of the said groups Z are said acyl groups.

4. A composition according to claim 2 or claim 3 wherein R denotes an alkyl or alkenyl group of 5 to 18 carbon atoms.

5. A composition according to claim 2 or claim 3 wherein R denotes an alkyl group of 5 to 12 carbon atoms.
6. A composition according to claim 2 or claim 3 wherein R denotes a linear alkyl group of 7 to 9 carbon atoms.
- 5 7. A composition according to claim 2 wherein substantially all of the said groups Z are said acyl groups wherein R is linear alkyl of 7 to 9 carbon atoms.
8. A composition according to any one of claims 1 to 7 characterised in that the water-immiscible liquid carrier
10 contains a volatile silicone and optionally a non-volatile silicone and/or a non-silicone hydrophobic organic liquid selected from hydrocarbons, hydrophobic aliphatic esters, aromatic esters, hydrophobic alcohols and hydrophobic ethers.
- 15 9. A composition according to any one of the preceding claims wherein the water-immiscible carrier liquid contains silicone oil in an amount which is at least 10% by weight of the composition.
10. A composition according to any one of the preceding
20 claims containing from 0.1 to 15% by weight of the structurant.
11. A composition according to any one of the preceding claims which contains not more than 5% by weight of any fatty alcohol which is solid at 20°C.

12. A composition according to any one of the preceding claims wherein the composition is an emulsion with a hydrophilic, preferably water-miscible, disperse phase in addition to said water-immiscible liquid continuous phase.

13. A composition according to claim 12 wherein the disperse phase contains a diol or polyol.

14. A composition according to claim 12 or claim 13 which contains from 0.1% to 10% by weight of a nonionic emulsifier.

15. A composition according to any one of claims 12 to 14 which does not contain more than 8% by weight of ethanol or any monohydric alcohol with a vapour pressure above 1.3 kPa at 22°C.

16. A composition according to any one of claims 1 to 11 wherein the composition is a suspension with a particulate solid material dispersed in said liquid continuous phase.

17. A composition according to any one of the preceding claims which is an antiperspirant composition comprising an antiperspirant active.

18. A composition according to any one of claims 1 to 11 which is an antiperspirant composition comprising a particulate antiperspirant active in suspension in said water-immiscible continuous phase.

19. A composition according to any one of claims 11 to 15 which is an antiperspirant composition comprising an antiperspirant active dissolved in said disperse phase.

20. A composition according to any one of claims 17 to 19
5 wherein the antiperspirant active comprises an aluminium and/or zirconium halohydrate, an activated aluminium and/or zirconium halohydrate, or an aluminium and/or zirconium complex or an activated aluminium and/or zirconium complex.

21. A composition according to claim 20 which is a
10 halohydrate or complex in which aluminium and zirconium are both present.

22. A composition according to any one of claims 17 to 21 wherein the proportion of antiperspirant active is from 5 to 40% by weight of the composition.

15 23. A composition according to any one of the preceding claims which is a firm gel such that a penetrometer needle with a cone angle of 9 degrees 10 minutes, drops into the gel for no more than 30 mm when allowed to drop under a total weight of 50 grams for 5 seconds.

20 24. A composition according to any one of the preceding claims which is translucent or transparent.

25. A composition according to claim 24 which has at least 1%, and preferably at least 3% light transmittance at 580 nm through a 1cm thickness of the composition at 22°C.

26. An antiperspirant product comprising a dispensing container having at least one aperture for delivery of the contents of the container, means for urging the contents of the container to the said aperture or apertures, and a composition according to any one of the preceding claims accommodated within the container.

27. A product according to claim 26 wherein the composition is in the form of a stick and the container has an open end at which an end portion of the stick of composition is exposed for use.

28. A process for the production of a composition according to any one of claims 1 to 25 comprising, not necessarily in any order, the steps of

- incorporating into a water-immiscible liquid carrier a structurant which is a said wholly esterified or partially esterified saccharide containing at least two glucose residues joined in a β -1,4-configuration,
- if required, mixing the liquid carrier with a solid or a disperse liquid phase to be suspended therein,
- heating to an elevated temperature at which the structurant is in solution in the water-immiscible liquid carrier,

followed by cooling or permitting the mixture to cool to a temperature at which it is thickened or solidified.

29. A process according to claim 28 which includes a step of pouring the mixture at elevated temperature into a dispensing container and allowing it to cool therein so as



REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE

PATENTE DE INVENCION []

MODELO DE UTILIDAD []

- Nombre e identificación del Solicitante []
- Nombre e identificación del Inventor []
- Título o nombre de la Invención []
- Descripción 15 []
- Reivindicaciones 78 []
- Resumen 1 []
- Comprobante de Pago 2 []

COMPLETA ☒

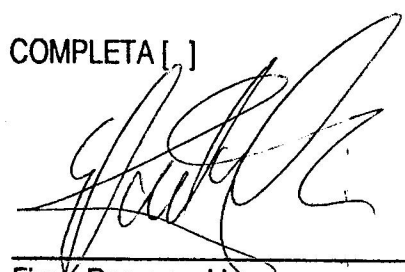
INCOMPLETA []

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 00-0260095.

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 A CAMACHO y/o ALFONSO
LLORED A CAMACHO y/o JOSE ANTONIO LLORED A

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

Facultad para desistir SI.

Revisado .

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
PRIMER EXAMEN DE FORMA

1000-04-11
430

EXPEDIENTE 00-026095

00-26098

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 ☒ NO ☐ **NO APLICABLE** ☐ Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art. 14-a).
- SI ☒ 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 ☒ 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 ☒ NO ☐ **EXTEMPORANEAMENTE** ☐ Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de Paris.
- SI ☒* NO ☐ **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 ☐ **NO APLICABLE** ☐ Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art. 4, D-3 Convenio de París; Concepto: 5 de enero de 1999 S.I.C.).
- SI ☒* NO ☐ **CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS**

OBSERVACIONES JURIDICAS:*Se observa que los datos contenidos en la copia Británica 9908202.6 de fecha 12 de abril de 1999, certificada su conformidad por la Administración que la recibió, específicamente el número de la solicitud y el nombre de la invención no corresponden con los indicados en el folio 1 de la solicitud Nacional. Debiendo, por lo tanto hacer claridad al respecto

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud:

- SI ☐ NO ☒ Se ajusta a los aspectos **FORMALES** indicados en la Decisión 344 y por tanto,
- SI ☐ NO ☒ Se recomienda **PUBLICAR** el extracto correspondiente.

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


EXAMINADOR JURIDICO

DIVISIÓN NUEVAS CREACIONES
1º EXAMEN DE FORMA

2000-05-45
430

EXPEDIENTE N°
CONCEPTO TÉCNICO N° 743

IPC:

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 y 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 del 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 de acuerdo con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94. |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene el arte final del dibujo característico de acuerdo con el literal c) del artículo 4 y el artículo 27 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., 15 mayo 2000

202012

1º EXAMEN DE FORMA

CONCEPTO TÉCNICO N° 743

EXPEDIENTE N° 00- 26095

IPC: A61K 7/32

- -La reivindicación 1 no es clara en la parte donde dice "una composición de sustancia...", probablemente lo que se quiere decir es "Una composición que comprende...".
- -Las reivindicaciones 2 a 10 no definen ninguna composición como tal, porque se esta tratando de definir una composición en términos de los sustituyentes de uno de los componentes de la composición.
- -Las reivindicaciones 29 y 30 no cumplen con el requisito de unidad inventiva, puesto que el producto que comprende recipiente no guarda las características técnicas de las reivindicaciones 1 a 28, para que se observe claramente la falta de unidad inventiva comparese las reivindicaciones objetadas con la reivindicación 2 6 3 6 9 6 10.

202012

Santa Fe de Bogotá D.C., 15 de mayo de 2000.

EXPEDIENTE 00-026095

AUTO 1071

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, requiérsele 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

23 MAY 2000

Dado en Santafé de Bogotá D.C., a los _____

LA JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

NOTIFICADO POR ESTADO

Santafé de Bogotá D.C., 25 MAY 2000, notificado por anotación en estado de esta misma fecha.

VENCIMIENTO NOTIFICACION ESTADO

SOLICITO PRORROGA TERMINO SI _____ NO _____

VENCIMIENTO TERMINO PRORROGA