



No. 329.213

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: ARMOUR PHARMACEUTICAL COMPANY.

Residencia: 401 North Wabash Avenue - CHICAGO,  
Ill. 60611 - EE. UU.

Enunciado: "UN METODO DE PREPARACION DE UN COM-  
PLEJO INORGANICO-ORGANICO DE ALUMI-  
NIO".

Prioridad: de la solicitud de patente estado-  
unidense No. 472.684 del 16 Julio  
1.965.

- - - -

IG.



1 El presente invento se refiere en general a originales  
complejos inorgánico-orgánicos de aluminio y otro metal que  
presentan un grado de ionicidad metal - aluminio desusadamen-  
te elevado y una importante solubilidad en medios no acuosos,  
5 a métodos de empleo y preparaciones que utilizan tales comple-  
jos en la formulación de composiciones no acuosas originales  
y eficaces que son útiles como antiperspirantes.

Cierta información de fondo contribuirá a la mejor  
apreciación y entendimiento de la presente invención. Por ejem-  
10 plo, es interesante comprender que la mayor solubilidad en me-  
dios no acuosos que presentan los complejos de esta invención  
es extremadamente importante puesto que se consigue sin pérdi-  
da de la ionicidad del metal coordinado en ellos.

Intrincadamente ligada al concepto de antiperspirancia  
15 o astringencia, como algunas veces es descrita, se encuentra  
la condición de que los agentes activos, para ser efectivos,  
deben retener su carácter iónico (denominado aquí "ionicidad").  
Esto es debido a que es la forma iónica de estos agentes la  
que es eficaz como antiperspirante, no la forma covalente.

20 Los muchos compuestos conocidos de aluminio y otro metal so-  
lubles en alcohol no tienen relación con el presente descubri-  
miento porque sin excepción (y aquí nos referimos a una solu-  
bilidad importante, no en cantidades traza), son compuestos  
en los cuales el aluminio y el metal existen en su forma co-  
25 valente y por lo tanto son relativamente inservibles como an-



967

1 tiperspirantes.

Entre los muchos antiperspirantes descritos como poseedores de la propiedad de retardar o inhibir el flujo de perspiración (que hay que distinguir claramente de los llamados "desodorantes" que no afectan al flujo de perspiración sino que en vez de eso enmascaran o solamente neutralizan su olor), hasta ahora han sido considerados como los más eficaces aquéllos que contienen sales de aluminio de ácidos inorgánicos fuertes tales como clorhídrico, sulfúrico, sulfámico, etc. Las preparaciones cosméticas que contienen sales de estos ácidos fuertes, sin embargo, tienen el gravísimo inconveniente de que queman la piel humana y corroen y debilitan el tejido de la ropa con los que se ponen en contacto, tanto durante como después de la aplicación a las distintas zonas del cuerpo. Realmente, la acción corrosiva de tales sales es tan grave que a través de los años se ha dedicado un esfuerzo considerable a la investigación de la forma de reducir tales efectos, intentando al mismo tiempo mantener si no todas al menos una porción importante de las propiedades de anti-perspiración de estos compuestos de aluminio.

Así, una razón importante de este invento es obtener un complejo de aluminio y otros metales (como se definirá más adelante) que conserve prácticamente toda la ionicidad del aluminio y del metal y con ello consiga un efecto ópti



1967

1 mo contra la perspiración.

Una segunda razón es poner a punto un antiperspirante que permita el uso de distribuidores del tipo de aerosol, forma de envasado que hasta ahora no ha sido adaptable a los verdaderos antiperspirantes debido a los muchos problemas presentados por las anteriores formulaciones antiperspirantes. Así, aunque el distribuidor del tipo de aerosol ha sido adaptado con éxito al dominio de los desodorantes mediante el envasado de ciertos bactericidas (por ejemplo sulfocarbato de cinc y hexaclorofeno) en un vehículo alcohólico y mezclado con un propulsor adecuado, estos productos no afectan materialmente a la exudación de perspiración por el cuerpo y por lo tanto no son verdaderos antiperspirantes. El distribuidor de aerosol ha tenido una aplicación extremadamente limitada en el campo de los antiperspirantes debido a la incapacidad de la técnica para conseguir una solubilidad superior al 1-3 % aproximadamente (como la obtenida, por ejemplo, con el fenolsulfonato de aluminio). En contraste, está generalmente aceptado que ninguna composición es eficaz como antiperspirante con menos de una concentración mínima del 10 % aproximadamente de ingrediente activo.

Si ha de adaptarse el distribuidor de aerosol al campo de los antiperspirantes, debe resolverse una nueva serie completa de problemas y debe establecerse una lista de objetivos. (Véase: Cosmetics, Science and Technology, Cap. XXXVI.



1 Aerosol Cosmetics, Interscience Publishers, Inc., N.Y., págs.  
826 y sig.). Por ejemplo, una composición antiperspirante de-  
be inhibir la perspiración de forma segura y sin causar corro-  
siones y debe ser compatible con los compuestos empleados pa-  
5 ra propulsar los aerosoles atomizados. Además, tal composición  
debe tener un contenido en agua mínimo (el máximo tolerable  
es del 2-3 %) con objeto de eliminar la extrema corrosión in-  
ducida por los medios acuosos en las válvulas y depósitos me-  
tálicos (los depósitos forrados de vidrio son demasiado caros)  
10 y la contaminación del producto que de ella resulta. Además,  
tales composiciones han de ser capaces de disolverse en el ve-  
hículo asociado hasta una concentración del 10 % por lo menos.

En un intento de resolver el gran número de problemas  
que se nos plantean, hemos optado por retornar a la idea de  
15 la técnica de poner a punto composiciones que contengan alu-  
minio que sean eficaces como antiperspirantes pero que sean  
esencialmente no corrosivas para la piel y los vestidos del  
usuario. Hemos elegido este camino porque incluso el antipers-  
pirante considerado como "el mejor" de los existentes general-  
20 mente, es decir el hidroxiclорuro de aluminio (facilitado, por  
ejemplo, con el nombre comercial de "CHLORHYDROL" por la Re-  
heis Chemical Company, una División de la Armour Pharmaceuti-  
cal Company) contiene aproximadamente el 20 % de agua libre y  
combinada, determinada por el método de análisis de Karl Fi-  
25 sher; es insoluble en medios no acuosos, como alcohol al 100



1    %, propilenglicol al 100 % y glicerina al 100 %; y realmente  
requiere agua u otros disolventes que contengan agua para  
alcanzar un estado soluble.

5           Comenzamos por lo tanto con una técnica en la que no  
se conoce ningún antiperspirante verdaderamente efectivo y  
no corrosivo que no requiera un medio acuoso para su disolu-  
ción. Nuestro objetivo es poner a punto nuevos y originales  
compuestos y formulaciones antiperspirantes que sean capa-  
ces de aproximarse al alto grado de acción antiperspirante  
10    generalmente atribuido hasta ahora a las sales de ácidos mi-  
nerales del aluminio, que eliminen prácticamente toda la co-  
rrusión de la piel del cuerpo y de los vestidos que acompa-  
ñaba al empleo de tales sales de ácidos minerales, que, si-  
multáneamente, sean compatibles con los propulsores de aero-  
15    soles existentes, tales como los hidrocarburos halogenados  
(fluorados y/o clorados), que puedan ser envasados y almace-  
nados a presión en depósitos metálicos poco costosos sin te-  
mor de contaminación por el orín o de explosión y que con-  
tengan uno de los antiperspirantes activos existentes en  
20    una concentración del 10 % por lo menos.

          El presente invento está basado en nuestro descubri-  
miento de nuevos complejos (compuestos de coordinación) que  
contienen un metal seleccionado entre el grupo formado por  
cinc, circonio y aluminio, cuyos complejos conservan la io-  
25    nicidad de los metales y por lo tanto son muy eficaces como



1 antiperspirantes (siendo la astringencia la característica  
clave) y con un pH superior a 3,0 aproximadamente. Además,  
nuestros complejos son compatibles con los propulsores hi-  
drocarbonados halogenados y, lo que es más importante, son  
5 solubles en medios no acuosos proporcionando concentracio-  
nes eficaces del 10 % o mayores. Además hemos descubierto  
como preparar estos complejos de una forma sencilla y eco-  
nómica y como formular composiciones líquidas antiperspi-  
rantes eficaces a partir de ellos, cuyas composiciones  
10 son altamente adecuadas para uso, entre otros, en los dis-  
tribuidores de aerosol. También hemos puesto a punto deter-  
minadas lociones y cremas en las cuales nuestros complejos  
son muy eficaces.

Por consiguiente, un objeto principal del presente  
15 invento es proporcionar nuevos compuestos de coordinación  
(complejos) de aluminio o de aluminio con cinc y/o circonio,  
cuyos compuestos: son fácilmente solubles en medios no acuo-  
sos; son compatibles con los propulsores de los distribuido-  
res de aerosol corrientes, tales como hidrocarburos haloge-  
20 nados; ejercen una acción antiperspirante eficaz y segura;  
y pueden prepararse en tal forma que permitan la presenta-  
ción de un producto competitivo en el mercado, esto es, su  
producción es económica y no requieren depósitos especiales  
forrados de vidrio o similares.

25 Otro objeto del presente invento es proporcionar nue



1 vos complejos de aluminio, cinc - aluminio y/o circonio -  
aluminio que poseen eficaces propiedades antiperspirantes  
y que pueden ser utilizados en presencia de partes metáli-  
cas sin temor de corrosión o contaminación, al mismo tiem-  
5 po que continúan siendo esencialmente no corrosivos para  
la piel y los tejidos.

Otro objeto del presente invento es proporcionar  
nuevos complejos de aluminio, cinc - aluminio y/o circonio  
- aluminio que pueden disolverse a concentraciones efica-  
ces en disolventes volátiles no acuosos, manteniendo al  
10 mismo tiempo una ionicidad efectiva.

Todavía otro objeto del presente invento es propor-  
cionar una composición que puede ser dispensada en un vehí-  
culo no acuoso en forma de atomizado de secado rápido que  
seca sobre la piel para regular y controlar la exudación  
15 de perspiración de la piel contigua a la misma.

Todavía otro objeto más del presente invento es pro-  
porcionar complejos de aluminio, cinc - aluminio y/o circo-  
nio - aluminio, solubles en alcohol, útiles para preparar  
una formulación antiperspirante líquida en la cual se con-  
20 serva la ionicidad del complejo.

Otro objeto del presente invento es proporcionar  
una formulación antiperspirante que no ejerce la acción co-  
rosiva hasta ahora característica de las sales de ácidos  
25 minerales de la técnica anterior pero obteniendo una acción



1 antiperspirante de efectos comparables.

Otro objeto del presente invento es proporcionar com  
posiciones antiperspirantes que pueden ser administradas fá  
cilmente mediante distribuidores de aerosol y que son muy  
5 eficaces para inhibir o retardar la exudación de perspira -  
ción en el cuerpo humano.

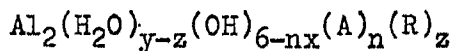
Todavía otro objeto del presente invento es proporci  
onar nuevos y útiles compuestos de coordinación de aluminio,  
cinc - aluminio y/o circonio - aluminio caracterizados por  
10 la ionicidad de los mismos y que, en disolventes no acuosos,  
tienen una solubilidad del 10 % aproximadamente por lo menos  
y proporcionar métodos de preparación de tales compuestos.

Estos y todavía más objetos que aparecerán más adelan  
te son logrados mediante la presente invención hasta un pun  
to marcadamente imprevisto como puede deducirse de la siguien  
15 te descripción detallada y de los ejemplos de realizaciones  
de la misma, debiéndose entender que la descripción y los  
ejemplos tienen como objeto facilitar la comprensión de nues  
tra aportación pero no limitan su aplicación inherente ni su  
20 alcance natural.

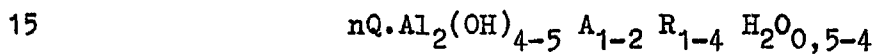
Así pues, hemos encontrado que los inconvenientes ase  
ciados con las numerosas composiciones de la técnica anterior  
pueden ser superados y que todos los fines y objetivos de la  
investigación mencionados anteriormente pueden ser alcanza -  
25 dos mediante la preparación y utilización de los compuestos



1 de coordinación especiales (complejos) que contienen alumi-  
nio y son de fórmula:



5 donde A está seleccionado entre el grupo formado por cloru-  
ro, bromuro, yoduro, sulfato y sulfamato; R es la porción  
coordinante de un compuesto polihidroxilado que tiene una  
cadena carbonada en la cual por lo menos dos átomos de car-  
bono unen un grupo hidroxilo a dicha cadena; n es un núme-  
ro entero positivo de 1 a 6; x es la valencia de A; y tie-  
10 ne un valor comprendido entre 0,5 aproximadamente y 6 y es  
siempre tal que (y-z) no es nunca un valor negativo; y z  
es el número de centros de coordinación existentes. En el  
caso de los compuestos (complejos) que contienen cinc o  
circonio, éstos son de fórmula:



donde Q está seleccionado entre el grupo formado por cloru-  
ro de cinc, yoduro de cinc, bromuro de cinc, hidroxicloru-  
ro de cinc, hidroxiyoduro de cinc, hidroxibromuro de cinc,  
cloruro de circonilo e hidroxicloruro de circonilo; A es-  
20 tá seleccionado entre el grupo formado por cloruro, bromu-  
ro y yoduro; R es la porción coordinante de un compuesto  
polihidroxilado con una cadena carbonada en la cual por lo  
menos dos átomos de carbono unen a dicha cadena un grupo  
hidroxilo o un grupo hidroxilo sustituido; y n es el núme-  
25 ro de moles de Q y vale por lo menos 0,05.



13

1           En la preparación de los complejos de aluminio indi-  
cados más arriba, se obtienen resultados particularmente  
ventajosos combinando una sal de aluminio seleccionada en-  
tre el grupo formado por cloruro básico de aluminio, sulfa-  
5           to básico de aluminio, sulfamato básico de aluminio, bromu-  
ro básico de aluminio y yoduro básico de aluminio, con un  
compuesto polihidroxilado, ésto es, con un compuesto orgá-  
nico que contenga dos o más grupos hidroxilo unidos a áto-  
mos de carbono adyacentes o no. La sal de aluminio y el  
10           compuesto polihidroxilado se combinan así para formar una  
solución que después se calienta para formar el complejo  
de aluminio de esta invención. De preferencia, aunque no  
necesariamente, la calefacción se proseguirá hasta que prác-  
ticamente toda el agua en exceso sea expulsada de la solu-  
15           ción y se forme un producto seco. En ciertas condiciones,  
como ya se verá, la solución es de gran utilidad y puede  
omitirse el secado.

          En el sentido utilizado aquí, el término "cloruro bá-  
sico de aluminio" se refiere a los compuestos de fórmula:  
20            $Al_2(OH)_xCl_y$ , donde  $x$  es un número entero positivo de 2 a 5;  
 $y$  es un número entero positivo de 1 a 4; y  $x$  e  $y$  siempre su-  
man 6. Son representativos de los cloruros básicos de alumi-  
nio aquí considerados los siguientes:  $Al_2(OH)_2Cl_4$ ;  $Al_2(OH)_4$   
 $Cl_2$ ;  $Al_2(OH)_5Cl$ . En el caso del yoduro básico de aluminio y  
25           el bromuro básico de aluminio se aplican consideraciones si



1 milares.

El término "compuesto polihidroxiado" en el sentido utilizado aquí se refiere a compuestos orgánicos que contienen dos o más grupos hidroxilo (antes de la condensación) unidos a átomos de carbono adyacentes o no. Específicamente se pretende incluir, aunque sin limitarse a ellos, los alcoholes dihidricos y polihidricos.

En la preparación de los complejos de cinc - aluminio y/o circonio - aluminio indicados más arriba, se obtienen resultados particularmente ventajosos combinando una sal de aluminio seleccionada entre el grupo formado por cloruro básico de aluminio, bromuro básico de aluminio y yoduro básico de aluminio, con un compuesto seleccionado entre el grupo formado por cloruro de cinc, yoduro de cinc, bromuro de cinc, hidroxiclорuro de cinc, hidroxiyoduro de cinc, hidroxibromuro de cinc, cloruro de circonilo e hidroxiclорuro de circonilo, y después mezclando la citada combinación con un compuesto polihidroxiado, esto es, un compuesto orgánico que contenga dos o más grupos hidroxilo o hidroxilo sustituido unidos a átomos de carbono adyacentes o no, para su posterior reacción. Las sales de aluminio y cinc o circonio y el compuesto polihidroxiado así combinados forman una solución que, al ser calentada, forma el complejo de esta invención. De preferencia, aunque no necesariamente, la calefacción se proseguirá hasta que prácticamente todo el



1        agua en exceso sea expulsada de la solución y se forme un  
      producto seco. En ciertas condiciones, como ya se verá, la  
      solución es de gran utilidad y puede omitirse el secado.

5        Entre las sales de aluminio adecuadas para la prác-  
      tica de la realización de la invención que contiene alumi-  
      nio como único metal se encuentran el cloruro básico de  
      aluminio, sulfato básico de aluminio, sulfamato básico de  
      aluminio, yoduro básico de aluminio y bromuro básico de  
10        aluminio. Se obtienen resultados particularmente buenos  
      cuando se emplea en la práctica de la invención un cloruro  
      básico de aluminio en el cual la relación molar de alumi-  
      nio a cloro está comprendida entre aproximadamente 1:3 has-  
      ta aproximadamente 2:1 a 1, preferiblemente entre aproxima-  
      damente 1:1 y 2:1 aproximadamente.

15        Entre las sales de aluminio adecuadas para la prác-  
      tica de la realización de la invención que contiene cinc o  
      circonio se encuentran el cloruro básico de aluminio, yodu-  
      ro básico de aluminio y bromuro básico de aluminio. Se ob-  
      tienen resultados particularmente buenos cuando se emplea  
20        en la práctica de la invención un cloruro básico de alumi-  
      nio en el cual la relación molar de aluminio a cloro está  
      comprendida entre aproximadamente 1:3 hasta aproximadamen-  
      te 2:1 a 1, preferiblemente entre 1:1 y 2:1 aproximadamen-  
      te.

25        Entre los compuestos polihidroxilados adecuados pa-



1 ra uso en la práctica del presente invento se encuentran:  
propilenglicol, 1,1,1-trimetilpropano, 1,3-butilenglicol  
(1,3-butanodiol), glicerina (1,2,3-trihidroxiopropano), 2-  
metil-2,4-pentanodiol, neopentilglicol (2,2-dimetil-1,3-  
5 dihidroxipentano), polietilenglicol (peso molecular = 400),  
butino-1,3-diol, 2-etil-1,3-hexanodiol, polipropilengli-  
col (peso molecular medio = 400), Polyglyco 15-200 (un pro-  
ducto Dow con una unión éter entre óxido de propileno y  
etileno y cóndensado con glicerina, en el cual cada cadena  
10 tiene un grupo hidroxilo terminal (peso molecular = 2700),  
diacetona alcohol, p-xilen- $\alpha, \alpha$ -diol, glicol dimercaptoace-  
tato y poliepiclorhidrina.

Podemos modificar el hidroxicloruro de aluminio, ca-  
racterizado anteriormente, para crear un complejo de alumi-  
15 nio de cinc - aluminio, virtualmente exento de agua, con  
una solubilidad del 10 % y más en medios no acuosos.

Se prepara una solución acuosa de hidroxicloruro de  
aluminio (de la Reheis Chemical Co., una División de la Ar-  
mour Pharmaceutical Company, marca registrada "CHLORHYDROL")  
20 con un contenido en sólidos comprendido entre el 43 y el  
50 %, y sobre esta solución se añade del 53 al 100 % apro-  
ximadamente de propilenglicol (sobre la base del contenido  
en hidroxicloruro de aluminio sólido). Si se desea rapidez,  
puede agitarse ligeramente la solución.

25 Se prepara una solución acuosa de hidroxicloruro de



1 aluminio, con un contenido en sólidos comprendido entre el  
43 y el 50 %, y sobre esta solución se añade cloruro de  
cinc (96 % en sólidos) y se calienta la combinación a unos  
95°C, con agitación. Sobre la solución caliente se añade  
5 del 27 al 77 % aproximadamente de propilenglicol (sobre la  
base del contenido en sólidos de la solución), mientras se  
mantiene la temperatura a unos 95°C. Si se desea rapidez,  
puede agitarse ligeramente la solución.

A continuación se lleva esta solución a una tempera-  
10 tura comprendida entre 70°C (a vacío) y 120°C (en aire) y  
se mantiene esta temperatura hasta que la pérdida de peso  
es equivalente a, o mayor que, toda la humedad libre (no  
coordinada) que se calcula que se encuentra presente. Con  
ésto se obtiene un producto "seco", ésto es, un producto cu  
15 yo porcentaje de humedad retenida es de 0,5 a 20,0 % aproxi  
madamente, que tiene una solubilidad en SDA 40 superior al  
10 %. Como ya se verá, puede obtenerse un producto desmenu-  
zable que contiene alrededor del 20 % de humedad y que, so-  
bre la base del 10 % de sólidos, proporciona una formulación  
20 aerosol que contiene solamente alrededor del 2 % de agua. En  
nuestra realización preferida, el contenido en humedad se  
controla a un máximo del 15 % aproximadamente porque con ello  
se consigue una mayor compatibilidad con los propulsores hi-  
drocarbonados halogenados.

25 Producido en la forma indicada, el complejo (ésto es,



1 el producto "seco") presenta propiedades antiperspirantes  
que se comparan favorablemente, por evaluación subjetiva,  
con las del hidroxiclورو de aluminio. Se cree que este  
efecto es el resultado de retener la ionicidad del cinc -  
5 aluminio en nuestro complejo.

En otra realización de la invención, se prepara una  
solución acuosa de hidroxiclورو de aluminio como antes y  
se añade sobre la solución clورو de circonilo (oxiclورو  
ro de circonio) (alrededor del 50 % de sólidos) calentando  
10 la combinación a 95°C, con agitación. Sobre la solución ca  
liente se añade entonces del 50 al 70 % aproximadamente de  
1,3-butanodiol (sobre la base del contenido en sólidos de  
la solución) mientras se mantiene la temperatura a unos  
95°C. La solución se agita ligeramente.

15 A continuación, se coloca la solución a vacío y se  
lleva su temperatura a unos 70-95°C manteniéndola en este  
valor hasta que la pérdida de peso es prácticamente equiva  
lente a, o mayor que, toda la humedad libre que se calcula  
que se encuentra presente. Con ésto se obtiene un producto  
20 "seco" en el que el porcentaje de humedad retenida es del  
0,5 al 20 % aproximadamente. Este producto también tiene  
una solubilidad superior al 10 % en SDA 40.

Aunque no se conoce totalmente el mecanismo exacto  
de esta reacción, se cree que implica el desplazamiento de  
25 agua libre y combinada y, posiblemente, un desplazamiento o



1 condensación con grupos hidroxilo unidos a la estructura  
aluminio - metal. Los grupos hidroxilo del compuesto poli-  
hidroxilado parece ser que no reaccionan con el ion cloru-  
ro. Como ya se verá, sustituyendo por glicerina y compues-  
5 tos polihidroxilados similares el propilenglicol y el 1,3-  
butanodiol citados más arriba, también se obtienen compues-  
tos de coordinación de solubilidad similar en medios no  
acuosos. Como ya se indicará, esto se cumple para otros mu-  
chos compuestos polihidroxilados.

10 A continuación damos con mayor detalle una realiza-  
ción ilustrativa del procedimiento de la invención: Se mez-  
clan 900 gramos de  $Al(OH)_5Cl$  (CHLORHYDROL) en solución  
acuosa al 50 % con 350 gramos de propilenglicol (calidad  
U.S.P.) y se agitan a fondo los reactivos. A continuación  
15 se calienta la solución, preferiblemente mientras se conti-  
núa agitando, hasta una temperatura de unos 95 a 100°C. Des-  
pués se deja que la solución caliente se evapore hasta que  
su volumen se reduce hasta aproximadamente 0,8 de su volu-  
men original y a continuación se vierte la solución sobre  
20 unas bandejas de poco fondo. Son particularmente adecuadas  
las bandejas para secar de poco fondo recubiertas con Te-  
flon (resina de politetrafluoretileno de Dupont). El produc-  
to contenido en las bandejas de poco fondo se seca entonces  
hasta peso constante a unos 170°F (77°C) y a una presión de  
25 25 pulgadas (635 mm) aproximadamente, durante unas 40 horas,



1 es decir, hasta que se forma un producto seco. Por "seco"  
se entiende que la velocidad de pérdida de humedad por el  
producto, en las condiciones establecidas, es menor del  
0,5 % aproximadamente por hora y que el producto es un só  
5 lido desmenuzable que contiene entre el 0,5 y el 20 % apro  
ximadamente de agua, determinada por el método de ensayo  
de Karl Fisher. Este producto seco constituye nuestro com-  
plejo de aluminio original, cuya naturaleza y aplicación  
se describirán con detalle en lo que sigue.

10 En lo que precede, las sales metálicas de partida  
pueden encontrarse en solución a cualquier porcentaje, aun  
que el contenido en agua debe ser razonable puesto que la  
presencia de una cantidad excesiva de agua meramente aumen  
ta el costo de la operación de secado y si la cantidad de  
15 agua es demasiado pequeña se reduce la eficacia de la ope-  
ración de mezcla. Preferiblemente debe haber suficiente  
agua para que por lo menos unos de los reactivos pueda ser  
caracterizado como un "líquido" aunque resulta bastante sa  
tisfactorio un líquido viscoso. Por "líquido viscoso" se en  
20 tiende aquél cuya viscosidad a 25°C esté comprendida entre  
100 y 300 centipoises.

Es preferible que los productos de partida de cinc  
o circonilo sean granulares aunque pueden emplearse solu-  
ciones acuosas cuando sea conveniente.

25 El compuesto polihidroxilado puede contener algo de



1        agua aunque, si se desea, también funciona bien el producto  
anhidro (es decir, al 100 %).

5        La agitación de los reactivos en las diversas etapas  
de combinación y durante el secado constituye un medio efi-  
caz de mezclar y evaporar aunque puede omitirse la agita-  
ción cuando el tiempo no tiene particular importancia sin  
que se observe una disminución claramente discernible de la  
calidad del producto. De forma similar, no hay nada que ob-  
jetar al uso de otros procedimientos de mezclado habituales  
10        en lugar de la agitación si las exigencias de una instala-  
ción particular lo hacen factible o conveniente. Análogamen-  
te pueden emplearse, si se desea, otras técnicas conocidas  
para provocar una evaporación más o menos rápida; siendo,  
naturalmente, la inducción de semejante mayor velocidad una  
15        cuestión de conveniencia y de ahorro de tiempo y no un fac-  
tor que influya en la calidad del complejo producido.

20        La aplicación de calor externo a la mezcla durante  
el secado se ha calculado para aumentar la velocidad de eva-  
poración y es muy conveniente, aunque no esencial. Puede  
utilizarse cualquier temperatura comprendida entre la am-  
biente y la temperatura media de ebullición de la mezcla,  
es decir unos 110°C, aunque la velocidad de evaporación  
guarda una relación directa con la temperatura seleccionada.  
Nuestro sentido de la eficacia en el tiempo queda particular-  
25        mente satisfecho con una temperatura comprendida entre unos



1 95° y unos 100°C.

Se calcula que la evaporación por medio de calor reduce significativamente el tiempo necesario para conseguir el secado final. Una reducción del volumen hasta aproximadamente 0,8 veces el volumen original constituye una medida conveniente y fácilmente discernible porque es aproximadamente para esta reducción de volumen cuando la solución reaccionante adquiere una viscosidad visible.

Un procedimiento preferido implica el uso de bandejas de secar que pueden ser de vidrio o de cualquier otro material capaz de permanecer inerte frente a nuestros ingredientes. Los revestimientos de Teflon pueden resultar particularmente convenientes mientras que el hierro en particular debe ser evitado porque reacciona con los reactivos produciendo una desagradable coloración del producto. Las bandejas de poco fondo son extraordinariamente útiles porque exponen una superficie mayor del producto y con ello aceleran el proceso de evaporación.

Se ha encontrado que puede realizarse la evaporación a temperaturas hasta de 120°C sin tostar el producto, aunque también pueden emplearse temperaturas del orden de 50°C si se emplea vacío aunque el tiempo requerido para completar la evaporación del agua del producto es mayor.

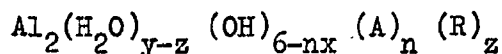
Debe notarse que, además de evaporar el agua que constituía el disolvente de las soluciones de reactivos origina



1 les, también se está evaporando desde más de la mitad hasta  
prácticamente todo el agua coordinada en la sal de aluminio  
- metal.

5 La estructura química exacta de los nuevos complejos  
de esta invención no se conoce completamente aunque se cree  
que implica química de coordinación, desde cuyo punto de  
vista serán descritos. Los actuales instrumentos no permiten  
un análisis estructural exacto de los compuestos de coordina  
ción y por lo tanto es necesario hacer hipótesis en cuanto a  
10 su estructura.

Como se ha indicado anteriormente, se cree que el com  
plejo de aluminio producido de acuerdo con esta invención  
tiene la siguiente fórmula:



15 Debido a la naturaleza inorgánico-orgánica del comple  
jo, es imposible realizar medidas físicas directas del mismo  
y obtener resultados significativos. Por otra parte, el com  
plejo obtenido haciendo reaccionar hidroxiclорuro básico de  
aluminio (CHLORHYDROL) y propilenglicol ha sido objeto de nu  
20 merosos ensayos que ayudan a la caracterización del complejo.  
Así, en la Tabla I que se da más adelante se incluyen los re  
sultados de numerosos ensayos de solubilidad del complejo. La  
Tabla II contiene los resultados obtenidos en la comparación  
del complejo con el CHLORHYDROL en un sistema acuoso, por va  
25 loración con hidróxido sódico. De la Tabla II resulta eviden



1 te que el complejo es una nueva entidad porque aunque presentan semejanzas de disociación también presentan diferencias significativas en los puntos de precipitación y redisolución.

5

TABLA I

Un complejo formado haciendo reaccionar cloruro básico de aluminio (marca CHLORHYDROL) con propilenglicol y secando, cuyo análisis da 19 % de Al, 12,6 % de Cl y 3,5 % de H<sub>2</sub>O, se mezcla por incrementos de 250 mg con 50 gramos de los siguientes disolventes, obteniéndose los siguientes resultados:

	<u>Disolvente</u>	<u>Solubilidad del complejo</u>
	Metil etil cetona	Insoluble
	Acetofenona	Insoluble
15	Alcohol bencílico	Insoluble
	Alcohol sec-butílico	Insoluble
	Alcohol terc-butílico	Insoluble
	Alcohol isoamílico	Insoluble
	Anilina	Insoluble
20	Carbitol (dietilenglicol)	Insoluble
	Alcohol isopropílico	Insoluble
	Tolueno	Insoluble
	1,3-butanodiol	Insoluble
	Acetona	Insoluble
25	Eter isopropílico	Insoluble





1

#### EJEMPLO 1

En una vasija abierta se calientan a  $120^{\circ}\text{C}$ , durante una hora, 200 g de solución al 50 % de hidroxiclорuro de aluminio y 200 g de propilenglicol. El líquido de color amarillo pálido, ligeramente viscoso, pesa 256,7 g y es completamente miscible con metanol, etanol al 95 % e iso -  
5 propanol. El rendimiento teórico, suponiendo que se pierde todo el agua libre y combinada, es de 278,7 g.

#### EJEMPLO 2

10

Se disuelven 75 g de hidroxiclорuro de aluminio (25,0 % de Al; 16,8 % de Cl) en 100 g de agua y 40 g de propilenglicol. Esta mezcla se calienta hasta casi ebullición durante varios minutos y después se enfría. A continuación la solución se evapora a sequedad a vacío (unos 10  
15 mm de mercurio), a unos  $70^{\circ}\text{C}$ . El rendimiento obtenido es de 98 g de sólido cristalino blanco que contiene el 18,1 % de aluminio (teórico = 101,5 g). Este producto es fácilmente soluble en alcohol SDA-40 anhidro hasta el 25,4 % por lo menos y hasta el 40 % por lo menos cuando se concentra calentando.  
20

#### EJEMPLO 3

25

Se disuelven 75,0 g de hidroxiclорuro de aluminio granular (25,0 % de Al) en 100 ml de agua y se añaden 40 g de propilenglicol U.S.P. La solución transparente se transfiere a una bandeja de vidrio y se seca hasta peso constan-



1  
5  
10  
15  
20  
25

te en una estufa de circulación forzada de aire a 75°C.  
Rendimiento = 94,3 g. Soluble el 20 % por lo menos en etanol anhidro.  
Análisis: 19,6 % de aluminio, 12,8 % de cloro, 8,5 % de agua.

EJEMPLO 4

Se disuelven 75,0 g de hidroxiclорuro de aluminio granular (25,0 % de Al) en 100 ml de agua y se añaden 60 g de propilenglicol. Se calienta con evaporación hasta obtener la consistencia de un jarabe espeso. Se seca hasta peso constante en un secador rotatorio a vacío a 75°C y unos 15 mm de Hg.  
Rendimiento = 97,0 g. Producto soluble en etanol anhidro hasta más del 30 %.  
Análisis: 18,2 % de aluminio, 11,9 % de cloro, 4,1 % de agua.

EJEMPLO 5

En un matraz de fondo redondo, provisto de una cabeza de destilación, se colocan 200 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) y 200 g de propilenglicol. La mezcla se destila hasta que la temperatura del residuo asciende a 146°C, dejando un líquido muy viscoso, transparente y ligeramente amarillo que es miscible en todas las proporciones con etanol anhidro.  
Rendimiento = 282 g.  
Análisis: 8,65 % de aluminio, 6,15 % de cloro, 5,65 % de agua.



#### EJEMPLO 6

1  
5  
Se calientan 300 g de hidroxidocloruro de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) y 120 g de propilenglicol a 100°C, durante 0,5 horas. Se transfiere a una bandeja de vidrio y se seca a 65-70°C y 25 pulgadas (635 mm) de presión.

Rendimiento = 200 g de un sólido céreo fácilmente soluble en etanol anhidro.

Análisis: 18,55 % de Al, 12,2 % de Cl, 4,66 % de H<sub>2</sub>O.

41,5 % de propilenglicol por el método de ácido periódico

40,5 % de propilenglicol por análisis de carbono.

#### EJEMPLO 7

15  
Se mezclan 225 g de hidroxidocloruro de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) y 50 g de propilenglicol y se calienta a 95°C durante 0,5 horas. Se seca en bandeja a vacío a 75°C y 25 pulgadas (635 mm) de Hg hasta peso constante.

Rendimiento = 129 g. Sólidos muy lentamente solubles hasta el 20 % por lo menos en etanol anhidro.

Análisis: 21,3 % de Al, 14,3 % de Cl, 7,2 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 8

20  
Se mezclan 100 g de hidroxidocloruro de aluminio al 50 % (12,4 % de Al) y 34,8 g de propilenglicol y se secan hasta peso constante en bandeja en una estufa de vacío a 120°C y 25 pulgadas (635 mm) de Hg.

25  
Rendimiento = 59,1 g. Muy lentamente soluble en etanol an-



1

hidro hasta el 30 % por lo menos.

Análisis: 20,7 % de Al, 14,0 % de Cl, 2,43 % de H<sub>2</sub>O.

EJEMPLO 9

5

Se calientan 150,5 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) y 26,6 g de propilenglicol a 95°C, durante 1,0 horas, dejando que la solución se concentre.

Se seca en una bandeja a vacío a 25 pulgadas (635 mm) de Hg y 60°C hasta que el sólido deja de ser pegajoso.

Rendimiento = 96,0 g. Muy soluble en etanol anhidro.

10

Análisis: 19,6% de Al, 13,05% de Cl, 15,2 % de H<sub>2</sub>O.

EJEMPLO 10

15

Sobre 150 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) se añaden 8,0 g de ácido clorhídrico concentrado de tal forma que Al/Cl = 1,55. La solución se calienta a reflujo durante 1,0 horas y se añaden sobre la solución caliente 58,4 g de propilenglicol. La solución se seca en bandeja a vacío a 25 pulgadas (635 mm) de Hg y 70-75°C.

Rendimiento = 99,0 g. La solubilidad en etanol anhidro es mayor del 30 %.

20

Análisis: 18,0 % de Al, 14,6 % de Cl, 5,0 % de H<sub>2</sub>O.

EJEMPLO 11

25

Sobre 150 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) se añaden 28 ml de ácido clorhídrico concentrado de tal forma que Al/Cl = 1,0. Se calienta la solu



43

1 ción durante 1,0 horas a 95°C y se añaden 58,4 g de propilen  
glicol mientras se continúa calentando durante 0,25 horas. Se  
seca en bandeja a vacío a 25 pulgadas (635 mm) de Hg y 70-75  
5 75°C hasta un peso constante de 112 g. La solubilidad en eta-  
nol anhidro es del 27,6 %.

#### EJEMPLO 12

Se calientan 150 g de hidroxiclорuro de aluminio al  
50 % (12,55 % de Al) y 100,5 g de ácido clorhídrico concen-  
10 trado durante 1,0 horas a 95°C, de tal forma que Al/Cl =  
0,5. Se añaden 58,4 g de propilenglicol y se continúa calen-  
tando durante 15 minutos. Se seca en bandeja a vacío hasta  
peso constante a 25 pulgadas (635 mm) de Hg y 70-75°C.  
Rendimiento = 148 g. Soluble hasta el 20,5 % en etanol an-  
hidro.

15

#### EJEMPLO 13

Se añade propilenglicol a una solución al 50 % de hi-  
droxicloruro de aluminio de tal forma que la relación de alu-  
minio a glicol sea 0,7. La mezcla se calienta durante 2 ho-  
ras a 95°C y se ajusta hasta una concentración de aluminio  
20 del 8,3 %. La solución enfriada se seca en un atomizador con  
una temperatura a la entrada de 500°F (260°C) y de 175°F  
(79°C) a la salida, dando un polvo que fluye libremente, rá-  
pidamente soluble hasta el 30 % por lo menos en etanol anhi-  
dro.

25

Análisis: 19,7 % de Al, 13,2 % de Cl, 9,35 % de H<sub>2</sub>O.



1

EJEMPLO 14

5

10

En un matraz de fondo redondo de 500 ml, provisto de un agitador y una cabeza de destilación, se colocan 100 g de hidroxiclورو de aluminio al 50 %, 40 g de propilenglicol y 100 ml de etanol anhidro. Simultáneamente se añaden 300 ml de etanol anhidro mientras se separa por destilación el azeótropo etanol - agua. Mientras se prosigue la destilación, se añaden lentamente 300 ml de benceno y suficiente etanol para impedir la gelificación. Después se continúa añadiendo etanol hasta que todo el benceno ha destilado. El residuo está constituido por 142 g de una solución alcohólica ligeramente amarilla del derivado de aluminio.  
Análisis: 6,56 % de Al, 4,14 % de Cl, 3,1 % de H<sub>2</sub>O.

15

EJEMPLO 15

Trimetilolpropano

20

Se disuelven 34,9 g de trimetilolpropano [1,1,1-tri(hidroximetil)-propano] en 141,5 g de hidroxiclورو de aluminio (12,55 % de Al) y se calienta a 95°C durante una hora. Se seca en bandeja a vacío a 65°C y 25 pulgadas (635 mm) de Hg, hasta peso constante.  
Rendimiento = 93,5 g. Soluble hasta el 30 % por lo menos en etanol anhidro.  
Análisis: 18,5 % de Al, 12,25 % de Cl, 4,6 % de H<sub>2</sub>O.

25

EJEMPLO 16

Se calientan 141,5 g de hidroxiclورو de aluminio y



1 41,2 ml de HCl 1 N a 95°C, durante 2 horas, de tal forma que  
la relación aluminio a cloro es 1,75. Se disuelven 34,9 g de  
trimetilolpropano en la solución y se continúa calentando du-  
rante una hora. Se seca hasta peso constante en bandeja en  
5 una estufa de vacío a 70°C y 25 pulgadas (735 mm) de Hg.  
Rendimiento = 94,5 g. Producto soluble hasta el 30 % por lo  
menos en etanol anhidro.

Análisis: 18,1 % de Al, 14,0 % de Cl, 8,25 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 17

10 Sobre 141,5 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 %  
se añaden 21,4 ml de HCl 1,0 N de tal forma que la relación  
aluminio a cloro es 1,85. Se calienta a 95°C durante 2 ho-  
ras, se añaden 29,1 g de trimetilolpropano y se continúa ca-  
lentando durante una hora. La solución transparente se seca  
15 en bandeja en la estufa de vacío hasta un peso constante de  
90,2 g a 65°C y 25 pulgadas (635 mm) de Hg. El sólido resul-  
tante es soluble en etanol anhidro hasta el 30 % por lo me-  
nos.

Análisis: 18,8 % de Al, 13,5 % de Cl, 6,2 % de H<sub>2</sub>O.

20

#### EJEMPLO 18

##### Glicerina

Se disuelven 75 g de hidroxiclорuro de aluminio gra-  
nular (25,0 % de Al) en 100 ml de agua y se añaden 40 g de  
glicerina U.S.P. Se calienta a 100°C con evaporación hasta  
25 que la solución adquiere la consistencia de un jarabe. Se



1       seca en bandeja en estufa de vacío a 80°C y 25 pulgadas  
(635 mm) de Hg.

Rendimiento = 96,5 g. Producto soluble hasta el 3,1 % en  
                  etanol anhidro.

5       Análisis: 19,2 % de Al, 12,7 % de Cl, 1,3 % de H<sub>2</sub>O.

EJEMPLO 19

          Se calientan 150 g de hidroxiclорuro de aluminio al  
50 % y 40 g de glicerina a 100°C, durante 0,5 horas. Se eva-  
pora en un secador rotatorio a vacío a 75°C y unos 15 mm de  
10       Hg hasta que el sólido deja de ser pegajoso.

Rendimiento = 101 g. Producto muy lentamente soluble hasta  
                  el 20 % aproximadamente en etanol anhidro.

Análisis: 18,3 % de Al, 12,2 % de Cl, 14,3 % de H<sub>2</sub>O.

EJEMPLO 20

15       Se disuelven 75 g de hidroxiclорuro de aluminio gra-  
nular (25,0 % de Al) en 100 ml de agua y se añaden 40 g de  
1,3-butanodiol. Se concentra a 100°C hasta obtener un jara-  
be viscoso y se seca en un secador rotatorio a vacío hasta  
peso constante a 80°C y unos 15 mm de Hg.

20       Rendimiento = 95,3 g. Soluble hasta el 20 % por lo menos en  
                  etanol anhidro.

Análisis: 19,6 % de Al, 12,9 % de Cl, 8,7 % de H<sub>2</sub>O.

EJEMPLO 21

25       Se disuelven 82,8 g de hidroxiclорuro de aluminio al  
50 % (12,2 % de Al) en 254 g de etilenglicol. Se calienta



1 con agitación a 100°C y se deja evaporar el agua. Al cabo  
de una hora aproximadamente comienza a formarse un precipi-  
tado cristalino. Después de unas 6 horas de calefacción,  
se filtran los cristales, se lavan con metanol y se seca  
5 en estufa de vacío a 60°C y unas 25 pulgadas (635 mm) de Hg.  
Rendimiento = 16,5 g. Producto soluble en agua e insoluble  
en alcohol.

Análisis: 21,7 % de Al, 14,45 % de Cl, 4,4 % de H<sub>2</sub>O.

10 Teórico para Al<sub>2</sub>(etilenglicol) (OH)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>0,7</sub>Cl = 21,7 % de  
Al, 14,25 % de Cl, 5,06 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 22

Se mezclan 75 g de hidroxidocloruro de aluminio al 50 %  
(12,55 % de Al) y 69,0 g de Carbowax 400 (polietilenglicol  
con un peso molecular medio de 400) y se calienta a 95°C du-  
15 rante 0,5 horas. Se evapora hasta peso constante a 75°C y  
25 pulgadas (635 mm) de Hg.

Rendimiento = 99,0 g de un sólido de color blanco sucio y  
tacto céreo soluble hasta el 30 % por lo menos  
en etanol anhidro.

20 Análisis: 9,13 % de Al, 6,08 % de Cl, 6,2 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 23

Se calientan 141,5 g de hidroxidocloruro de aluminio al  
50 % (12,34 % de Al) y 65,2 g de trietilenglicol a 90°C, du-  
rante 2 horas. Se seca en estufa de vacío a 65-70°C y 25 pu-  
25 gadas (635 mm) de Hg.



1 Rendimiento = 125 g. Producto soluble en etanol anhidro hasta el 30 % por lo menos.

Análisis: 14,0 % de Al, 9,3 % de Cl, 6,9 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 24

5 Se calientan 81,8 g de hidroxloruro de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) y 65,1 g de sorbitol al 70 % a 95°C, durante 0,5 horas. Se seca hasta peso constante a 70°C en un secador rotatorio a vacío a unos 15 mm de Hg.

10 Rendimiento = 78,0 g. Producto soluble hasta el 1,2 % solamente en etanol anhidro pero muy soluble en metanol.

Análisis: 12,7 % de Al, 5,44 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 25

15 Se disuelven 45,5 g de manitol en 81,8 g de clorhidróxido de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) calentando a 95°C. Se evita que precipite al enfriar calentando a 95°C durante 7 horas. La solución transparente se seca a 70°C y 25 pulgadas (635 mm) de Hg dando 82,0 g de un polvo blanco. El producto es soluble hasta el 1,9 % en etanol anhidro y

20 ligeramente soluble en metanol.

Análisis: 12,8 % de Al, 8,0 % de Cl, 10,5 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 26

25 Se mezclan 98 g de hidroxloruro de aluminio al 50 % (12,55 % de Al) y 59,1 g de 2-metil-2,4-pentanodiol y se calienta a 90-95°C, durante 1,0 horas. Secando hasta peso



1 constante en bandeja en una estufa de vacío, a 50°C y 25 pul-  
gadas (635 mm) de Hg se obtiene una pasta viscosa. La pasta  
se disuelve completamente en unos 100 ml de metanol anhidro  
y se seca hasta peso constante a 50°C y 25 pulgadas (635 mm)  
5 de Hg.

Rendimiento = 86,0 g de un sólido vítreo soluble hasta el 30  
% en etanol anhidro pero que solidifica dando  
un gel transparente cuando se deja en reposo  
durante 15 horas.

10 Análisis: 14,2 % de Al, 9,25 % de Cl, 7,95 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 27

Se disuelven 48,0 g de neopentilglicol (2,2-dimetil-  
1,3-dihidroxipentano) en 150 g de hidroxiclорuro de aluminio  
al 50 % (12,55 % de Al) y se calienta a 95°C durante 0,5 ho-  
15 ras. La solución transparente se seca en bandeja a vacío a  
70°C y 25 pulgadas (635 mm) de Hg.

Rendimiento = 106 g . Soluble hasta el 30 % por lo menos en  
etanol anhidro.

Análisis: 17,5 % de Al, 11,6 % de Cl, 8,4 % de H<sub>2</sub>O.

20

#### EJEMPLO 28

Se calientan 150 g de hidroxiclорuro de aluminio al  
50 % (12,55 % de Al) y 39,6 g de 1,4-butanodiol (HOH<sub>2</sub>C-C≡C-  
CH<sub>2</sub>OH) comercial a 95°C, durante 0,5 horas. Se evapora has-  
ta peso constante a 75°C y 25 pulgadas (635 mm) de Hg.

25

Rendimiento = 102,0 g de sólido vítreo de color naranja.





1 Rendimiento = 115 g. Producto soluble en etanol anhidro pe-  
ro que forma un gel transparente a concentra-  
ciones superiores al 19 %.

Análisis: 18,1 % de Al, 12,0 % de Cl, 11,5 % de H<sub>2</sub>O.

5

#### EJEMPLO 31

En un secador rotatorio a vacío se evaporan 130,6 g  
de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % (12,4 % de Al) y 67,5  
g de poliglicol 15-200 de Dow (cadenas poliméricas de óxido  
de etileno y propileno condensado con glicerina y con tres  
10 grupos hidroxilo terminales - peso molecular medio = 2700)  
hasta peso constante, a 70°C y 10-15 mm de Hg. La pasta cla-  
ra resultante se filtra para separar 39 g de glicol que no  
ha reaccionado. Los sólidos se disuelven en 300 ml de meta-  
nol anhidro y se evapora hasta peso constante a 70°C y 25  
15 pulgadas (635 mm) de Hg.

Rendimiento = 55 g. Producto soluble en etanol anhidro has-  
ta el 15 % formando un gel sólido que tiene  
tendencia a licuarse al reducir la temperatu-  
ra hasta cerca de 0°C.

20

Análisis: 19,9 % de Al, 13,2 % de Cl, 12,3 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 32

Se disuelven 23,5 g de ácido sulfámico en 75 ml de  
agua. Se hacen reaccionar, agitando, 111,0 g de un gel de  
hidróxido de aluminio (0,25 moles de Al) a unos 50°C hasta  
25 que se produce la disolución completa. Se añaden 76 g de



1 propilenglicol y se continúa calentando a 50°C durante una  
hora. Se evapora la solución transparente a 50°C y 10-15 mm  
de Hg de presión hasta casi peso constante para dar 104,6 g  
de un líquido viscoso transparente que se disuelve lentamente  
5 en metanol y es ligeramente soluble en etanol.  
Análisis: 6,53 % de Al, 2,6 % de N, 2,5 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 33

Se disuelven 19,8 g de ácido sulfámico en 40 ml de  
agua. Agitando y manteniendo la temperatura a 45-50°C, se ha  
10 cen reaccionar completamente 169 g de un gel de hidróxido de  
aluminio (0,38 moles de Al). Se añaden 116 g de propilengli-  
col y se continúa calentando durante una hora a 50°C. La so-  
lución transparente se evapora a 10-15 mm de Hg de presión y  
50°C hasta peso casi constante dando 149 g de una solución  
15 viscosa transparente que es muy soluble en metanol y parcial-  
mente soluble en etanol.

Análisis: 7,15 % de Al, 1,69 % de N, 3,6 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 34

Se disuelven 40,7 g de diacetona alcohol [(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C(OH)  
20 CH<sub>2</sub>COCH<sub>3</sub>] en 152 g de solución acuosa al 50 % de hidroxiclo-  
ruro de aluminio y se calienta a 95°C durante 2 horas. La so-  
lución transparente de color blanco sucio se seca en un seca-  
dor rotatorio a vacío a 10-15 mm de Hg de presión y unos 65°C.  
El rendimiento es de 78,6 g de un polvo de color castaño so-  
25 luble en etanol anhidro hasta el 30 % en peso, pero forma un



1 gel transparente a esta concentración.

Análisis: 21,3 % de Al, 14,2 % de Cl, 13,3 % de H<sub>2</sub>O.

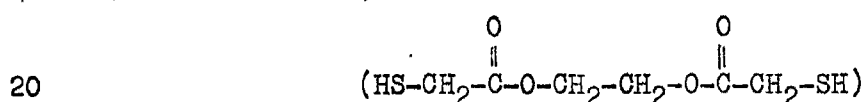
#### EJEMPLO 35

5 Se disuelven 48,5 g de p-xilen- $\alpha, \alpha$ -diol en 152 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % calentando a 100°C. Se filtra para separar la materia insoluble y se seca en un secador rotatorio a vacío a 80°C y 10-15 mm de Hg de presión hasta obtener 114,9 g de sólidos que son insolubles en etanol anhidro. Se disuelven completamente los sólidos en 10 metanol anhidro y se añaden 24,2 g del diol calentando ligeramente. Después de filtrar, la solución alcohólica transparente se seca como antes dando 129,6 g de un sólido cristalino blanco soluble hasta el 30 % en peso aproximadamente en etanol anhidro.

15 Análisis: 13,1 % de Al, 8,71 % de Cl, 10,4 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 36

Se mezclan, agitando, 64,7 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % y 44,2 g de glicoldimercaptoacetato



y calentando durante una hora a 90-95°C se obtiene una solución homogénea transparente. La solución se evapora hasta peso casi constante en un secador rotatorio a vacío a 70°C y 10-15 mm de Hg de presión para producir una pasta clara 25 heterogénea. La pasta clara se disuelve completamente en me



1967

1        tanol anhidro y después se concentra calentando hasta obte-  
ner una pasta metanólica espesa. A continuación la pasta se  
disuelve en etanol anhidro y el residuo insoluble en etanol  
se separa por filtración. La solución alcohólica se concen-  
5       tra calentando y al enfriar se separa en dos fases líquidas.  
La fase etanol/metanol se seca en una estufa de vacío a  
unos 50°C y 25 pulgadas (635 mm) de presión. El sólido se  
lava con acetona y se vuelve a secar para separar la aceto-  
na.

10       Rendimiento = 37,0 g.

Análisis: 16,9 % de Al, 11,25 % de Cl, 11,5 % de S, 11,3 %  
de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 37

15       Se calientan 152 g de hidroxicloloruro de aluminio al  
50 % y 40 g de poliglicol 166-450 de Dow, que es una poli-  
epiclorhidrina  $[\text{HO}(\text{C}_3\text{H}_5\text{ClO})_n\text{C}_3\text{H}_5\text{ClOH}]$  con un peso molecular  
medio de 450, a 95-100°C, durante una hora. La solución ho-  
mogénea transparente se seca a vacío a 10-15 mm de Hg de  
presión y 70°C hasta dar 109,5 g de sólidos. Los sólidos se  
20       disuelven en 200 ml de metanol anhidro y se vuelven a secar  
en las mismas condiciones de vacío hasta peso casi constan-  
te. El rendimiento es de 105,7 g de un sólido blanco solu-  
ble hasta el 15 % aproximadamente en etanol anhidro.

Análisis: 17,8 % de Al, 17,15 % de Cl total, 10,0 % de H<sub>2</sub>O.

25       Otro aspecto importante del presente invento es la



1967

1       incorporación de los compuestos de coordinación del mismo a  
determinados de los llamados propulsores de aerosoles tales  
como, por ejemplo, tricloromonofluorometano (FREON 12), di-  
clorotetrafluoretano (FREON 114), monoclorodifluorometano  
5       (FREON 22), triclorotrifluoretano (FREON 113), octafluoroci-  
clobutano (FREON C 318), pentafluoromonocloroetano (FREON  
115), éter dimetílico, cloruro de vinilo, óxido nitroso, ni-  
trógeno, 1,1-difluoretano y 1,1,1-clorodifluoretano. Natu-  
ralmente, anticipamos que pueden emplearse algunos de los  
10       propulsores más exóticos, y por lo tanto más caros, aunque  
no aportan nada que no pueda ser obtenido con los propulso-  
res más corrientes y por lo tanto más baratos indicados más  
arriba.

El vehículo alcohólico puede ser cualquiera de los  
15       alcoholes etílicos desnaturalizados aprobados, como por  
ejemplo: SDA-23A, SDA-28B, SDA-39B, SDA-39C, SDA-40, SDA-  
40A y similares, así como el alcohol isopropílico y los al-  
coholes dihidrícos y polihídricos. Los alcoholes dihidrícos  
y polihídricos pueden ser utilizados solos o como aditivos  
20       en un disolvente primario puesto que al parecer mejoran la  
miscibilidad del disolvente con el propulsor.

Utilizando los complejos de la invención se ha prepa-  
rado una diversidad de formulaciones antiperspirantes para  
uso en forma de lociones, colonias, polvos, así como formu-  
25       laciones para aerosoles. Así, aunque nuestros complejos son



1 especialmente adecuados para uso en distribuidores de aerosoles, también resultan excelentes cuando se emplean por sus propiedades antiperspirantes independientemente de los distribuidores de aerosoles.

5 En los restantes Ejemplos que se dan a continuación se presentan formulaciones adecuadas del tipo indicado en las cuales el complejo preparado por el procedimiento del Ejemplo 1 (denominado "ASC") es utilizado como tipo representativo de los complejos aquí descritos.

10

EJEMPLO 38

Loción

	Cerosynt 1000-D	3,0 partes
	Emulsynt 2400	7,0 "
	Lanolina (anhidra)	1,0 "
15	Agua	62,0 "
	ASC	27,0 "
	Perfume	c.s.

EJEMPLO 39

Colonia

20	Alcohol S.D. 40	50 cc
	Sindar G-11	0,25 g
	Agua	113 cc
	Versene Regular	0,1 cc
	ASC	27,0 g
25	Perfume	c.s.



1

EJEMPLO 40Polvo

	ASC	13,0 g
	Carbonato cálcico	3,0
5	Sindar G-11	0,5
	Talco	83,5

EJEMPLO 41Formulaciones para aerosoles con ASC

		<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>
10	ASC	10	10	10	15	10	10	15
	SDA-40	60	59	35	55	60	50	55
	Propilenglicol	5	5	5	5			
	Glicerina					5		5
	Tetraetilenglicol						15	
15	Amerchol L101		1					
	Freon 114/12 (90%/10%)	25	25	50	25	25	25	25

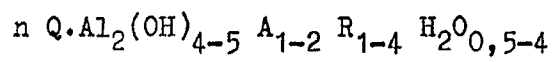
En los Ejemplos 38 a 41, Cerosynt 1000-D es una marca de monoestearato de glicerol fabricado por Van Dyke & Company; Emulsynt 2400 es una marca de laurato/oleato de polioxi-etilenglicol fabricado por Van Dyke & Company; Sindar G-11 es una marca de hexaclorofeno fabricado por Sindar Corporation, New York, N.Y.; Versene Regular es una marca de sal tetrasódica del ácido etilendiaminotetra-acético, fabricada por Dow Chemical Company, Midland, Michigan; Amerchol L101 es un extracto de esteroles derivado de lanolina fabricado por

25



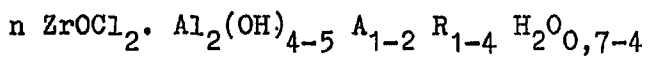
1 American Cholesterol Products, Inc.; Freon 114 es un dicloro-  
 rotetrafluoretano fabricado por Dupont Company, Wilmington,  
 Delaware; Freon 12 es un diclorodifluormetano fabricado por  
 Dupont y Freon 114/12 es cualquier mezcla que se desee de  
 5 Freon 114 y Freon 12.

Como se ha indicado anteriormente, se cree que el com-  
 plejo que contiene cinc o circonio producido de acuerdo con  
 este invento tiene la siguiente fórmula:



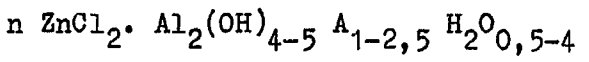
10 donde los símbolos tienen el significado indicado anterior-  
 mente.

En la realización preferida de la invención que emplea  
 compuestos de circonio, el complejo resultante tiene la fór-  
 mula:



15 donde n es el número de moles de cloruro de circonio y siem-  
 pre por lo menos 0,05, A es un anión seleccionado entre el  
 grupo formado por cloruro, yoduro y bromuro, y R es la por-  
 ción coordinante del compuesto polihidroxiado como se ha  
 20 descrito previamente.

Nuestra realización preferida con compuestos de cinc  
 proporciona un complejo de fórmula:



25 donde n es el número de moles de cloruro de cinc y siempre  
 0,05 por lo menos y A y R son los definidos anteriormente.



1            Para facilitar aun más la comprensión del presente  
 invento, y no a título de limitación, presentamos los si-  
 guientes Ejemplos:

EJEMPLO 42

5            Se añaden 45,0 g de oxiclورو de circonio al 50 %  
 (0,07 moles de Zr) sobre 76,1 g de hidroxiclورو de alu-  
 minio al 50 % caliente (0,35 moles de Al). El gel que se  
 forma se disuelve prácticamente por calefacción prolongada  
 con agitación seguida de reflujo a 100°C durante 0,5 horas.  
 10          Sobre la solución enturbiada se añaden 29,6 g de propilen-  
 glicol y se continúa refluendo durante 2 horas. Se filtra  
 la solución hasta volverla transparente y se seca en bande-  
 ja a unos 95°C y 26 pulgadas (660 mm) de Hg de presión dan-  
 do un sólido que se disuelve muy lentamente en etanol anhi-  
 15          dro.

Rendimiento = 66,1 g.

Análisis: 14,7 % de Al, 8,6 % de Zr, 15,8 % de Cl, 7,5 %  
 de H<sub>2</sub>O

EJEMPLO 43

20          Se añaden, con agitación, 6,9 g de cloruro de cinc  
 sobre 109,6 g de hidroxiclورو de aluminio al 50 %. Una  
 vez completada la disolución, se añaden 38,0 g de propilen-  
 glicol y se calienta la mezcla a 95-100°C durante una hora.  
 A continuación, la solución transparente se evapora hasta  
 25          peso casi constante a 70°C y unos 10 mm de Hg de presión.



1 Los sólidos así obtenidos son fácilmente solubles hasta el 30 % en peso por lo menos en etanol anhidro.

Rendimiento = 79,2 g.

5 Análisis: 17,0 % de Al, 4,05 % de Zn, 15,6 % de Cl, 6,8 %  
de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 44

Se mezclan 109,6 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % y 8,88 g de cloruro de cinc al 96 % y se calienta a 95°C durante una hora. A continuación se añaden 24,5 g de propilenglicol a la mezcla y la solución transparente se calienta durante una hora más a unos 95°C. El producto se seca hasta peso casi constante a 80°C y unos 10 mm de Hg de presión. El sólido obtenido es fácilmente soluble en etanol anhidro.

15 Rendimiento = 66,36 g.

#### EJEMPLO 45

Se disuelven 17,75 g de cloruro de cinc al 96 % en 109,6 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % y se calienta durante una hora a 95°C. Sobre esta mezcla se añaden 19,8 g de propilenglicol y se continúa calentando durante una hora a 95°C. A continuación se seca la solución hasta peso casi constante en un secador rotatorio a vacío, a unos 70°C y 10 mm de Hg de presión. El producto obtenido se disuelve rápidamente hasta el 30 % por lo menos en etanol anhidro.

25 Rendimiento = 83,0 g.



1     Análisis: 15,8 % de Al, 10,2 % de Zn, 21,25 % de Cl, 8,5 %  
          de H<sub>2</sub>O.

EJEMPLO 46

5     Se calientan 109,6 g de hidroxiclорuro de aluminio  
      al 50 % y 8,88 g de cloruro de cinc al 96 %, a 95°C duran-  
      te una hora. A continuación se añaden 47,5 g de propilen-  
      glicol y se continúa calentando durante una hora. La compo-  
      sición resultante se seca a 70°C y 10 mm de Hg de presión  
10     hasta peso constante, dando un semi-sólido muy pegajoso. El  
      producto se disuelve en unos 200 ml de metanol anhidro y  
      se vuelve a secar en las mismas condiciones dando un sólido  
      muy desmenuzable que es extremadamente soluble en etanol  
      anhidro.

Rendimiento = 90,7 g.

15     Análisis: 14,9 % de Al, 4,6 % de Zn, 14,5 % de Cl, 4,2 %  
          de H<sub>2</sub>O.

EJEMPLO 47

20     Se disuelven 17,75 g de cloruro de cinc al 96 % en  
      109,6 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % y se calienta  
      a 95°C durante una hora. Sobre esta mezcla se añaden 34,6 g  
      de 1,3-butanodiol y se continúa calentando durante otra ho-  
      ra. A continuación se evapora esta composición hasta peso  
      constante a unos 70°C y 10 mm de Hg de presión. El producto  
      obtenido se disuelve rápidamente hasta el 30 % en peso por  
25     lo menos en etanol anhidro.



1 Rendimiento = 92,5 g.

Análisis: 14,3 % de Al, 8,8 % de Zn, 16,7 % de Cl, 3,6 %  
de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 48

5 Se disuelven 17,75 g de cloruro de zinc al 96 % en  
109,6 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % y se calien-  
ta a 95°C durante una hora. A continuación se disuelven  
51,5 g de trimetilolpropano en la solución caliente y se  
continúa calentando durante una hora más. Esta solución se  
10 evapora después hasta peso constante a 70°C y unos 10 mm de  
Hg de presión. El producto obtenido se disuelve rápidamente  
hasta el 30 % en peso por lo menos en etanol anhidro.

Rendimiento = 113,2 g.

Análisis: 12,0% de Al, 7,8 % de Zn, 15,8 % de Cl, 5,8 % de  
15 H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 49

Se añaden 51,4 g de una solución acuosa al 50 % de  
20 oxiclорuro de circonio (0,08 moles de Zr) sobre 69,6 g de  
una solución caliente y agitada al 50 % de hidroxiclорuro  
de aluminio (0,32 moles de Al). El gel turbio que se forma  
inmediatamente se disipa lentamente calentando y agitando y  
la solución enturbiada se calienta a reflujo a 95-100°C du-  
rante 0,5 horas. A continuación se añaden 34,8 g de propi-  
lenglicol y se continúa refluendo durante 2,0 horas. La  
25 solución se filtra hasta que queda transparente y se seca



1 en bandeja a unos  $95^{\circ}\text{C}$  y 26 pulgadas (660 mm) de presión.  
El producto obtenido se disuelve lentamente hasta el 30 %  
en peso por lo menos en etanol anhidro.

Rendimiento = 69,0 g.

5 Análisis: 14,2 % de Al, 11,1 % de Zr, 15,4 % de Cl, 7,4 %  
de  $\text{H}_2\text{O}$ .

#### EJEMPLO 50

Sobre 56,6 g de hidroxocloruro de aluminio al 50 %  
(0,26 moles de Al) previamente calentados se añaden 83,8 g  
10 de oxocloruro de circonio al 50 % (0,13 moles de Zr). El  
gel que se forma se disipa calentando y agitando y la mez-  
cla se calienta a reflujo durante 0,5 horas a unos  $100^{\circ}\text{C}$ .

A continuación se añaden 28,3 g de propilenglicol y se con-  
tinúa refluendo durante 2,0 horas. La solución resultante  
15 se filtra hasta que queda transparente y se seca en bande-  
ja a unos  $95^{\circ}\text{C}$  y 26 pulgadas (660 mm) de presión. El pro-  
ducto sólido así obtenido es soluble hasta el 30 % en peso  
por lo menos en etanol anhidro.

Rendimiento = 63,8 g.

20 Análisis: 14,9 % de Al, 12,1 % de Zr, 17,4 % de Cl, 13,6 %  
de  $\text{H}_2\text{O}$ .

#### EJEMPLO 51

Sobre 87,0 g de hidroxocloruro de aluminio al 50 %  
(0,4 moles de Al) previamente calentados se añaden 12,8 g  
25 de oxocloruro de circonio al 50 % (0,02 moles de Zr). La



1 masa gelatinosa que se forma se solubiliza parcialmente ca-  
lentando y agitando y la mezcla se calienta a reflujo a  
100°C durante 0,5 horas más. A continuación se añaden 43,5  
g de propilenglicol y se continúa refluendo durante 2 ho-  
5 ras. Después se filtra la solución hasta que queda transpa-  
rente y se seca en bandeja a unos 95°C y 26 pulgadas (660  
mm) de presión. El producto se disuelve fácilmente hasta el  
30 % en peso por lo menos en etanol anhidro.  
Rendimiento = 63,2 g.  
10 Análisis: 17,6 % de Al, 3,0 % de Zr, 12,0 % de Cl, 5,7 % de  
H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 52

Se disuelven 71,8 g de cloruro de cinc al 95 % aproxima-  
madamente en 54,8 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % y  
15 se calienta la solución a 95°C durante una hora. A continua-  
ción se añaden 19,0 g de propilenglicol a la solución y se  
continúa calentando a 95°C durante una hora. Calentando y  
agitando, se añaden también 50 g de gel de hidróxido de alu-  
minio (10,9 % de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Una vez que la disolución es vir-  
20 tualmente completa, se filtra hasta que queda transparente y  
se evapora a vacío a unos 70°C dando una masa muy viscosa. Es  
ta se disuelve en 250 ml de etanol anhidro y se seca dando  
un sólido vítreo en un secador rotatorio a 80°C y unos 10 mm  
de Hg de presión. El sólido así obtenido se disuelve rápida-  
25 mente hasta el 30 % en peso por lo menos en etanol anhidro.



1 Rendimiento = 113,3 g

Análisis: 9,0 % de Al, 24,9 % de Zn, 30,1 % de Cl, 3,0% de H<sub>2</sub>O

#### EJEMPLO 53

5 Se añaden 64,4 g de oxiclорuro de circonio al 50 % (0,10 moles de Zr) sobre una solución acuosa caliente al 50 % de hidroxiclорuro de aluminio (0,40 moles de Al). El gel resultante se disipa calentando y agitando y después se calienta a reflujo durante 0,5 horas a 100°C. A continuación se añaden 43,6 g de propilenglicol sobre la solución turbia caliente y se continúa refluendo durante 2 horas. Después se filtra esta solución hasta que queda transparente y se transfiere a un aparato de destilación de fondo redondo provisto de un sistema de agitación. Se calienta y se concentra la solución hasta dar una masa viscosa pero fluyente. A continuación se añaden 1100 ml de etanol anhidro en porciones de 100 ml y se continúa destilando hasta que se separan unos 900 ml en total del azeótropo agua-alcohol. Rendimiento = 255 g de una solución alcohólica transparente. Análisis: 4,2% de Al, 3,5 % de Zr, 4,8 % de Cl, 3,5 % de H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 54

20 Se añaden 51,4 g de oxiclорuro de circonio al 50 % sobre 69,6 g de hidroxiclорuro de aluminio al 50 % (0,32 moles de Al). El gel que se forma se disipa calentando y agitando y después se calienta a reflujo a 100°C durante 0,5 horas. A continuación se añaden 33,8 g de 1,3-butanodiol y se continúa refluendo durante dos horas. Esta solución se filtra

25



1 hasta que queda transparente y se seca hasta peso casi cons-  
tante a unos 70°C y 10-15 mm de Hg de presión. El sólido  
así obtenido se disuelve fácilmente hasta el 30 % en peso  
por lo menos en etanol anhidro.

5 Rendimiento = 70,6 g.

Análisis: 11,8 % de Al, 9,6 % de Zr, 14,3 % de Cl, 8,6 % de  
H<sub>2</sub>O.

#### EJEMPLO 55

10 Se añaden 51,4 g de oxocloruro de circonio al 50 %  
sobre 69,6 g de hidroxocloruro de aluminio caliente (0,32  
moles de Al). El gel se disuelve virtualmente calentando y  
agitando y después se calienta a reflujo a 100°C durante  
0,5 horas. A continuación se disuelven 33,0 g de trimeti-  
15 lolpropano en la solución enturbiada y se continúa reflu-  
yendo durante 2 horas. Después se filtra esta solución has-  
ta que queda transparente y se seca hasta peso constante a  
unos 70°C y 10 mm de Hg de presión. El producto obtenido se  
disuelve fácilmente hasta el 30 % por lo menos en etanol an-  
hidro.

20 Rendimiento = 61,0 g

Análisis: 11,5 % de Al, 9,55 % de Zr, 14,1 % de Cl, 10,0 %  
de H<sub>2</sub>O.

25 Los demás Ejemplos que se dan a continuación presen-  
tan formulaciones adecuadas del tipo indicado en las cuales  
se emplean los complejos preparados de acuerdo con la inven



1 ción (denominados "ASC" con una referencia a los Ejemplos anteriores, es decir, "ASC - 12" significa los complejos del Ejemplo. 53) como tipo representativo de todos los complejos abarcados aquí.

5

EJEMPLO 56Loción

	Cerosynt 1000-D	3,0 partes
	Emulsynt 2400	7,0 "
	Lanolina (anhídra)	1,0 "
10	Agua	62,0 "
	ASC-41	27,0 "
	Perfume	c.s.

EJEMPLO 57Colonia

15	Alcohol S.D. 40	50 cc
	Sindar G-11	0,25 g
	Agua	113 cc
	Versene Regular	0,1 cc
	ASC-44	27,0 g
20	Perfume	c.s.

EJEMPLO 58Polvo

	ASC-35	13,0 g
	Carbonato cálcico	3,0 g
	Sindar G-11	0,5 g
25	Talco	83,5 g



1

EJEMPLO 59

Formulaciones para aerosoles con ASC

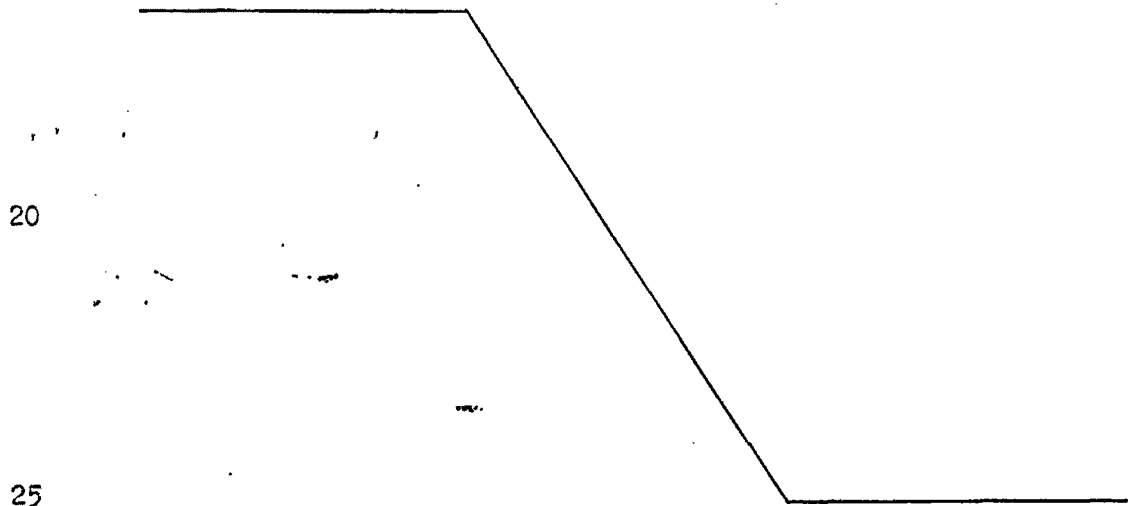
	A	B	C	D	E	F	G
ASC-41	10	10	10	15	10	10	15
5 SDA-40	60	59	35	55	60	50	55
Propilenglicol	5	5	5	5			
Glicerina					55		5
Tetraetilenglicol						15	
Amerohol L101		1					
10 Freon 114/12 (90%/10%)	25	25	50	25	25	25	25

En los Ejemplos 56 a 59, Cerosynt 1000-D es una marca de monoestearato de glicerol fabricado por Van Dyke & Company; Emulsynt 2400 es una marca de laurato/oleato de polioxi-etilenglicol fabricado por Van Dyke & Company; Sindar G-11 es una marca de hexaclorofeno fabricado por Sindar Corporation, New York, N.Y.; Versene Regular es una marca de una sal tetrasódica del ácido etilendiaminotetra-acético fabricada por Dow Chemical Company, Midland, Michigan; Amerchol L101 es un extracto de esteroles derivado de lanolina fabricado por American Cholesterol Products, Inc.; Freon 114 es un diclorotetrafluoretano fabricado por Dupont Company, Wilmington, Delaware; Freon 12 es un diclorodifluormetano fabricado por Dupont y Freon 114/12 es cualquier mezcla que se desee de Freon 114 y Freon 12.

25 De todo lo que precede se deduce que todos los objeti



1 vos y fines mencionados anteriormente se consiguen hasta  
un punto marcadamente imprevisto con los nuevos y origina  
les complejos (compuestos de coordinación) y métodos de  
preparación de los mismos, así como con los métodos y for  
5 mulaciones para utilizarlos como antiperspirantes y espe  
cialmente, aunque no exclusivamente, como antiperspirantes  
dispensados en forma de aerosol, aquí descritos e ilustra  
dos. Naturalmente, ha de entenderse que esta descripción y  
los Ejemplos que la acompañan se presentan con fines ilus  
10 trativos solamente y no a título de limitación y que las  
modificaciones, alteraciones y aplicaciones que fácilmente  
pueden ocurrírsele al técnico confrontado con esta exposi  
ción están incluidas dentro del espíritu de esta invención,  
especialmente como queda definida por el alcance de las  
15 Reivindicaciones anejas a esta memoria.





1

- REIVINDICACIONES -

1. Un método de preparación de un complejo inorgánico-  
orgánico de aluminio y un metal seleccionado entre cinc  
y circonio que consiste en: Mezclar un material que contenga  
5 aluminio seleccionado entre el grupo formado por cloruro  
básico de aluminio, bromuro básico de aluminio y yoduro básico  
de aluminio, con una sal seleccionada entre el grupo  
formado por cloruro de cinc, yoduro de cinc, bromuro de cinc,  
hidroxicloruro de cinc, hidroxiyoduro de cinc, hidroxibromuro  
10 de cinc, cloruro de circonilo e hidroxicloruro de circonilo,  
para formar una combinación; añadir a dicha combinación  
un derivado polihidroxilado que tenga por lo menos dos  
átomos de carbono, cada uno de los cuales va unido a un grupo  
hidroxilo, para formar una mezcla; calentar dicha mezcla  
15 a una temperatura comprendida entre unos 50°C y unos 120°C  
para evaporar el agua de la misma hasta aproximadamente 0,8  
del volumen original; secar dicha mezcla caliente hasta que  
el peso sea constante y el citado producto tenga un contenido  
en humedad comprendido entre el 0,5 y el 20 % aproximada-  
20 mente, siendo dicho producto el complejo citado.

2. El método de la Reivindicación 1 en el cual el derivado  
polihidroxilado está seleccionado entre el grupo formado por  
propilenglicol, 1,1,1-trihidroxipropano, 2-metil-  
2,4-pentanodiol, 1,3-butanodiol, 2,2-dimetil-1,3-dihidroxipentano,  
25 polietilenglicol (peso molecular 400), butino-1,3-



1 diol, polipropilenglicol (peso molecular medio 400), Polygly  
co 15-200, diacetona alcohol, p-xilen- $\alpha, \alpha$ -diol, glicoldi-  
mercaptoacetato y poliepiclorhidrina.

3. El método de la Reivindicación 1, en el cual el  
5 citado material que contiene aluminio es cloruro básico de  
aluminio (hidroxicloruro de aluminio).

4. El método de la Reivindicación 3, en el cual la  
sal citada es cloruro de circonilo.

5. El método de la Reivindicación 3, en el cual el de  
10 rivado polihidroxilado es propilenglicol.

6. El método de la Reivindicación 3, en el cual el ci  
tado derivado polihidroxilado es trimetilolpropano.

7. El método de la Reivindicación 3, en el cual el de  
rivado polihidroxilado es 1,3-butilenglicol.

15 8. Un método de preparación de un complejo inorgánico-  
orgánico de aluminio que consiste en: Mezclar un material que  
contenga aluminio seleccionado entre el grupo formado por clo  
ruro básico de aluminio, bromuro básico de aluminio y yoduro  
básico de aluminio, con una sal seleccionada entre el grupo  
20 formado por cloruro de cinc, yoduro de cinc, bromuro de cinc,  
hidroxicloruro de cinc, hidroxiyoduro de cinc, hidroxibromu-  
ro de cinc, cloruro de circonilo e hidroxicloruro de circonilo,  
para formar una combinación; añadir a la combinación un  
derivado polihidroxilado que tenga por lo menos dos átomos de  
25 carbono, cada uno de los cuales va unido a un radical hidroxi



1 lo, para formar una mezcla; calentar dicha mezcla a una temperatura comprendida entre unos 50°C y unos 120°C; y enfriar dicha mezcla.

5 9. El método de la Reivindicación 8, en el cual el citado material que contiene aluminio es cloruro básico de aluminio (hidroxicloruro de aluminio) y la sal mencionada es cloruro de circonilo.

10 10. El método de la Reivindicación 8, en el cual el citado material que contiene aluminio es cloruro básico de aluminio (hidroxicloruro de aluminio) y la sal mencionada es cloruro de cinc.

15 11. Un método de preparación de un complejo inorgánico-co-orgánico de aluminio que consiste en: Mezclar un material que contenga aluminio seleccionado entre el grupo formado por cloruro básico de aluminio, bromuro básico de aluminio, yoduro básico de aluminio, sulfato de aluminio y sulfato básico de aluminio, con un derivado polihidroxiado que contenga por lo menos dos átomos de carbono, cada uno de los cuales está unido a un grupo hidroxilo, para formar una mezcla; calentar dicha mezcla a una temperatura comprendida entre unos 50°C y unos 120°C para evaporar el agua de la misma hasta aproximadamente 0,8 del volumen original; secar dicha mezcla caliente hasta que el peso sea constante y el citado producto tenga un contenido en humedad comprendido entre el 20  
20 0,5 y el 20 % aproximadamente, siendo dicho producto el com-  
25



1 plejo citado.

12. El método de la Reivindicación 11, en el cual el derivado polihidroxiado está seleccionado entre el grupo formado por propilenglicol, 1,1,1-trihidroxipropano, 2-  
5 metil-2,4-pentanodiol, 2,2-dimetil-1,3-dihidroxipentano, polietilenglicol (peso molecular 400), butino-1,3-diol, polipropilenglicol (peso molecular medio 400), Polyglyco 15-200, diacetona alcohol, p-xilen- $\alpha, \alpha$ -diol, glicol dimer-captoacetato y poliepiclorhidrina.

10 13. El método de la Reivindicación 11, en el cual el citado material que contiene aluminio es cloruro básico de aluminio (hidroxicloruro de aluminio).

14. El método de la Reivindicación 13, en el cual la citada mezcla se calienta a una temperatura comprendida  
15 entre unos 70°C y unos 110°C.

15. El método de la Reivindicación 13, en el cual el citado derivado polihidroxiado es propilenglicol.

16. El método de la Reivindicación 13, en el cual el citado derivado polihidroxiado es trimetilolpropano.

20 17. El método de la Reivindicación 13, en el cual el derivado polihidroxiado es 1,3-butilenglicol.

18. Un método de preparación de un complejo inorgánico-orgánico de aluminio que consiste en: Mezclar un material que contenga aluminio seleccionado entre el grupo  
25 formado por cloruro básico de aluminio, bromuro básico de



1 aluminio, yoduro básico de aluminio, sulfato de aluminio y  
sulfamato básico de aluminio, con un derivado polihidroxila  
do que tenga por lo menos dos átomos de carbono, cada uno  
de los cuales está unido a un radical hidroxilo, para for-  
5 mar una mezcla; calentar dicha mezcla a una temperatura com-  
prendida entre unos 50°C y unos 120°C.; y enfriar dicha  
mezcla.

19. El método según la Reivindicación 18, en el  
cual el derivado polihidroxilado está seleccionado entre el  
10 grupo formado por propilenglicol, 1,1,1-trihidroxipropano,  
2-metil-2,4-pentanodiol, 2,2-dimetil-1,3-dihidroxipentano,  
polietilenglicol (peso molecular 400), butino-1,3-diol, po-  
lipropilenglicol (peso molecular medio 400), Polyglyco 15-  
200, diacetona alcohol, p-xilen- $\alpha$ ,  $\alpha$ -diol, glicol dimercap-  
15 toacetato y poliepiclorhidrina.

20. El método de la Reivindicación 18, en el cual  
el citado material que contiene aluminio es cloruro básico  
de aluminio (hidroxicloruro de aluminio).

21. Se reivindica por último como objeto sobre el  
20 que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita :  
"UN METODO DE PREPARACION DE UN COMPLEJO INORGANICO-ORGANICO  
DE ALUMINIO".

