



RAN 4220,4/44

283584

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UNA MASA RESINOSA NO HIGRÓSCOPICA", a favor de la firma suiza F. HOFFMANN-LA ROCHE & CO. A.G., domiciliada en Basilea (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Este invento se refiere a una masa resinosa no higroscópica que está caracterizada en esencia por el hecho de contener ésteres de p-aminobenzoato de pantenol. El invento se refiere también a un procedimiento para producir esta masa, al uso de esta masa en las preparaciones para aplicar al cabello y a las preparaciones líquidas para el cabello que contienen esta masa como componente activo, preparaciones que se usan de preferencia en forma de preparados aerosólicos para pulverizar sobre el cabello.



283584

Las preparaciones aerosólicas para pulverizar sobre el cabello son bien conocidas en la especialidad. Muchas de las pulverizaciones aerosólicas para el cabello que se expenden actualmente en el comercio contienen un componente adaptador del cabello, cuya función consiste en mantener el cabello en posición firme, o hacerlo manejable, cuando se le peina o se le arregla. La acción adaptadora del cabello que tienen estos "sprays" o pulverizaciones se atribuye de ordinario a la aptitud de su componente adaptador del cabello para formar una película sobre el cuerpo del cabello después de evaporado el disolvente que sirve de vehículo.

En la producción de las preparaciones aerosólicas para pulverizar sobre el cabello se han utilizado, en la práctica anterior, diversos componentes adaptadores del cabello. Estos incluyen, por ejemplo, materiales tales como gomas lacas, etilcelulosa, carboximetilcelulosa, goma arábiga, alcohol polivinílico, copolímeros de acetato de vinilo y vinilpirrolidona. Por otra parte, la polivinilpirrolidona (PVP) ha demostrado, en el pasado, tener especial importancia como componente adaptador del cabello en muchas composiciones para pulverización del cabello que se han impuesto en el comercio.

Ahora se ha descubierto que ciertos ésteres del pantenol, a saber, los ésteres de p-aminobenzoato, pueden obtenerse en forma de masas resinosas no hidrosólicas que son eminentemente aptas para usar como componente adaptador de las preparaciones para el cabello, y en particular de las



283584

preparaciones aerosólicas para pulverizar sobre el cabello.

La expresión "pantenol" se usa aquí para designar tanto las formas racémicas como las formas ópticamente activas del alcohol pantotenílico, y en particular para designar

5. el d-pantenol y el d,l-pantenol.

Los derivados pantenólicos que se emplean como componentes adaptadores del cabello en las composiciones mejoradas de este invento para pulverizar sobre el cabello son de por sí, como ya se ha indicado antes, productos nuevos.

10. Estos productos se preparan de la manera siguiente: Se depositan en un recipiente para reacción apropiado pantenol, es decir d-pantenol o d,l-pantenol, y un haluro de p-nitrobenzoilo, de preferencia el cloruro de p-nitrobenzoilo, y se agitan. De preferencia se emplea una proporción de 3,0 moles apro-

15. ximadamente de haluro de p-nitrobenzoilo por cada mol de pantenol utilizado. La reacción entre estos reactivos es exotérmica y se la puede iniciar por la simple mezcla de ellos a las temperaturas ambientes ordinarias. Sin embargo, en la práctica preferida de este invento, los reactivos se mezclan a tempe-

20. ratura algo más elevada que la ambiente, porque esto facilita el inicio de la reacción. Se ha comprobado que lo más práctico es calentar la mezcla reaccional a una temperatura del orden de unos 30°C a unos 60°C. Desde luego, pueden utilizarse temperaturas superiores si se desea. No obstante, la mayo-

25. ría de las veces no se logrará ningún fin útil mezclando los reactivos a temperatura superior a unos 60°C. Como la reacción



283584

- entre el pantenol y el haluro de p-nitrobenzoilo es exotémica, una vez haya empezado se la puede dejar que siga hasta su terminación virtual sin otro calentamiento. Durante el curso de la reacción, sin embargo, se agita de manera continua la mezcla reaccional. Al cesar la reacción, el producto así obtenido se agita durante un período adicional de tiempo a temperatura ambiente o a temperatura ligeramente superior a la temperatura ambiente. Por medio de esta agitación adicional, o de agitación y calentamiento, se libera de la mezcla reaccional una porción importante de haluro de hidrógeno gaseoso que está presente en ella. A continuación se añade a la mezcla reaccional un disolvente orgánico inerte y se la agita con él. Por lo general, puede emplearse cualquier disolvente orgánico inerte en el que sea soluble el producto de la reacción. El disolvente utilizado en la práctica preferida de este invento es, sin embargo, la acetona. La cantidad de disolvente que se emplee en esta etapa del procedimiento no es particularmente crítica. Así, por ejemplo, puede usarse una cantidad de disolvente que sea suficientemente grande para disolver por completo todo el producto de la reacción. Si se desea, puede emplearse una cantidad mayor o menor de disolvente. Sin embargo, no existe ninguna ventaja particular en usar más disolvente del que es necesario para disolver el producto. Por otra parte, es suficiente que la cantidad de disolvente empleado sea tal que forme con la mezcla de reacción una lechada manejable.



283584

Después de añadir el disolvente a la mezcla reaccional, se introduce un álcali en cantidad suficiente para neutralizarla. En circunstancias ordinarias se añade una proporción de un mol de álcali por cada mol de haluro de p-nitrobenzoilo empleado en la primera etapa del procedimiento. En general, puede usarse como álcali en esta etapa cualquier óxido, carbonato o bicarbonato de metal alcalinotérreo. Como alternativa, puede usarse cualquier carbonato o bicarbonato de metal alcalino. Así, pues, los álcalis apropiados incluyen el carbonato sódico, el bicarbonato potásico y el óxido cálcico. Sin embargo, en la práctica preferida de este invento se emplea el bicarbonato sódico. Esta etapa puede llevarse a cabo a temperatura ambiente o a cualquier temperatura hasta la de reflujo de la mezcla, inclusive. La mezcla se agita, o bien se agita y se calienta, hasta que cesa el desprendimiento de gas anhídrido carbónico de la mezcla. Luego se filtra el producto y se lava con acetona el residuo insoluble. El filtrado procedente del primer paso de filtración se combina con los filtrados procedentes de los pasos de lavado con disolvente, y los filtrados combinados se evaporan en vacío hasta sequedad. El residuo que queda después de eliminar por evaporación el disolvente, se disuelve en un disolvente apropiado, por ejemplo en un alcohol alifático inferior tal como el alcohol metílico, el alcohol etílico, etc., y el producto, una vez disuelto en dicho disolvente, se somete a reducción, con lo que los ésteres de p-nitrobenzoato de pantenol obtenidos en la primera etapa se convierten en los correspondientes éste-



283584

- res de p-aminobenzoato. La reducción puede efectuarse por vía química por ejemplo empleando hidrosulfito sódico como agente reductor o con hidrógeno en presencia de un catalizador tal como el platino, el paladio o níquel Raney. En la modalidad preferida, la reducción se efectúa haciendo reaccionar el producto, disuelto en un disolvente, con hidrógeno en presencia de catalizador de níquel Raney. Además, aunque en la modalidad preferida de este invento la reducción se efectúa a temperatura ambiente y con presión de hidrógeno de unos $3,5 \text{ kg/cm}^2$, se la puede realizar, si se desea, a temperatura elevada y/o con presión más alta o más baja.
- 5.
- 10.

- Una vez terminada la reducción, se filtra la mezcla reaccional para eliminar el catalizador. El producto se obtiene entonces en forma de un vidrio no higroscópico eliminando el disolvente por evaporación. Seguidamente puede desmenuzarse el producto, por cualquier medio convencional, hasta formar un polvo no higroscópico finamente dividido. Como se ha indicado precedentemente, los nuevos productos de este invento, o sea los derivados del d-pantenol o del d, β -pantenol, se han revelado especialmente aptos para usar como componente adaptador del cabello en las preparaciones para pulverizar sobre el cabello. Cada uno de ellos puede usarse como único componente adaptador del cabello en dichas preparaciones, o bien se les puede usar en mezcla entre sí o en unión de materias de la práctica anterior que ejercen una función semejante. Además, se los puede usar en mezcla con cualquiera de los ingredientes utilizados normalmente en la producción de pulve-
- 15.
- 20.
- 25.



283584

- rizaciones para el cabello. Estos incluyen, por ejemplo, los perfumes, los agentes antiestáticos, los agentes auxiliares acondicionadores del cabello, los plastificantes, etc. Por otra parte, los productos de este invento son aptos para usar en combinación con impulsores del tipo que generalmente se emplea en la formulación de las preparaciones de la práctica convencional para pulverizar sobre el cabello. Sin embargo, las pulverizaciones para el cabello preferidas de nuestro invento contienen impulsores de hidrocarburo fluorado liquefacto, tales como los que expende la E.I. du Pont de Nemours & Co., de Wilmington, Delaware, Estados Unidos, con la marca registrada "Freon" o los que expende la Allied Chemical Dye Corporation, de Nueva York con la marca registrada "Genetron" o los que expende la Pennsalt Chemicals Corporation, de Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos, con la marca registrada "Isotron". Impulsores útiles son los que se hacen combinando mezclas de varios productos "Freon", por ejemplo "Freon" 11 (tricloromonofluorometano), "Freon" 12 (diclorodifluorometano) y "Freon" 114 (diclorotetrafluoroetano simétrico). Especialmente útiles son las mezclas de "Freon" 11 y "Freon" 12, así como de "Freon" 12 y "Freon" 114, en las proporciones recomendadas por los fabricantes para las escalas de presión de 8,5 a 42 kg/cm².

- Las preparaciones acabadas para pulverizar sobre el cabello, pertenecientes a este invento, se componen con facilidad. El nuevo componente adaptador del cabello, cuya



283584

- preparación se ha descrito antes, junto con los ingredientes facultativos que el formulador desee emplear, o sea el perfume, el agente antiestático, el agente auxiliar acondicionador del cabello, etc., que también se ha mencionado antes, se disuelven en un disolvente apropiado, para formar lo que se designará aquí como "concentrado". Para producir el concentrado se usa de preferencia un alcohol alifático de peso molecular bajo, tal como el etanol. La cantidad de alcohol empleado puede variar dentro de límites bastante amplios. Por lo general, se emplea una cantidad de disolvente suficiente para dar un concentrado que contenga de un 1,0% a un 10,0% en peso del nuevo componente adaptador del cabello a que se refiere este invento. En la modalidad preferida del invento se emplea un alcohol desnaturalizado, por ejemplo el disolvente conocido en la especialidad por alcohol "SDA n° 40" (anhidro). Los disolventes anhidros se emplean con ventaja, particularmente cuando la corrosión del recipiente constituye un problema. El concentrado y el impulsor se envasan luego en un dispensador apropiado por cualquier método conocido o conveniente.
5. La proporción de concentrado respecto a impulsor en las composiciones de este invento para pulverizar sobre el cabello puede variarse dentro de límites bastante amplios. Por lo general, se emplea una proporción en peso de 1,0 parte, aproximadamente, de concentrado por cada 2,0 partes de impulsor, proporción que da una preparación acabada para pulverizar sobre el cabello que contiene de un 0,25% a un 10% en peso del componente adaptador del cabello.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



283584

El concentrado y el impulsor pueden envasarse por cualquier método conocido, en frascos dispensadores de aerosol del tipo empleado corrientemente en la venta al público. Por ejemplo, el concentrado y el impulsor pueden envasarse

5. mediante el método de envasado llamado de "llenado en frío". En este método, se enfría el concentrado hasta una temperatura de unos 0°C y se le carga en un recipiente aerosólico apropiado. Luego se incluye en el recipiente el impulsor, enfriado previamente alrededor de -10°C, y a continuación se
10. cierra herméticamente el recipiente con una tapa que tenga alguna válvula apropiada por la cual pueda dispensarse, en forma de nebulización, el producto. El método anterior para llenar el recipiente aerosólico se da únicamente a título de ejemplo, y queda bien entendido que este invento no se elimina a este método particular de envasado. Por ejemplo, puede
15. usarse, si se desea, el método de envasado llamado de "llenado a presión".

- Los nuevos productos adaptadores del cabello que se producen por el método aquí expuesto se describen de la
20. mejor manera como productos resinosos que contienen ésteres de p-aminobenzoato de pantenol. Estos productos se caracterizan, en parte, por el hecho de que tienen aspecto resinoso y de que, en forma de solución alcohólica, constituyen películas no pegajosas ni higroscópicas. Estos productos se
25. caracterizan además, como se ha indicado antes, por el hecho de que tienen buena aptitud para ser usados como ingrediente adaptador del cabello de las preparaciones para pulverizar sobre



283584

- el cabello. Sin embargo, además de sus relevantes propiedades para adaptar el cabello, se derivan ciertas otras ventajas del uso de estos productos en las preparaciones para pulverizar sobre el cabello. En primer lugar, las pulverizaciones para
5. el cabello que contienen estos productos muestran poca o ninguna tendencia a flocular cuando se aplican al cabello. Además, se ha comprobado que estos productos poseen actividad antisolar y, en consecuencia, las películas que ellos forman protegen el cabello contra la decoloración indeseable que
 10. ocasiona el sol. Además, como las películas formadas por estos productos no son higroscópicas, el cabello tratado con ellas tiende a mantenerse firme más eficazmente, sobre todo en condiciones de gran humedad. Sin embargo, el producto puede eliminarse fácilmente del cabello lavándolo con los jabo-
 15. nes y champúes convencionales.

- El método preferido para componer los nuevos productos resinosos de este invento es el siguiente: Se hace reaccionar pantenol, es decir d-pantenol o d,l-pantenol, con cloruro de p-nitrobenzoilo empleando una proporción de unos
20. 3,0 moles de cloruro de p-nitrobenzoilo por cada mol de pantenol. Al producto de la reacción así obtenido se añade un disolvente orgánico inerte y un álcali, tal como un carbonato, bicarbonato u óxido de metal alcalinotérreo o un carbonato o bicarbonato de metal alcalino. Se elimina de la mezcla
 25. reaccional el disolvente y el residuo que queda después de eliminado éste se somete a reducción, por cualquier método conocido, teniéndolo disuelto en un disolvente de alcohol



283584

- alifático inferior. El producto de la reducción puede separarse del disolvente por cualquier medio adecuado. Por este método se obtiene un producto no higroscópico y de naturaleza resinosa, que contiene ésteres de p-aminobenzoato de pantenol. Este producto resulta apto para usarlo tal como aquí se indica.
- 5.

- Para más plena comprensión de la naturaleza y de los objetos de este invento, cabe referirse a los ejemplos que siguen, los cuales se dan meramente como ulteriores ilustraciones del invento y no implican sentido limitativo. Todas las partes expresadas en los ejemplos son partes en peso, a menos que se indique otra cosa.
- 10.

EJEMPLO 1.

15. En este ejemplo se cargaron en un recipiente de reacción 0,1 mol de d-pantenol y 0,3 moles de cloruro de p-nitrobenzoilo y se agitó y calentó la mezcla hasta que sus componentes empezaron a reaccionar exotérmicamente. Se dejó que la reacción prosiguiera de modo espontáneo hasta que hubo cesado la reacción exotérmica. Luego se calentó el producto de la reacción mientras se le agitaba, en un baño de vapor, para desprender el cloruro de hidrógeno gaseoso. Una vez desprendido el cloruro de hidrógeno gaseoso, se disolvió el producto de la reacción en unos 200 cc de acetona y se añadieron a la solución acetónica 0,3 moles de bicarbonato sódico. Luego se calentó en reflujo la mezcla reaccional y se la mantuvo
- 20.
- 25.

20 DIC.



283584

a temperatura de reflujo por un período de unos 30 minutos. Se filtró la solución caliente y el material no disuelto que quedó retenido en el filtro fue lavado con acetona. Se combinó el filtrado procedente del primer paso de filtración con

5. el filtrado procedente del paso de lavado con acetona y a continuación se evaporó la solución en vacío hasta sequedad. El residuo que quedó después de eliminado el disolvente fue disuelto en metanol y reducido con hidrógeno, a temperatura ambiente y empleando $3,5 \text{ kg/cm}^2$ de presión de hidrógeno, en presencia de catalizador de níquel Raney.
- 10.

Una vez terminada la reducción del producto, se filtró la mezcla reaccional para eliminar el catalizador. El filtrado se evaporó hasta sequedad, para obtener el producto deseado en forma de un vidrio no higroscópico. El producto,

15. que contenía los ésteres de p-aminobenzoato de d-pantenol, fue desmenuzado hasta formar un polvo fino.

EJEMPLO 2.

20. En este ejemplo se hizo un producto haciendo reaccionar 0,3 moles de cloruro de p-nitrobenzoilo con 0,1 mol de d,L-pantenol. El procedimiento empleado, así como los materiales y las cantidades de ellos que se utilizaron, fueron precisamente los mismos que en el ejemplo 1.

25. El producto obtenido contenía ésteres de p-aminobenzoato de d,L-pantenol. Se comprobó que estaba constituido en gran parte por tri-(p-aminobenzoil)-d,L-pantenol, algo de di-(p-aminobenzoil)-d,L-pantenol y p-aminobenzoato de metilo.



Este producto resultó no higroscópico y tenía aspecto resinoso. Las soluciones alcohólicas del producto en polvo formaron, al ser pulverizadas en capa fina, películas no pegajosas.

5. EJEMPLO 3.

En este ejemplo se preparó una mezcla empleando 0,5 partes en peso del producto obtenido en el ejemplo 1 y 0,2 partes en peso de una esencia perfumante. Se formó un concentrado disolviendo esta mezcla en 32,3 partes en peso de alcohol "SDA" n° 40 (anhidro).

Al mismo tiempo se preparó un impulsor mezclando 60,0 partes en peso de "Freon" 11 y 40,0 partes en peso de "Freon" 12.

El impulsor y el concentrado se envasaron luego en un recipiente dispensador aerósólico. El recipiente dispensador empleado comprendía: a) un frasco aerósólico convencional, de 6 onzas de capacidad, con costura lateral soldada exteriormente con plomo, parte superior en cúpula redondeada con abertura espiralada de 1 pulgada, fondo cóncavo, placa de estaño electrolítica de media libra en todo él y sin revestimiento interno; b) una válvula montada del tipo de copa (por ejemplo, modelo NN, de la Precision Valve Corporation, de Yonkers, Nueva York), que incluía un botón de presión de polietileno, para rompimiento mecánico, y un tubo de inmersión de polietileno; y c) una cúpula protectora (por ejemplo, modelo 5, de la Precision Valve Corporation, Yonders, Nueva York). Una forma apropiada de recipiente dispensador es

20 DIC



- 14 -

283584

la que se expone en diagrama en la figura 7 de la página 800 de "Cosmetics Science and Technology" (editor, Edward Sagarin), publicación de Interscience Publishers, Inc., Nueva York, 1957.

El método de llenado que se empleó fue el llamado

5. "método de llenado en frío". Se enfrió el concentrado hasta 0°C y se cargaron en el recipiente dispensador aerosólico 33,0 partes en peso de dicho concentrado. Luego se añadieron al recipiente dispensador 67,0 partes en peso del impulsor, enfriado antes a una temperatura de unos -10°C. Se inserta-
10. ron las válvulas en los frascos llenados y se cerraron éstos. La preparación así obtenida para pulverizar sobre el cabello se evaluó por el método siguiente: Se humedecieron con agua mechones de cabello y se pusieron éstos en rizadores. Luego se secaron los mechones de pelo y se rociaron con la prepa-
15. ración para pulverizar sobre el cabello producida tal como aquí se ha manifestado. Cada mechón se roció seis veces desde una distancia de unas ocho pulgadas.

La evaluación del producto por este método demostró que tiene propiedades muy eficaces de adaptación

20. del cabello.

EJEMPLO 4.

- En este ejemplo se preparó una mezcla empleando
25. 1,0 partes en peso del producto compuesto tal como se ha expuesto en el ejemplo 1 y 0,2 partes en peso de una esencia perfumante. Luego se hizo un concentrado disolviendo la mezcla así obtenida en 31,8 partes en peso de alcohol "SDA" n° 40 (anhidro).



283584

El impulsor se preparó mezclando 60,0 partes en peso de "Freon" 11 y 40,0 partes en peso de "Freon" 12.

El impulsor, en cantidad de 67,0 partes en peso, y el concentrado, en cantidad de 33,0 partes en peso, se envasaron en un recipiente dispensador aerosólico por el método de "llenado en frío" explicado en el ejemplo 3.

El producto de este ejemplo se evaluó en su aptitud como pulverización para el cabello por el método expuesto en el ejemplo 3. Con este método de evaluación se halló que el producto poseía propiedades muy eficaces de adaptación del cabello.

EJEMPLO 5.

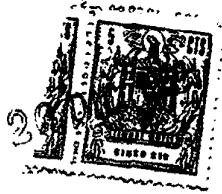
Se preparó una mezcla empleando 2,0 partes en peso del producto obtenido según se ha explicado en el ejemplo 1 y 0,2 partes en peso de esencia perfumante. Luego se hizo un concentrado disolviendo esta mezcla en 30,8 partes en peso de alcohol "SDA" n° 40 (anhidro).

Al mismo tiempo se preparó un impulsor mezclando 60,0 partes en peso de "Freon" 11 y 40,0 partes en peso de "Freon" 12.

A continuación se envasaron 33,0 partes en peso del concentrado y 67,0 partes en peso del impulsor en un recipiente dispensador aerosólico, por el método de "llenado en frío" que se ha expuesto en el ejemplo 3.



La preparación para pulverizar sobre el cabello así obtenida se evaluó por el método explicado en el ejemplo 3. Por este método de evaluación se comprobó que el producto tenía propiedades muy eficaces para la adaptación del cabello.



283584

283584

N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente estadounidense n° 160.898 del 20 de diciembre de 1.961.

5.

1. Un procedimiento para producir una masa resinosa no higroscópica, caracterizado por el hecho de que se hace reaccionar pantenol con un haluro de p-nitrobenzofilo en la proporción molar de 1:3 aproximadamente, después de lo cual se reduce el producto obtenido.

10.

2. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que en concepto de haluro de p-nitrobenzofilo se usa cloruro de p-nitrobenzofilo.

15.

3. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1 o 2, caracterizado por el hecho de que se usa d-pantenol o d,l-pantenol.

20.

4. Un procedimiento conforme a lo definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que la reacción del pantenol con el haluro de p-nitrobenzofilo se inicia por calentamiento a unos 30 a 60°C.

25.

5. Un procedimiento conforme a lo definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el



283584

hecho de que la reducción se efectúa en un disolvente, de preferencia en un alcohol alifático inferior.

5. 6. Un procedimiento conforme a lo definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la reducción se efectúa por vía química, por ejemplo mediante hidrosulfito sódico.
10. 7. Un procedimiento conforme a lo definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la reducción se efectúa con hidrógeno y en presencia de un catalizador, por ejemplo platino, paladio o níquel Raney.
15. 8. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por el hecho de que la masa contiene ésteres de p-aminobenzoato de pantenol.
20. 9. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por el hecho de que la masa contiene ésteres de p-aminobenzoato de d-pantenol o d,l-pantenol.
25. 10. Un procedimiento, conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por el hecho de que la masa contiene en esencia tri-(p-aminobenzoil)-pantenol.
30. 11. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por el hecho de que la masa contiene en esencia tri(p-aminobenzoil)-pantenol y pequeñas cantidades de di-(p-aminobenzoil)-pantenol.



283584

12. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por el hecho de que la preparación está envasada en un frasco dispensador aerosólico, junto con un agente impulsor.
- 5.
13. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 12, caracterizado por el hecho de que el agente impulsor comprende un hidrocarburo fluorado.
- 10.
14. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 12 o 13, caracterizado por el hecho de que el agente impulsor está constituido por una mezcla de tricloro-monofluorometano y diclorodifluorometano.
- 15.
15. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 12, 13 o 14, caracterizado por el hecho de que la preparación contiene alrededor de 2 partes en peso del agente impulsor por 1 parte en peso de la solución de la masa resinosa no higroscópica en un alcohol inferior, estando presente en la preparación la masa resinosa no higroscópica en cantidad de un 0,25% a un 10% en peso.
- 20.
16. Un procedimiento para producir una masa resinosa no higroscópica.
- 25.
- Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 19 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 20 de diciembre de 1.962.

P. a. JARRE ISERN MIRALLES

P. F.

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the printed name and initials.