

348963



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

UNA PATENTE DE INVENCION

a favor de Joseph Murry RAIT, de nacionalidad norteamericana, residente en 95 Huxley Drive, Snyder, New York, Estados Unidos,

por


"PROCEDIMIENTO PARA LLENAR RECIPIENTES DE AEROSOL Y SIMILARES".

=====

La presente invención concierne a un procedimiento para añadir líquidos de punto de ebullición moderadamente bajo a recipientes parcialmente llenos. Más concretamente, la presente invención proporciona un procedimiento para llenar recipientes que impide la indebida pérdida del componente de bajo punto de ebullición mediante la interposición dentro del recipiente, de una barrera transitoria antimezcla.

El llenado de recipientes con mezclas de varios líquidos representa un importante aspecto de la producción

3489623
ENCLOSURE



de muchos productos. Este es particularmente el caso, por ejemplo, de la dinámica y siempre creciente industria de los aerosoles. Como en otros importantes sectores de la industria, hay en ella ciertos problemas que no sólo contribuyen a hacer complicada y cara la producción de varios artículos, sino que también contribuyen a inhibir la creación de nuevos productos que no resisten la carga económica impuesta por los procedimientos antiguos.

Uno de tales importantes problemas del llenado de recipientes que no ha sido resuelto hasta aquí de manera sencilla es el problema de cargar un recipiente con varios líquidos, uno de los cuales tiene un punto de ebullición inferior al punto de congelación del otro. Un caso ilustrativo está constituido por el problema de cargar un recipiente con una solución acuosa que se congela a 0° C. y un líquido de punto de ebullición moderadamente bajo, como por ejemplo diclorodifluorometano (propulsante 12), cuyo punto de ebullición se encuentra a -29,2° C. Cuando un líquido de bajo punto de ebullición como éste es añadido a presión atmosférica a un recipiente en el cual se ha introducido un líquido como, por ejemplo, agua, empieza rápidamente a hervir provocando una pérdida de valioso líquido por rebosamiento, salpicadura y espumación, constituyendo en general un obstáculo para un fácil, rápido y eficiente llenado del recipiente. La ebullición y los efectos secundarios que la acompañan son debidos al contacto de los dos líquidos y a la rápida transmisión de calor desde el líquido acuoso al líquido de bajo punto de ebullición. La agitación debida al hecho de la adición, las corrientes de convección y la mezcla recíproca son factores que contribuyen a producir este efecto. La inversión del procedimiento, es decir la introducción en el recipiente primero



del líquido de bajo punto de ebullición y luego la adición del otro líquido, no sirve para nada, ya que provoca una similar e indeseable secuencia de fenómenos.

45 Una importante razón para impedir la pérdida del líquido de bajo punto de ebullición es que se trata, a menudo, de un material relativamente caro, cuya pérdida aumenta el coste del producto acabado. Otra razón para impedir tal pérdida es que el líquido de bajo punto de ebullición está
50 presente, a menudo, en cantidad limitada, pudiendo su pérdida repercutir en las proporciones convenientes del producto final. A pesar de ello, la pérdida de cierta cantidad del caro líquido de bajo punto de ebullición es tolerada a menudo para permitir que los vapores desplacen el aire en el reci-
55 piente en una fase de lavado o de purga antes del cierre.

Hasta aquí, se han usado varios procedimientos para cargar un recipiente con dos de tales líquidos. Sin embargo, dichos procedimientos ya usados presentan varios inconvenientes que hacen comercialmente poco atractivos tales procedimientos. Uno de tales métodos es el de añadir primero la
60 solución acuosa y congelarla luego por completo en un cuerpo sólido mediante un baño o cámara exterior de congelación. Como, en tales circunstancias, la solución se congela desde el fondo y desde el borde periférico hacia el centro, ello
65 hace que la superficie superior o de contacto se congele por última. Por consiguiente, este tipo de congelación es un procedimiento lento que consume innecesariamente mucha energía. Otro inconveniente de congelar la entera solución acuosa es el de que ello deteriora a veces uno de los constituyentes y,
70 cuando el agua es una parte de una emulsión o sólido en suspensión líquida, puede producirse una desintegración física del sistema. Un segundo procedimiento típico requiere la ga-



75 sificación del líquido de punto de ebullición moderadamente bajo y su impulsión a presión a través y alrededor del estrecho vástago de la válvula. Este, evidentemente, es otro procedimiento lento que implica el pleigro de daños para el mecanismo de la válvula y que requiere también la eliminación del líquido sin mezclar del tubo de inmersión. Otro procedimiento más requiere el levantamiento de la tapa de 80 válvula en condiciones de sistema cerrado, y luego la introducción a presión de líquido gasificado. Para resumir sucintamente, los procedimientos actualmente disponibles son o de demasiado lentos o complicados y caros.

85 Sin embargo, se ha descubierto que puede formarse una barrera antimezcla, relativamente delgada y esencialmente sólida en la superficie superior de un líquido congelable contenido en un recipiente, mediante la adición de una pequeña cantidad de un líquido muy frío, preferiblemente expansible y preferiblemente de muy bajo punto de ebullición, de un 90 peso específico inferior al del líquido congelable, y que dicha barrera permite la rápida adición del líquido de punto de ebullición moderadamente bajo en un estado líquido y a presión atmosférica, sin pérdida de tal líquido por vaporización o rebosamiento y sin la formación de espuma ni los 95 otros defectos indeseables que la acompañan. Naturalmente, allí donde, por otras razones se desee un sistema de presión superior o inferior a la atmosférica, éste puede ser empleado.

100 Este descubrimiento constituye la base de la presente invención que, como se verá, proporciona un procedimiento para superar de manera económica y eficiente estos y otros problemas con ello relacionados. El procedimiento es económico por cuanto es sencillo, conveniente y de bajo coste. Es eficiente ya que impide la pérdida, por vaporización

3489631



105 y rebosamiento, de valiosos componentes y elimina operaciones lentas que requirieren mucho tiempo.

Por consiguiente, un objeto de la presente invención es el de crear un procedimiento para combinar de manera económica y eficiente un líquido de punto de ebullición moderadamente bajo con un líquido congelable sin pérdida importante alguna por vaporización, rebosamiento o espumación del líquido de punto de ebullición moderadamente bajo.

Otro objeto de la presente invención es la creación de un procedimiento para añadir de manera económica y eficiente un líquido de bajo punto de ebullición a un líquido congelable contenido en un recipiente, sin necesidad de congelar la entera masa del líquido congelable.

Otro objeto de la presente invención es la creación de un procedimiento para añadir de manera económica y eficiente un líquido de bajo punto de ebullición a un líquido congelable contenido en un recipiente, sin necesidad de emplear equipo alguno de presión.

Otro objeto de la presente invención es la creación de un procedimiento para combinar un líquido congelable y un propulsante en un recipiente de aerosol sin pérdida importante de propulsante y de modo que no sea necesario congelar el entero líquido congelable, ni usar presión ni vaporizar dicho propulsante.

Un objeto adicional de la presente invención es la creación de un procedimiento para cargar un recipiente con una pluralidad de líquidos, según el cual uno de los líquidos tiene que ser mantenido transitoriamente separado de uno o varios de los otros líquidos.

Otros objetos y usos de la presente invención se les ocurrirán a las personas expertas en la materia que lean



la Memoria y la reivindicación siguientes:

Las figuras 1ª a 8ª, ilustran varias fases del

llenado de un recipiente por el procedimiento de la invención. Según este procedimiento, se carga en el recipiente, por un método clásico, un líquido congelable que puede ser enfriado a una temperatura próxima a su punto de congelación. Luego, se carga en el recipiente una pequeña cantidad de un líquido muy frío, haciendo el líquido frío que toca la superficie superior del líquido congelable que ésta se congele, constituyendo así una barrera transitoria anti-mezcla, esencialmente sólida. Luego, se añade sobre la superficie superior de la capa congelada un líquido sometido a enfriamiento preliminar y de punto de ebullición inferior al punto de ebullición del líquido congelable. Por fin, se cierra el recipiente y se funde la barrera. La barrera, al fundirse, vuelve a unirse al resto del líquido congelable primitivo, proporcionando así un recipiente cargado con el líquido congelable y con el líquido de bajo punto de ebullición sin los efectos indeseables mencionados anteriormente. Cuando en el producto final haya que incluir un tubo de inmersión u otro dispositivo similar, se le incorpora antes del cierre del recipiente de la manera descrita a continuación.

Con referencia al dibujo, el recipiente (11), representado en la figura 1ª, es cargado con un líquido congelable (12) por un medio clásico como, por ejemplo, el tubo de carga (14), estando constituido el líquido congelable, por ejemplo, por una solución acuosa. El líquido congelable es enfriado preferiblemente hasta pocos grados de su punto de congelación. Aun cuando el enfriamiento puede ser ejecutado después de su introducción, es realizado convenientemente,



con mas frecuencia, mediante su paso preliminar por una uni-
dad de enfriamiento como la (13). Este enfriamiento reduce
la necesidad de los medios congeladores de líquido emplea-
dos a continuación. Luego se introduce en el recipiente un
170 líquido muy frío y de bajo punto de ebullición, como por
ejemplo nitrógeno (15), en el cual flota en la superficie
del líquido congelable, como se muestra en la figura 2ª. El
medio congelador de líquido que flota congela rápidamente
175 la superficie superior del líquido congelable formando una
barrera antimezcla (17), esencialmente sólida, como se mues-
tra en la figura 3ª. Los vapores del medio congelador de lí-
quido desprendidos por evaporación durante la introducción
en el recipiente y el contacto con el líquido congelable
180 llenan la parte superior del recipiente expeliendo el aire,
como se muestra en las figuras 2ª y 3ª. El líquido (18), que
tiene que ser mantenido separado del líquido congelable por
-la barrera transitoria antimezcla, es introducido entonces
sobre la superficie superior de la barrera antimezcla, como
185 se muestra en la figura 4ª, siendo el líquido (18), por
ejemplo, un propulsante como el diclorodifluorometano (pro-
pulsante 12), o isobutano, y la pequeña cantidad de los va-
pores procedentes de este líquido se mezclan con los vapores
(16) desplazando cuando menos una parte de ellos y formando
190 el nuevo vapor mixto (19).

Luego, se cierra el recipiente con un medio de
cierre hermético (23) y se funde la barrera como se muestra
en las figuras 5ª y 6ª. Cuando el líquido mantenido separa-
do del líquido congelable es más ligero que este último,
195 como cuando el primero es isobutano y el último es una so-
lución acuosa, el líquido mantenido separado flotará sobre
el líquido congelable como se representa en la figura 5ª.

348963



200 Cuando el líquido mantenido separado del líquido congelable
es más pesado que el líquido congelable, como cuando el pri-
mero es el propulsante (12), termina cerca del fondo del re-
cipiente, como se muestra en la figura 6ª. El recipiente
puede ser provisto de una válvula de distribución en el me-
dio de cierre, como se muestra en la figura 8ª, o de un sis-
205 tema de válvula de distribución (20) y de tubo de inmersión
(22), como se muestra en la figura 7ª. El tubo de inmersión
de usarse, es incorporado antes de la fusión de la barrera
por uno de los procedimientos descritos a continuación, pe-
ro no representados en el dibujo.

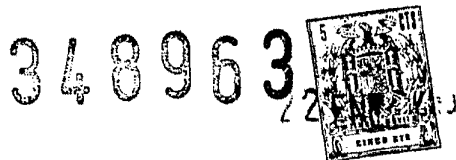
210 El dibujo que se acaba de describir está previsto
como ayuda para comprender la solicitud de invención para
el llenado de un recipiente. La forma del recipiente, los
líquidos y sus proporciones, así como el aspecto del dis-
tribuidor acabado tienen sólo un fin de ilustración y no
están previstos para establecer limitación alguna que no
215 esté considerada en el resto de la Memoria.

Muchos líquidos son adecuados para ser usados co-
mo líquido congelable del presente procedimiento. Típicamen-
te, tienen puntos de fusión que van desde aproximadamente
-40'2 a 21'2 C. y comprenden líquidos como el agua, la dia-
220 cetona, el alcohol, el tetracloruro de carbono, el benceno,
el ciclohexano, el dioxano, el p-xileno y el sulfóxido de
dimetilo, que tienen respectivamente puntos de fusión de
0'2, -50'2, -15'2, 5'52, 12'2, 13'2 y 18'52 centígrados. Los
líquidos no están limitados a sustancias puras, sin embargo
225 y son más a menudo, típicamente, el disolvente de la solu-
ción que tiene un punto de fusión algo inferior a los indica-
dos. También son adecuados para el uso, según la presente in-
vención, otros medios líquidos que contiene líquidos como



230 los mencionados anteriormente, incluidas emulsiones y sólidos en suspensiones líquidas. Los sistemas líquidos que contienen agua como importante componente constituyen un importante grupo de líquidos que, según se ha comprobado, actúan como el líquido congelable de este procedimiento, y comprenden sistemas como soluciones acuosas de las que los desodorantes de locales son un ejemplo, aceite en emulsiones acuosas, de las cuales la mayonesa es un ejemplo, y sólidos en suspensión, de los cuales la pasta dentífrica es un ejemplo. Las anteriores enumeraciones tienen, naturalmente, un simple fin de ilustración y no limitan el alcance de la invención.


240 Aun cuando, como medios congeladores de líquido, podría emplearse una variedad de líquidos, ciertas propiedades hacen particularmente adecuados para ese fin algunos de ellos. Un punto de congelación muy bajo es particularmente deseable, para que el medio de congelación pueda ser añadido como líquido muy frío. Como el agua y los otros líquidos útiles como líquidos congelables según la presente invención tienen a menudo pesos específicos de 1 o menos, los líquidos adecuados como medios de congelación de líquido son típicamente aquellos cuyo peso específico es inferior a 1. Un grupo de líquidos fácilmente accesibles provistos de las propiedades anteriores y que caen dentro del alcance de la presente invención, puede ser, a título de ejemplo, el constituido por nitrógeno, hidrógeno, helio, aire, gas natural, metano y en general alcanos inferiores, alquenos y alquines
250 y mezclas de los mismos. Es altamente preferible que el medio de congelación sea suficientemente frío para reducir la superficie superior de la barrera a una temperatura próxima o inferior al punto de ebullición del líquido que tenga que ser añadido sin rebosamiento, para aumentar hasta el máximo



260 la ventaja de la barrera.

Otra propiedad que ha sido hallada altamente ventajosa, en un medio de congelación de líquidos, es la de tener un muy bajo punto de ebullición. Como los líquidos, a una temperatura próxima a su punto de ebullición, tienen su
265 más baja viscosidad, pueden ser añadidos cuando están muy fríos y se encuentran a pesar de ello en su grado de viscosidad más baja. Su baja viscosidad les permite a los líquidos propagarse muy rápidamente sobre la superficie del líquido congelable, realizando así, pronta y eficientemente,
270 la congelación de la superficie superior. Otra ventaja proporcionada por la baja viscosidad es la facilidad de manejo y de vertido. Una ventaja adicional, proporcionada por un muy bajo punto de ebullición como medio de congelación, es que hace que todo él, o la mayor parte de él, se vaporice
275 muy fácilmente durante la operación de congelación, incorporando así toda cantidad residual en la fase de vapor en que puede actuar como una adición del propulsante. La fácil vaporización sirve también para sustituir y expeler el aire de un recipiente antes de su cierre hermético. Los líquidos
280 de bajo punto de ebullición de este tipo que dependen del calor de la vaporización para el enfriamiento no necesitan enfriamiento adicional alguno antes del uso. Los que hierven a menos de $-17^{\circ}8^{\circ}$ C. aproximadamente son preferidos corrientemente según el presente procedimiento. Constituyen ejemplos
285 de ellos el propano líquido, que hierve a -42° C. y el nitrógeno líquido, que hierve a -194° C. Debido a sus muchas ventajas complementarias - como una baja toxicidad para los mamíferos, ininflamabilidad, existencia en el comercio en forma de gas licuado, ausencia general de reactividad química,
290 ca, muy lenta solubilidad en la mayoría de los líquidos y muy bajo coste - el nitrógeno es un material preferido como

348963
22 F



medio para la congelación de líquidos.

La cantidad del medio congelador de líquidos necesario para formar la barrera antimezcla varía con el área de la sección transversal del recipiente, el líquido congelable particular de que se trate y el recipiente empleado en cada caso. En general, se ha comprobado, por ejemplo, que los recipientes de vidrio y de plástico requieren la menor cantidad de medio congelador de líquido, los de hojalata algo más y los de aluminio más todavía. Cuando se emplean para el recipiente materiales altamente conductores, como por ejemplo el aluminio, se forma una delgada película de líquido congelado siempre que el líquido congelable toca el recipiente, y esto aumenta algo los requisitos de medio congelador de líquido.

En general, la barrera antimezcla debería tener, en su sección transversal vertical, un espesor suficiente para sostener la capa de líquido que tiene que gravar sobre su superficie superior, teniéndose en la debida cuenta toda fusión que pueda producirse durante la operación de carga. Por otra parte, no debería ser tan gruesa como para resultar difícilmente frangible cuando tenga que ser atravesada de la manera descrita a continuación. Se ha comprobado que las barreras de aproximadamente 0,5 - 5 mm. de espesor son satisfactorias para la mayoría de los fines, aun cuando, por razones de economía y facilidad de frangibilidad, se prefieren barreras de un espesor de aproximadamente 0'76 - 7'62 mm.

La cantidad de medio congelador de líquido empleada no es crítica, aun cuando debería ser suficiente para congelar la superficie superior de la capa congelable formando una barrera que cubra por completo la superficie descubierta del líquido congelable y suficientemente gruesa, en su

348963



sección transversal vertical, para satisfacer los requisitos de resistencia de barrera explicados anteriormente. La cantidad de medio congelador de líquido empleado debería también ser suficiente para permitir a los vapores expeler o purgar el aire de la parte del recipiente sin llenar, de la manera anteriormente descrita, de desearse así. Por otra parte, la cantidad de medio congelador de líquido empleada no debería ser tan grande como para resultar un despilfarro indebido, o tan grande como para congelar la barrera en una capa demasiado gruesa para permitir su fácil atravesamiento por un tubo de inmersión u otro elemento que tenga que ser introducido a través de ella antes de su fusión.

Se ha comprobado que un recipiente destinado a contener 6 onzas de fluido y lleno en sus dos terceras partes de una solución acuosa requiere aproximadamente 5'86 - 10'52 grs. de nitrógeno líquido para formar una barrera que tenga el espesor que cae en el campo preferido cuando el recipiente es de vidrio o de plástico, aproximadamente 10'52 - 16'38 gramos cuando el recipiente es de acero revestido de estaño, y aproximadamente 16'38 - 22'24 gramos cuando el recipiente es de aluminio. Se obtuvieron resultados similares con una fórmula de agua y crema de afeitarse que constituye una emulsión de agua en aceite, y de mayonesa, que es una emulsión de aceite en agua.

Un modo de incorporar un tubo de inmersión al recipiente antes de la fusión de la barrera es el de empujarlo a través de la barrera frangible mientras se aplican los medios de cierre hermético y de distribución durante el cierre del recipiente. Naturalmente, si así se desea, puede atravesarse la barrera frangible con un objeto agudo para permitir el paso del tubo de inmersión. Otro procedimiento

348963



para incorporar el tubo de inmersión es el de mantener los
 355 medios de cierre y de distribución encima de la abertura
 del recipiente durante su carga, con el tubo de inmersión
 que entre en el líquido congelable. Cuando la superficie del
 líquido congelable se congela, lo hace alrededor del tubo de
 inmersión manteniéndolo parcialmente debajo de la superficie
 360 del líquido congelable. Cuando el medio de cierre y de dis-
 tribución es colocado en posición para el cierre, vuelve a
 romper la barrera frangible permitiendo la colocación en la
 posición conveniente del tubo de inmersión.

En los Ejemplos siguientes de aplicación de la
 365 presente invención, las partes son partes en peso y las on-
 zas son onzas avoirdupois, a menos que se diga otra cosa.

E J E M P L O 1

Laca espumosa para el pelo

Se preparó un concentrado adecuado para ser usado
 370 en una laca espumosa para el pelo mezclando a 71°12 C. los
 componentes siguientes:

	<u>Partes</u>
Ácido esteárico	5,56
Lanolina anhidra, U.S.P.	0,67
375 Miristato y palmitato de isopropilo	4,44
Alcohol bencílico N.F.	0,89
Aceite mineral, flúido, a 65°	2,22
Polivinilpirrolidona	0,22
Trietanolamina	2,67
380 Agua (destilada)	83,33

Un bote de hoja de acero estañada de 190 grs. bar-
 nizado interiormente fué cargado con 162 grs. del concentra-



do enfriado a cerca de 4'52 C. En el recipiente se introdujo a presión atmosférica, nitrógeno líquido (22'24 grs). Después de un corto período, se formó en la superficie superior del concentrado una capa congelada. En el exterior del recipiente se observó alguna condensación de humedad. A la superficie superior de la barrera congelada se añadió una carga de 16'38 grs. de diclorodifluorometano sin que se produjera espumación ni rebosamiento alguno importante. Entonces se cerró el recipiente con un conjunto de caperuza y de válvula. Después de corto tiempo, estaba listo para el uso.

E J E M P L O 2

Producto espumoso para la limpieza de paredes.

Se preparó un concentrado adecuado para ser usado en un producto espumoso para la limpieza de paredes mezclando los componentes siguientes :

	<u>Partes</u>
Glicol nonil-fenil-polietilénico (Tergitol NPX)	3,20
Detergentes de alquilaril-sulfonato (Nacconal NSRF)	1,49
Pirofosfato tetrasódico	1,00
Eter dietilenoglicol-monoetílico	4,00
Agua (destilada)	90,31

Un recipiente de vidrio de 190 grs, revestido de plástico, fué cargado con 164'5 grs del concentrado que se enfrió a cerca de 4'52 C. En el recipiente se introdujo, a presión atmosférica, nitrógeno líquido (16'38 grs. flúidos). Después de un corto tiempo, se pudo observar una capa congelada en la superficie superior del concentrado. Se añadió a la superficie superior de la barrera congelada una carga de



8'69 grs. de diclorodifluorometano (propulsante 12), sin que se produjera rebosamiento o espumación alguna de importancia. A través de la barrera congelada, y al propio tiempo que se ponía la caperuza en su posición de cierre, se introdujo un conjunto de caperuza y válvula provisto de un tubo de inmersión esencialmente rígido, adecuado para llegar hasta 6'35 mm. del fondo del recipiente. Poco después de la operación de cierre, el distribuidor de aerosol acabado esta-
415
420

E J E M P L O 3

Una serie de recipientes de vidrio de 190 grs., adecuados para ser usados en distribuidores de aerosol, fué cargado con porciones de 105'4 grs del concentrado de producto para la limpieza de paredes preparado según el Ejemplo 2. La transparencia de los recipientes permitía ver perfectamente la superficie del concentrado. Cada recipiente fué cargado entonces con una pequeña cantidad (aproximadamente 9'5 grs. fluido) de una substancia fría diferente. Las substancias incluían los líquidos añadidos a una temperatura ligeramente inferior a sus puntos de ebullición, como nitrógeno, metano, propano y etileno. También incluían éter etílico y cloroformo enfriados a -58'9^o C, siendo, éstos, líquidos enfriados esencialmente a una temperatura inferior a sus puntos de ebullición, y por fin grumitos pequeños de hielo seco. El cloroformo y el hielo seco fueron añadidos para permitir una comparación con substancias más pesadas que el concentrado. El hielo seco bajó al fondo del recipiente y provocó mucha espuma y burbujas, pero no produjo barrera congelada alguna en la superficie superior del concentrado. El cloroformo bajó al fondo sin producir espuma, pero tampoco produjo barrera congelada alguna en la superficie superior del concen-
425
430
435
440



trado. El éter etílico flotó sobre el concentrado formando una barrera congelada, pero el éter líquido siguió flotando sobre dicha barrera durante algún tiempo, sin evaporarse apreciablemente. El nitrógeno, metano, propano y etileno flotaron todos ellos sobre la superficie del concentrado, congelándola y formando una barrera, y se evaporaron durante la operación sin dejar líquido en la superficie superior de la barrera. Un tubo de inmersión de polietileno fué introducido fácilmente a través de las barreras así producidas.

Todo aquello que sea accesorio en la realización del procedimiento descrito, podrá ser objeto de modificaciones y las cuestiones de forma, dispositivos y máquinas utilizadas en la ejecución de la invención deberán tomarse como de orden secundario, pudiéndose emplear aquellos que mejor convengan en tanto no alteren fundamentalmente las particularidades características.

El solicitante se reserva el derecho de obtención de los oportunos Certificados de Adición complementarios, por aquellas mejoras o perfeccionamientos que en lo sucesivo pudiera aconsejar la práctica.

==..==..==..==

348963

N O T A :

22



465 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance
de la presente invención, así como la forma en que la mis-
ma puede ser llevada a la práctica, se reivindican a títu-
lo privativo las siguientes particularidades característi-
cas, sobre las cuales ha de recaer la concesión del privi-
legio de PATENTE DE INVENCION que se solicita.

470 1). Procedimiento para llenar recipientes de aero-
soles y similares con una pluralidad de líquidos, c a r a c-
t e r i z a d o por comprender las fases siguientes :

- (a) carga de un primer líquido en dicho recipiente,
- (b) formación de una barrera antimezcla transitoria, des-
475 truíble y esencialmente sólida, que cubre por completo
la superficie superior de dicho primer líquido, y
- (c) carga de un segundo líquido, de un punto de ebullición
inferior al punto de ebullición de dicho primer líqui-
do, sobre la superficie superior de dicha barrera anti-
480 mezcla, por lo cual el calor procedente del primer lí-
quido no puede ser transmitido rápidamente a dicho se-
gundo líquido, proveyendo así un recipiente cargado sin
la excesiva pérdida de dicho segundo líquido por rebo-
samiento, vaporización y espumación.

485 2). Procedimiento según la reivindicación 1) ca-
racterizado por el hecho de que la formación "in situ" de
dicha barrera es obtenida poniendo la superficie superior
de dicho primer líquido en contacto con un medio de conge-
lación líquido de un peso específico inferior al de dicho
490 primer líquido, y de una temperatura considerablemente in-
ferior a dicho punto de congelación, congelando así dicha

348963

22



superficie superior y formando dicha barrera.

495 3). Procedimiento según la reivindicación 2), caracterizado por el hecho de que dicho primer líquido es previamente enfriado a una temperatura ligeramente superior a su punto de congelación y de que dicho medio líquido de congelación es un gas licuado a su punto de ebullición o cerca del mismo, siendo dicho punto de ebullición considerablemente inferior al de dicho punto de congelación.

500 4). Procedimiento según la reivindicación 3), caracterizado por el hecho de que, después de concluirse dicha carga, el contenido de dicho recipiente es aislado herméticamente de la atmósfera cuando menos transitoriamente y de que la barrera formada congelando la superficie superior de dicho primer líquido es fundida, encontrándose dicho punto de congelación de dicho primer líquido inferior a cerca de 21.12 C.

510 5). Procedimiento para cargar un recipiente lleno parcialmente de un primer líquido, según el cual un segundo líquido de bajo punto de ebullición es añadido sin pérdida apreciable alguna por vaporización, rebosamiento y espumación, caracterizado por comprender las fases de :

515 (a) poner la superficie superior de dicho primer líquido en contacto con un medio de congelación líquido y volátil de una temperatura muy inferior a la de dicho primer líquido, congelando así dicha superficie superior en una barrera relativamente delgada y esencialmente sólida, frangible y fusible;

520 (b) introducir dicho segundo líquido por el lado superior de dicha barrera, teniendo dicho segundo líquido un punto de ebullición inferior al punto de congelación de dicho primer líquido;

(c) aislar herméticamente los contenidos de dicho recipiente,



525 cuando menos de manera transitoria, de toda comunicación con la atmósfera.

530 6). Procedimiento según la reivindicación 5), caracterizado por el hecho de que dicho medio líquido de congelación es un gas licuado de baja viscosidad a una temperatura próxima a su punto de ebullición atmosférica, propagándose rápidamente dicho gas licuado de baja viscosidad, sobre la superficie superior de dicho primer líquido y volatilizándose rápidamente al congelarse dicha superficie superior, expeliendo así el aire fuera de dicho recipiente.

535 7). Procedimiento según la reivindicación 5), caracterizado por el hecho de que dicha barrera es fundida después del cierre hermético de dicho recipiente, permitiendo así un pleno contacto, sin pérdidas, entre el primero y el segundo de dichos líquidos.

540 8). Procedimiento según la reivindicación 7), caracterizado por el hecho de que dicho primer líquido contiene agua en cantidad importante y es mantenido a una temperatura comprendida entre aproximadamente 0'6° C. y 4'5° C. antes de la introducción de dichos medios líquidos de congelación, estando constituido dicho medio líquido de congelación por un gas licuado elegido en el grupo compuesto por el nitrógeno, hidrógeno, helio, aire, gas natural, alcanos inferiores, alquenos y alquinos, y mezclas de los mismos.

550 9). Procedimiento según la reivindicación 8), caracterizado por el hecho de que dicha agua es un componente de un sistema líquido elegido en el grupo constituido por una solución acuosa, una emulsión y un sólido coloidal en suspensión, y de que dicho medio líquido de congelación es nitrógeno.

555 10). Procedimiento para cargar y cerrar herméticamente un recipiente distribuidor de aerosoles de manera eco-

348963



nómica y eficiente, caracterizado por el hecho de que dicho distribuidor tiene que ser cargado con un propulsante de bajo punto de ebullición en estado líquido, y por comprender las operaciones de :

- 560 (a) cargar dicho distribuidor abierto de un primer líquido, siendo esencialmente dicho líquido el material que hay que distribuir;
- (b) poner la superficie superior de dicho primer líquido en contacto con un medio líquido de congelación de una temperatura notablemente inferior al punto de congelación de dicho primer líquido, y de un peso específico inferior al de dicho primer líquido, que es un gas licuado elegido en el grupo constituido por el nitrógeno, hidrógeno, helio, aire, gas natural, alcanos inferiores, alquenos y alquinos y las mezclas de los mismos, congelando así dicha superficie superior en una barrera transitoria y destructible.
- 565
- 570 (c) cargar dicho propulsante en estado líquido sobre el lado superior de dicha barrera, teniendo dicho propulsante un punto de ebullición inferior al punto de ebullición de dicho primer líquido.
- 575 (d) colocar en posición un medio de cierre y de distribución sobre la abertura de dicho recipiente abierto, y realizar su cierre hermético.

580 11). Procedimiento según la reivindicación 10), caracterizado por el hecho de que dicho primer líquido es enfriado preliminarmente a una temperatura superior en aproximadamente $-17^{\circ}2^{\circ}$ y $-12^{\circ}2^{\circ}$ C. al de su punto de congelación antes de dicho contacto con dicho medio líquido de congelación, siendo dicho medio líquido de congelación un gas licuado a una temperatura próxima a su punto de ebullición y con-

585

348963



siderablemente inferior a dicho punto de congelación dicho punto de ebullición.

590 12). Procedimiento según la reivindicación 11),
caracterizado por el hecho de que dicho primer líquido con-
tiene agua en cantidad importante, siendo nitrógeno dicho
medio líquido de congelación, fundiéndose dicha capa frangi-
ble después de dicho cierre hermético, lo que permite un ple-
no contacto entre dichos primero y segundo líquidos.

595 13). Procedimiento según la reivindicación 10),
caracterizado por el hecho de que dicha barrera destructible
es una capa delgada y frangible, de que dichos medios de cie-
rre hermético y de distribución comprenden un medio provisto
de tubo de inmersión que puede llegar a proximidad del fondo
600 de dicho distribuidor, perforándose la capa frangible des-
pués de la carga de dicho propulsante, permitiendo así que
dicho tubo de inmersión llegue hasta cerca del fondo de di-
cho distribuidor, mientras se colocan al propio tiempo en po-
sición dichos medios de cierre hermético y de distribución.

605 14). Procedimiento según la reivindicación 10),
caracterizado por el hecho de que dichos medios de cierre
hermético y de distribución comprenden un tubo de inmersión
susceptible de extenderse hasta cerca del fondo del distri-
buidor, manteniéndose dichos medios de cierre hermético y de
610 distribución algo encima de la abertura sin cerrar del dis-
tribuidor mientras se introduce dicho tubo de inmersión en
dicho primer líquido durante las operaciones de carga y de
congelación, introduciéndose el tubo de inmersión hasta cer-
ca del fondo de dicho distribuidor mientras se colocan en po-
615 sición dichos medios de cierre y de distribución.

15). Procedimiento para cargar un recipiente con
una pluralidad de líquidos, según el cual un líquido tiene



que ser mantenido transitoriamente separado de uno o más otros líquidos, caracterizado por comprender :

- 620 (a) cargar un recipiente con un líquido que tiene que ser mantenido separado de los otros,
- (b) mantener en contacto y congelar la entera superficie superior de dicho líquido con un medio de congelación líquido muy frío, de un peso específico inferior al de dicho líquido cargado, formando así "in situ" una barrera antimezcla transitoria, destructible y esencialmente sólida,
- 625 (c) cargar el resto de dichos otros líquidos sobre la superficie superior de dicha barrera antimezcla,
- 630 (d) cerrar herméticamente el contenido de dicho recipiente con respecto a la atmósfera,
- (e) fundir dicha barrera antimezcla, permitiendo así mezclar con los otros dicho primer líquido.

16). Procedimiento para la carga de un recipiente, caracterizado por comprender :

- 635 (a) introducir un primer líquido congelable en dicho recipiente;
- (b) poner la superficie superior de dicho primer líquido en contacto con un segundo líquido muy frío y altamente volátil, de un peso específico inferior a dicho primer líquido y suficientemente frío para reducir a una temperatura muy baja la temperatura de la superficie superior de la barrera;
- 640 (c) introducir sobre la superficie superior de dicha barrera un tercer líquido de un punto de ebullición inferior al punto de ebullición de dicho primer líquido y no notablemente superior a la temperatura de la superficie superior de dicha barrera.
- 645

17). Procedimiento de la reivindicación 16), carac-

348963₂



650 terizado por el hecho de ser nitrógeno dicho segundo líquido.

18). "PROCEDIMIENTO PARA LLENAR RECIPIENTES DE AEROSOL Y SIMILARES".

Todo según queda expuesto en la presente Memoria, que consta de veintitres hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara, y una hoja de dibujos que con la misma se acompaña.

MADRID, 5 de Enero de 1.968.

P. A.
Modesto Polo
P. P.

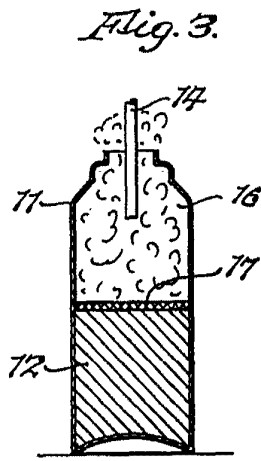
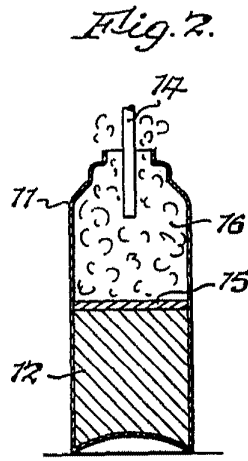
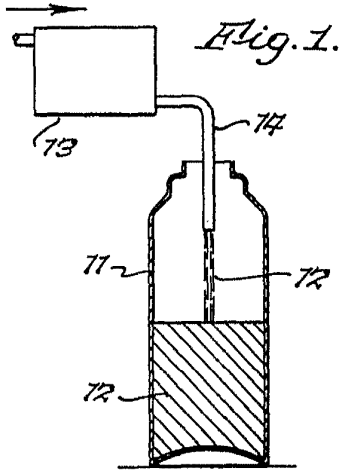


Fig. 4.

Fig. 5.

Fig. 6.

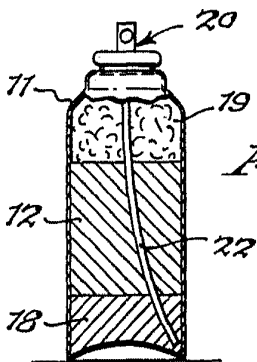
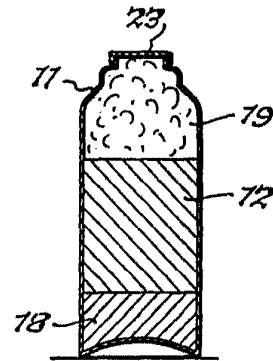
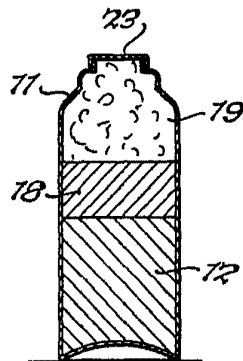
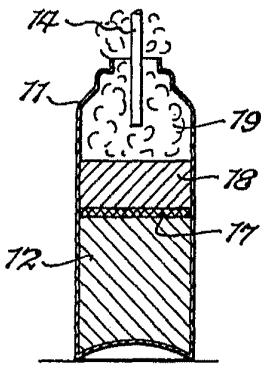


Fig. 8.



Madrid, 5 ENE 1968

Modesto Polo
P. P.

ESCALA VARIABLE.