



ESPAÑA

10 ES	11 NUMERO	10 A I
21	439.565	
22	FECHA DE PRESENTACION	
	17-7-75	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO	17-7-74	Estados Unidos.
489.320		

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07F, C07G; A61K	

54 TITULO DE LA INVENCION
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION ANTI-
TRANSPIRANTE

71 SOLICITANTE (S)
ARMOUR PHARMACEUTICAL COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Greyhound Tower, PHOENIX, Arizona, 85077, Estados Unidos

72 INVENTOR (ES)
Andrew M. Rubino, de nacionalidad estadounidense.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

POOR
QUALITY

1 Se obtienen composiciones antitranspirantes desusadamen-
te eficaces formando un complejo astringente de un compues-
to básico de aluminio, un compuesto de circonio y trazas de
una sal de un metal alcalino-térreo. El metal alcalino-térreo
5 puede ser calcio, magnesio o ambos pero es preferiblemente
magnesio y puede ser agregado en forma de cualquiera de las
sales habituales como haluros, carbonato, óxido, hidróxido,
etc. Los compuestos básicos de aluminio pueden ser cualesquiera
10 de las sales básicas habituales de aluminio, antitranspiran-
tes, especialmente los haluros básicos de aluminio y el com-
puesto de circonio puede ser una oxisal de circonio y/o hidro-
xisal de circonio. El complejo debe presentar una relación
molar Al/Zr de aproximadamente 10:1 a 1:10 y preferiblemente
15 alrededor de 4:1 a 1:1 y el pH de una solución acuosa conte-
niendo de 5 a 15 % en peso del complejo (calculado sobre los
óxidos de aluminio y circonio) debe ser como mínimo alrededor
de 3. Los complejos pueden ser utilizados en las formas anti-
transpirantes convencionales, incluidas las soluciones acuosas,
los atomizadores aerosol (incluidos los atomizadores aerosol
20 de polvo en aceite) así como cremas, lociones y barras cre-
mosas.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

25 Esta invención se refiere a sistemas antitranspirantes de
aluminio y circonio con cantidades traza de metales alcalino-
térreos. Más especialmente, la invención se refiere a comple-
jos antitranspirantes de aluminio-circonio, desusadamente efi-
caces, reforzados con sales de metales alcalino-térreos como
magnesio y calcio.

30 Se ha sabido durante algún tiempo que las sales de circo-
nio comunican propiedades antitranspirantes excepcionalmente

1 efectivas. Estas sales de circonio han incluido en particular las sales ácidas de circonio, como el oxiclورو de circonio o cloruro de circonilo, hidroxiclورو de circonio y otros haluros y sulfatos que sustituyen a estas sales.

5 Hasta la fecha, los sistemas antitranspirantes más eficaces y aceptables conteniendo circonio han sido aquéllos en los que las sales de circonio estaban combinadas en diversas formas con compuestos básicos de aluminio, ya fuera en soluciones o en complejos de las sales. Son ejemplos de estos sistemas antitranspirantes de aluminio-circonio los descritos en las 10 patentes estadounidenses núms. 2.814.584 y 2.814.585 de Daley, 2.854.382 de Grad, 2.906.668 de Beekman, 3.405.153 de Jones y Rubino y 3.792.068 de Luedders y colaboradores. Más recientemente, hemos descrito diversos complejos antitranspirantes 15 tamponados de aluminio-circonio en las solicitudes de patentes estadounidenses copendientes números de serie 418.712, 431.639, 433.931 y 477.544.

20 A pesar de la eficacia de los compuestos de circonio en los sistemas antitranspirantes, los sistemas antitranspirantes más eficaces encontrados hasta la fecha (que no son demasiado ácidos para su aplicación a la piel) solamente presentan una eficacia del orden del 30 al 45 % de inhibición de la transpiración. Por consiguiente, la técnica antitranspirante ha tratado continuamente de obtener composiciones antitranspirantes 25 todavía más eficaces.

BREVE COMPENDIO DE LA INVENCIÓN

30 Ahora se ha encontrado inesperadamente que pueden formarse composiciones antitranspirantes excepcionalmente efectivas reforzando los complejos antitranspirantes de aluminio-circonio con cantidades traza de sales de un metal alcalino-térreo. Es-

1 tos complejos se forman a partir de un compuesto básico de
aluminio, un compuesto de circonio seleccionado entre oxisa-
les de circonio, hidroxisales de circonio y mezclas de las
5 mismas y cantidades traza de una sal de un metal alcalino-té-
rreo seleccionado entre magnesio, calcio y mezclas de ellos.
Los compuestos de aluminio y circonio están presentes en pro-
porciones tales que la relación molar Al/Zr es alrededor de
10:1 a 1:10 y preferiblemente alrededor de 4:1 a 1:1.

10 No es necesario que el metal alcalino-térreo, prefe-
riblemente magnesio, esté presente en una cantidad superior a
alrededor de 1 parte en peso por 30 partes en peso del aluminio
más circonio. Dicho de otra forma, una solución al 10 % en pe-
so de sólido del complejo antitranspirante no necesita conte-
ner más de alrededor del 0,1 % en peso del metal alcalino-té-
15 rreo.

La presencia de sales de magnesio y/o calcio en los
sistemas antitranspirantes no es totalmente nueva. Por ejemplo,
en la patente estadounidense nº 2.350.047 de Klarmann y cola-
boradores, se sugiere el uso de óxido, hidróxido o carbonato
20 magnésico en pequeñas cantidades (alrededor de 1 a 3 %) en so-
luciones o cremas antitranspirantes que contienen ciertas sa-
les de aluminio astringentes. En esta patente se alega que
los compuestos de magnesio reducen los efectos deteriorantes
de los compuestos de aluminio sobre los tejidos. Análogamen-
25 te, en la patente estadounidense nº 2.571.030 de Govett y co-
laboradores, se sugiere la formación de complejos dobles en-
tre cloruro de aluminio y cloruro de calcio o magnesio para re-
ducir los efectos corrosivos de los tejidos de las composicio-
nes cremosas antitranspirantes que contienen el cloruro de
30 aluminio. Esta patente sugiere el uso de alrededor de 0,2 a

1 15 partes en peso de un haluro de calcio o magnesio por cada
100 partes de aluminio.

5 Más recientemente, en nuestra solicitud de patente
estadounidense copendiente número de serie 411.995, se han
descrito composiciones antitranspirantes de aluminio básico
en las que las sales de magnesio sustituyen a una parte de
las sales de aluminio para formar sinérgicamente sistemas
antitranspirantes de aluminio-magnesio de eficacia compara-
ble. En esta solicitud, las sales de magnesio están presen-
10 tes en proporciones tales que la relación Al_2O_3/MgO está com-
prendida entre 4:1 y 1:4 aproximadamente. Además, algunas de
las otras solicitudes de patente estadounidense copendientes
antes mencionadas, incluida en especial la número de serie
15 477.544, describen el uso de diversos compuestos y complejos
de magnesio y calcio como tampones en los sistemas antitrans-
pirantes de aluminio-circonio.

20 Sin embargo, que nosotros sepamos, nadie había encon-
trado o descubierto anteriormente que las cantidades traza
de sales de metales alcalino-térreos, como magnesio y calcio,
podían mejorar espectacularmente la eficacia antitranspirante
de los sistemas antitranspirantes de aluminio-circonio. Este
efecto sinérgico de los metales alcalino-térreos sobre los
complejos de aluminio-circonio nos resultó totalmente inespere-
rado.

25 DESCRIPCION DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

30 Los compuestos básicos de aluminio que pueden ser
utilizados para la formación de los complejos de esta inven-
ción incluyen las sales básicas de aluminio convencionales que
han sido conocidas en la técnica de los antitranspirantes du-
rante algún tiempo y que poseen un cierto grado de eficacia

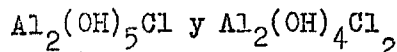
1 antitranspirante por sus propios méritos, como resultado de la presencia del ion aluminio activo. Estas sales básicas de aluminio pueden ser representadas por la siguiente fórmula empírica general:



donde x puede variar entre un número superior a 0 e inferior a 6, 6-nx es igual o mayor que 0, n es la valencia de A y A está seleccionado entre el grupo formado por haluros, nitrato, sulfamato, sulfato y mezclas de los mismos.

10 Naturalmente, se sobreentiende que la fórmula anterior está considerablemente simplificada y trata de representar e incluir los compuestos básicos de aluminio que contienen moléculas coordinadas y/o combinadas de agua así como polímeros, complejos y mezclas de la fórmula básica anterior.

15 Los compuestos básicos de aluminio especialmente preferidos entre los que responden a la fórmula anterior son los cloruros básicos de aluminio 2/3 a 5/6, donde A es cloruro y x está comprendido entre 1 y 2 aproximadamente y no es necesario que sea un entero. Así, estos cloruros básicos de aluminio pueden ser representados por la fórmula:

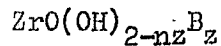


25 Los cloruros básicos de aluminio también son denominados clorhidróxido de aluminio, clorhidrato de aluminio o hidroxiclорuro de aluminio y se encuentran en el mercado vendidos por la Reheis Chemical Company, Division of Armour Pharmaceutical Company bajo el nombre de "Chlorhydrol".

30 Además de las sales básicas de aluminio simples indicadas anteriormente, también pueden utilizarse ventajosamente en los complejos de esta invención otros complejos o derivados de las sales básicas de aluminio. Son ejemplos de estos

1 derivados o complejos los derivados fenolsulfónicos descritos
en la patente estadounidense nº 3.634.480 de Sheffield. Es-
tos complejos se forman por reacción de cloruro básico de
5 aluminio 5/6 con ácido fenolsulfónico, fenolsulfonato de cinc
o fenolsulfonato de aluminio. Otros derivados y complejos ade-
cuados de las sales básicas de aluminio que pueden ser utili-
zados en los complejos de esta invención resultarán evidentes
a los que posean un conocimiento normal de esta técnica, a la
vista de la presente invención.

10 Los compuestos de circonio que son útiles para formar
los complejos de esta invención incluyen las oxisales de cir-
conio y las hidroxisales de circonio, también denominadas sa-
les de circonilo e hidroxisales de circonilo. Estos compuestos
15 pueden ser representados por la siguiente fórmula empírica
general:



donde z puede variar entre 0,9 y 2 aproximadamente y no es
necesario que sea un número entero, n es la valencia de B,
2-nz es mayor o igual a 0 y B puede ser igual que A en la fór-
20 mula anterior. Es decir, B puede estar seleccionado entre el
grupo formado por haluros, nitrato, sulfamato, sulfato y mez-
clas de los mismos. Aunque solamente están ilustrados en es-
ta memoria los compuestos de circonio, se sobreentiende que
podrían ser utilizados para formar los complejos de esta in-
25 vención otros metales del Grupo IVB, incluido el hafnio.

Como en el caso de los compuestos básicos de aluminio,
se sobreentiende que la fórmula anterior está considerablemen-
te simplificada y trata de representar e incluir los compues-
tos que contienen agua coordinada y/o combinada en diversas
30 cantidades, así como polímeros, mezclas y complejos de las sa-

1 les anteriores. Como se observará en la fórmula anterior, las
hidroxisales de circonio realmente representan una gama de
compuestos con cantidades variables de grupos hidroxilo, que
oscilan entre alrededor de 1,1 y solo algo más de 0 grupos
5 por átomo de circonio.

Los compuestos de circonio especialmente preferidos
para uso en esta invención son el cloruro de circonilo (tam-
bién denominado cloruro básico de circonio u oxiclорuro de
circonio) y el hidroxiclорuro de circonilo, que pueden ser re-
10 presentados por las sencillas fórmulas $ZrOCl_2$ y $ZrO(OH)Cl$,
respectivamente. Estos compuestos se encuentran en el merca-
do en forma de solución. Como alternativa, los compuestos de
circonio pueden prepararse por disolución de la pasta comer-
cial de carbonato de circonio (circonia carbonatada hidrata-
15 da) en la cantidad apropiada del ácido del anion a utilizar,
v.g. ácido clorhídrico. Otras sales de circonio útiles resul-
tarán evidentes para los que posean un conocimiento ordina-
rio de esta técnica, tales como los hidroxihaluros de trioxo-
dicirconio y sales similares descritas, por ejemplo, en la
20 patente estadounidense nº 2.837.400 de Blumenthal.

La sal del metal alcalino-térreo puede ser una sal de
magnesio o calcio pero preferiblemente de magnesio. El anion
de la sal metálica no es especialmente importante y puede ser
cualquiera de los haluros, como cloruro o bromuro, nitrato,
25 carbonato, hidróxido, óxido, sulfamato, fenolsulfonato u
otros. Sin embargo, el anion no debe ocluir al metal alcali-
no-térreo en solución sino que más bien la sal debe ser tal
que produzca un metal alcalino-térreo altamente ionizado en
una solución ácida.

30

Solo es necesario que el metal alcalino-térreo se en-

1 cuentre presente en los complejos de esta invención en canti-
dades traza. Los límites exactos de las cantidades traza no
son actualmente conocidos. Sin embargo, en el sentido utiliza-
do aquí, se entiende por cantidades traza cualquier cantidad
5 entre alrededor de 1 parte en peso de metal alcalino-térreo
por cada 1000 partes en peso de aluminio más circonio y alre-
dedor de 1 parte en peso de metal alcalino-térreo por unas 30
partes en peso de aluminio más circonio. Dicho de otro modo,
una solución que contenga los complejos en la proporción de
10 alrededor de 5 a 10 % en peso de aluminio más circonio (calcu-
lados como óxidos, Al_2O_3 y ZrO_2), contendrá solamente alrede-
dor de 0,001 a 0,1 % en peso de magnesio u otro metal alcali-
no-térreo.

15 Las cantidades relativas de compuesto básico de alu-
minio y compuesto de circonio que han de ser utilizadas para
formar los complejos de esta invención deben ser tales que se
obtenga una relación molar Al/Zr comprendida aproximadamente
entre 10:1 y 1:10 y preferiblemente alrededor de 4:1 a 1:1.
Aunque serían convenientes unas proporciones mayores de circo-
20 nio en el complejo desde el punto de vista de la eficacia anti-
transpirante, se observará que el circonio es considerablemen-
te más caro que el aluminio. Además, cuando las proporciones
de circonio en el complejo son más altas, la acidez de la com-
posición antitranspirante constituye un problema y será ne-
25 cesario agregar tampones para obtener un pH satisfactorio. Es
decir, se acepta en general que para resultar satisfactoria
para la aplicación a la piel humana, una composición antitrans-
pirante debe tener un pH de 3 aproximadamente como mínimo y
preferiblemente entre alrededor de 3 y 5.

30 Aunque las sales de metales alcalino-térreos son gene

1 ralmente satisfactorias como tampones de los sistemas anti-
transpirantes de aluminio-circonio, las cantidades traza pre-
sentes en los complejos de esta invención son insuficientes
para afectar apreciablemente al pH de la composición antitrans-
5 pirante. En el caso de que sea necesario un tampón, existen
en la técnica varios tampones para los sistemas antitranspi-
rantes de aluminio-circonio. Por ejemplo, las composiciones
pueden ser tamponadas con urea o aminoácidos solubles en agua
de acuerdo con las patentes estadounidenses núms. 2.814.584,
10 2.814.585 y 2.854.382. También se han descrito tampones más
eficaces y complicados para los sistemas de aluminio-circonio
en nuestras solicitudes de patentes estadounidenses copendien-
tes números de serie 418.712, 431.639, 433.931 y 477.544. Ade-
más, si se desea, el pH de la composición antitranspirante
15 puede ser aumentado o disminuido añadiendo compuestos de alu-
minio adicionales a la mezcla de reacción en la formación de
los complejos de esta invención. Por ejemplo, puede agregarse
cloruro de aluminio ($AlCl_3$) para reducir el pH o hidróxido
de aluminio ($Al(OH)_3$) para elevar el pH.

20 El método de formación de los complejos de esta in-
vención no es especialmente crítico. En general, los complejos
pueden formarse simplemente agregando los diversos componen-
tes a una solución acuosa y después, si se desea, secando
la solución en forma de polvo seco. Es preferible agregar
25 los diversos componentes uno por uno, agitando. Después de la
adición de ciertos ingredientes puede ser conveniente calen-
tar moderadamente, por ejemplo hasta un máximo de unos 75 u
85°C durante hasta media hora, en especial cuando se agrega
un compuesto insoluble o cuando se forma un precipitado des-
30 pués de la adición de un ingrediente.

1 La etapa de secado no es especialmente crítica y
puede ser efectuada por diferentes métodos, por ejemplo se-
cado a vacío, secado en estufa, secado por atomización o lio-
filización. Se sobreentiende que el secado no significa que
5 se elimine todo el agua sino que debe permanecer una cierta
cantidad de agua en el complejo como agua coordinada y/o com-
binada. Así, debe ser suficiente secar hasta pasar justamente
el punto en el que la solución se convierte en un sólido
friable. Si el complejo se seca en exceso, de manera que se
10 separe parte del agua coordinada y/o combinada, puede ser per-
judicial para la estabilidad y/o la actividad del complejo y
este último puede no ser fácilmente redisoluto en los disol-
ventes, especialmente en los disolventes hidroalcohólicos.

15 Aunque se ha indicado que el proceso de reacción no
se considera especialmente crítico, se sobreentiende que son
necesarios un tiempo, una calefacción y una agitación sufi-
cientes para permitir que la reacción de las sales forme los
nuevos complejos de esta invención.

20 Los complejos de esta invención serán ilustrados
ahora con más detalle mediante el siguiente ejemplo específi-
co no limitativo:

25 Se preparan 100 g de una suspensión al 0,5 % en peso
de carbonato magnésico básico. A esta suspensión se añaden
con agitación 200 g de una solución al 25 % en peso de clorhi-
drato de aluminio (cloruro básico de aluminio 5/6). La solu-
ción resultante se agita hasta que se hace transparente y des-
pués se calienta a 80°C antes de la adición de 73 g de una
solución de cloruro de circonilo (al 14,4 % en peso de circo-
nio). Después de enfriar, esta solución producida se seca en
30 estufa a 55°C bajo un vacío de 45 cm de mercurio. El análisis

1 del material seco da 15,3 % de Al, 13,5 % de Zr y 0,08 % de Mg. Una solución acuosa conteniendo 10 % en peso de este complejo seco tiene un pH de 4,0.

5 La eficacia antitranspirante de la composición astringente anterior fué ensayada en un laboratorio experimental independiente mediante la aplicación en la axila de diversas mujeres procedentes de la zona de Miamiville, Ohio. El procedimiento de ensayo utilizado para determinar la eficacia antitranspirante es un procedimiento normalizado conocido en la técnica y descrito con más detalle en nuestras solicitudes de patentes estadounidenses copendientes números de serie 10 411.995 y 88.206, presentadas el 9 de Noviembre de 1970 a nombre de John L. Jones y Andrew M. Rubino por "Composiciones de Bromuro Básico de Aluminio". Los ensayos se realizaron simultáneamente con fines comparativos con cuatro composiciones antitranspirantes diferentes, que son las siguientes:

15 Muestra A - Una solución acuosa al 10 % en peso/peso de un complejo de clorhidrato de aluminio (cloruro básico de aluminio 5/6) e hidroxicloriguro de circonio.

20 Muestra B - Una solución acuosa al 10 % en peso/peso de un complejo de clorhidrato de aluminio (cloruro básico de aluminio 5/6) y cloriguro de circonilo.

25 Muestra C - Una solución acuosa al 10 % en peso/peso del complejo formado en el ejemplo específico anterior, es decir, un complejo de clorhidrato de aluminio (cloriguro básico de aluminio 5/6), cloriguro de circonilo y cantidades traza de carbonato magnésico.

30 Muestra D - Una solución acuosa al 10 % en peso/peso de cloriguro básico de aluminio 5/6.

Todas las muestras fueron aplicadas a razón de 0,5 ml

1 por aplicación. El procedimiento experimental está proyectado de manera que se dan unas condiciones lo más equivalentes posible para todas las muestras ensayadas. Los resultados de los ensayos están indicados en la Tabla I.

5

TABLA I

<u>Muestra</u>	<u>Metales, % en peso</u>	<u>Relación molar Al/Zr</u>	<u>Reducción del sudor, %</u>	<u>Límites de confianza, (%)</u>
A	Al = 1,20 Zr = 2,14	2,0	47,8	± 7,8
10 B	Al = 1,63 Zr = 1,39	4,0	46,6	± 9,2
C	Al = 1,53 Zr = 1,32 Mg = 0,008	4,0	59,1	± 8,2
D	Al = 2,5	-	31,6	± 15,4

15

La eficacia antitranspirante está indicada en la Tabla I como porcentaje de reducción del sudor o inhibición de la transpiración. Los límites de confianza de esta eficacia se encuentran en la última columna de la Tabla I. Como puede verse en el porcentaje en peso de metales y en las relaciones molares Al/Zr, las muestras B y C son prácticamente idénticas a excepción de la presencia de cantidades traza de magnesio en la muestra C, que representa los complejos antitranspirantes de esta invención. No obstante, la muestra C presenta un aumento considerablemente marcado de la eficacia antitranspirante, que se cree que es atribuible a la presencia de las cantidades traza de metal alcalino-térreo.

20

25

30

Aunque el solicitante no desea quedar ligado por ninguna teoría particular, se cree que el metal alcalino-térreo altamente ionizado ayuda al circonio a formar complejos mayores y con una carga mayor con los compuestos de aluminio. Es decir, la teoría antitranspirante ha asociado durante algún

1 tiempo la eficacia antitranspirante con los complejos o polí-
meros de ingrediente activo altamente cargados con una carga
positiva. A valores muy ácidos o bajos del pH (v.g. 1-4), el
5 circonio es enmascarado por los grupos óxido e hidroxilo pro-
cedentes del agua de la solución acuosa. Este efecto de enmas-
caramiento se cree que produce problemas estéricos que evitan
la formación eficiente de un complejo del circonio con el alu-
minio.

10 Sin embargo, a los bajos valores del pH antes menciona-
dos, los metales alcalinos polivalentes como el calcio y el
magnesio están muy ionizados y pueden combinarse fácilmente
con el aluminio. Se cree que, a su vez, estos metales propor-
cionan un enlace con el circonio para producir complejos anti-
transpirantes grandes, muy cargados.

15 Como se ha indicado anteriormente, los complejos de es-
ta invención pueden ser utilizados en diversas formas anti-
transpirantes convencionales que se aplican a la axila de los
seres humanos para inhibir eficazmente la transpiración. En
estas formulaciones, el complejo debe estar presente en canti-
20 dades tales que el contenido total de aluminio más circonio de
la formulación esté comprendido aproximadamente entre 1,5 y
15 % en peso (según el tipo de formulación empleado), calcula-
do como óxidos de aluminio y circonio.

25 Por ejemplo, las soluciones acuosas de los complejos
pueden ser utilizadas en lociones, cremas de aceite/agua y
aerosoles co-dispensables. Los complejos de esta invención por
regla general no son solubles en los sistemas disolventes alco-
hólicos puros. Sin embargo, puede considerarse el uso de los
30 complejos en disolventes hidroalcohólicos. Los complejos de es-
ta invención deben estar presentes en las formas antitranspi-

1 rantes anteriores en cantidades tales que el contenido total
de aluminio más circonio en la formulación sea del orden de
5 a 15 % en peso (calculado como óxido de aluminio y circo-
nio) o de 10 a 30 % de ingrediente activo (calculado sobre
5 el sólido).

Los complejos de esta invención también pueden ser uti-
lizados en los ahora populares sistemas de pulverización en
aerosol de polvo en aceite. Los sistemas de polvo en aceite
están constituidos por la dispersión de un polvo antitrans-
10 pirante finamente dividido, como los complejos secos de esta
invención, en un líquido orgánico polar no solubilizante, por
ejemplo un éster, que sirve como medio dispersante y como emo-
liente. El líquido orgánico cubre o moja las partículas de
polvo haciéndolas más pesadas y más oclusivas y/o sustantivas
15 para la región axilar. Esta suspensión primaria de polvo en
aceite, conocida como "concentrado", también puede contener
un agente suspensor o anti-compactador tal como Cab-O-Sil o
Benton 34, para evitar que la fase dispersa se sedimente y se
compacte irreversiblemente. Las llamadas formulaciones "extra-
20 secas" utilizan menos emoliente y niveles más altos de polvo
seco, como talco. Finalmente, después de una agitación dinámi-
ca, el concentrado viscoso generalmente se mezcla con alrede-
dor de 9 veces su peso de una mezcla de propelentes normales.

25 Cuando se utiliza en las pulverizaciones en aerosol de
polvo en aceite, los complejos de esta invención deben estar
presentes en la formulación acabada en la proporción aproxima-
da de 1 a 6 % en peso y preferiblemente de 1,5 a 3 % en peso,
como total de aluminio más circonio, calculados como óxidos.
30 Una suspensión típica en aerosol de polvo en aceite debe em-
plear alrededor de 5 % en peso/peso del ingrediente activo

1 (complejo seco) o alrededor de 2,5 % de óxidos totales.

5 Esta invención puede considerarse en otras formas específicas sin apartarse del espíritu o atributos esenciales de la misma y, por consiguiente, remitimos a las reivindicaciones del apéndice más que a la memoria anterior como indicadores del alcance de la invención.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

10 1.- Un procedimiento para la preparación de una composición antitranspirante que comprende un complejo soluble en agua de un compuesto básico de aluminio, un compuesto de circonio seleccionado entre oxisales de circonio, hidroxisales de circonio y mezclas de las mismas y cantidades traza de una sal de metal alcalino térreo seleccionado entre magnesio, calcio y mezclas de ellos, estando presentes dichos compuestos en cantidades tales que la relación molar Al/Zr está comprendida aproximadamente entre 10:1 y 1:10, y opcionalmente, dicho complejo contiene cloruro de aluminio y un compuesto tampón, cuyo procedimiento consiste en hacer reaccionar, en una solución acuosa, un compuesto básico de aluminio, un compuesto de circonio seleccionado entre oxisales de circonio, hidroxisales de circonio y mezclas de las mismas, cantidades traza de una sal de un metal alcalino-térreo seleccionado entre magnesio, calcio y mezclas de ellos, estando presentes dichos compuestos en cantidades tales que la relación molar Al/Zr está comprendida aproximadamente entre 10:1 y 1:10, y en su caso, el cloruro de aluminio y el compuesto tampón, agregando los diversos componentes uno por

15

20

25

30

1 uno y con un tiempo, una calefacción y una agitación suficientes, para permitir que la reacción de las sales forme los nuevos complejos de esta invención.

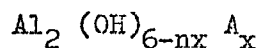
5 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho complejo se disuelve en una solución acuosa de manera que la cantidad total de aluminio más circonio en la solución calculada como óxidos, es alrededor de 5 a 15% en peso y el pH de la solución es alrededor de 3 como mínimo.

10 3.- Un procedimiento según la reivindicación 2, donde dicho metal alcalino-térreo es magnesio.

15 4.- Un procedimiento según la reivindicación 3, donde la sal de metal alcalino-térreo está seleccionada entre el grupo formado por haluros de magnesio, nitrato magnésico, sulfamato magnésico, fenolsulfonato magnésico, carbonato magnésico, hidróxido magnésico, óxido magnésico y mezclas de los mismos.

20 5.- Un procedimiento según la reivindicación 2, donde dicho metal alcalino-térreo está presente en la solución en una proporción del 0,1 % en peso o menos, aproximadamente.

25 6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho compuesto básico de aluminio está seleccionado entre el grupo que responde a la fórmula empírica general:

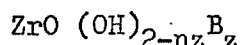


25 donde x puede variar entre más de 0 y menos de 6, 6-nx es superior o igual a 0, n es la valencia de A y A está seleccionado entre el grupo formado por haluros, nitrato, sulfamato, sulfato y mezclas de los mismos.

30 7.- Un procedimiento según la reivindicación 6, donde x varía entre 1 y 2 aproximadamente.

1 8.- Un procedimiento según la reivindicación 6, donde A es cloruro o bromuro.

5 9.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho compuesto de circonio está seleccionado entre el grupo de fórmula empírica general:



10 donde z puede variar entre 0,9 y 2, n es la valencia de B, 2-nz es superior o igual a 0 y B está seleccionado entre el grupo formado por haluros, nitrato, sulfamato, sulfato y mezclas de los mismos.

10 10.- Un procedimiento según la reivindicación 9, donde B es cloruro y z es alrededor de 1.

15 11.- Un procedimiento según la reivindicación 9, donde B es bromuro y z es alrededor de 1.

15 12.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde la relación molar Al/Zr es alrededor de 4:1 a 1:1.

20 13.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho complejo también contiene cloruro de aluminio.

20 14.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde dicho complejo también incluye un compuesto tampón en cantidad suficiente para mantener el pH del complejo en solución acuosa entre 3 y 5 aproximadamente.

25 15.- Un procedimiento que comprende una solución acuosa que contiene alrededor de 10 % en peso de un complejo que contiene cloruro básico de aluminio 5/6, cloruro de circonio y cantidades traza de carbonato magnésico, teniendo dicha solución un pH de 4 aproximadamente y cuyo análisis da aproximadamente 1,5 % en peso de aluminio, 1,4 % en peso de circonio y 0,01 % en peso de magnesio.

30

1 16.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en
el que después de la adición de ciertos componentes del
complejo, se calienta la solución hasta un máximo de unos
5 75 u 85º C durante menos de media hora, en especial cuando
se agrega un compuesto insoluble o cuando se forma un pre-
cipitado después de la adición de un componente.

17.- Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
10 UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION AN-
TITRANSPIRANTE.

 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de diecinueve pá-
ginas mecanografiadas.

Madrid, 17 de julio de 1.975

BERNARDO UNGRIA

P.P.



1

5

10

15

20

25

30