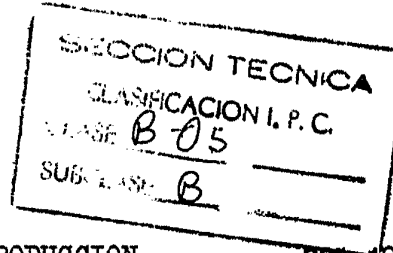


374078



1970

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INTRODUCCION por 10 años

a nombre de UNION CARBIDE CORPORATION

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 270 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América

por: "UN SISTEMA DE AEROSOL AUTOPROPULSOR, DE TRES FASES"

(Clase Internacional B05C)



1 1970

La presente invención se refiere a un sistema aerosol de polvo autpropulsado para uso en un recipiente sometido a presión adaptado para suministrar una pulverización seca del polvo en una corriente de un gas propelente prácticamente exenta de líquido.

5

Los recipientes de tipo aerosol han alcanzado una enorme popularidad como medios para administrar un producto fluidizado. Por ejemplo, productos tales como insecticidas, composiciones agrícolas, anti-transpirantes, polvos corporales y polvos medicinales, se utilizan en gran escala de tal manera. Las posibles aplicaciones a las que podría aplicarse un sistema aerosol son virtualmente innumerables. Normalmente, los sistemas más comunes utilizan un gas propelente en mezcla con un líquido. Cuando el material administrado sale del recipiente del aerosol en forma líquida, no se tropieza con problema alguno. Una tal carga del recipiente toma usualmente la forma de una mezcla constituida por el líquido dispersado, y un propelente adecuado. Análogamente, cuando se trata de administrar un producto en polvo, puede emplearse el tipo de mezcla en forma de papilla, pero sólo en grado limitado.

10

15

20

Operativamente, la administración de un polvo seco en la primera de las maneras arriba indicadas lleva consigo varios problemas. El fundamental entre dichos problemas es la obstrucción de la válvula del recipiente. Asimismo, la aglomeración del polvo tanto en el recipiente como en las partes de la válvula tiende a reducir el valor de este medio de administración. Por otra parte, hay ejemplos en los que incluso partículas minúsculas del propelente en fase líquida serían indeseables en la corriente ad-

25

30



ministrada. Por ejemplo, en el tratamiento de alimentos o de heridas abiertas con un polvo aerosol, la presencia de líquido sería prohibitiva.

5 La industria ha intentado de muchas maneras resolver estos problemas e idear medios para administrar satisfactoriamente un polvo. Entre estos medios se encuentra un control más riguroso de las partículas de polvo. Otro dispositivo adicional a que ha recurrido la industria consiste en poner a punto recipientes construídos especial-
10 mente, o bombas de aerosol, como se les denomina con frecuencia, en los cuales el material en polvo y el líquido propelente están almacenados por separado antes de la activación de la válvula de control.

15 Se apreciará fácilmente que, dado que una gran parte del valor de un sistema de aerosol reside en el coste del recipiente, cualquier factor que aumente dicho coste carece económicamente de valor práctico.

20 Por consiguiente, es un objeto principal de la invención proporcionar un sistema aerosol auto-propulsado para uso en un recipiente de presión, sistema que contiene una pequeña porción de un propelente de gas licuable, y una porción principal de un material en polvo que debe ser administrado desde el recipiente en condiciones secas en una corriente gaseosa prácticamente exenta de líquido.

25 Un objeto adicional es proporcionar un sistema aerosol auto-propulsado para uso en un recipiente de presión, sistema que comprende un gas propelente constituido por un hidrocarburo fluorado licuado, y una composición de polvo constituida por un polvo activo que ha de administrarse por medio del recipiente, y un vehículo absorbente
30



17 6 ENE 1970

de gases, reteniendo este último al menos una parte del gas propulente en el estado líquido.

5 Otro objeto adicional es proporcionar un polvo aerosol auto-propulsado del tipo descrito en el que el polvo activo comprende la mayor parte de la composición, conteniendo dicho polvo el gas propulente licuado en estado absorbido. Es también un objeto proporcionar un sistema aerosol del tipo descrito, que exhibe un alto grado de eficiencia en términos de la cantidad de polvo administrada con relación a la cantidad de gas propulente empleada.

10 En resumen, el sistema de aerosol auto-propulsado considerado por la presente invención comprende un sistema trifásico que incluye una fase de vapor y una composición de polvo homogénea que fluye libremente, conteniendo la última un propulente vaporizable. La composición de polvo, que constituye la parte principal del sistema, proporciona la fase que sirve de soporte. Esta composición de polvo está constituida por partículas del material a administrar desde el recipiente, y medios para mantener el propulente licuado a la presión de vaporización de dicho propulente a la temperatura ambiente del sistema sometido a presión.

15 Los presentes sistemas de polvo auto-propulsados se distinguen fácilmente de los sistemas en estado de papilla previamente mencionados, y presentan ventajas por muchas razones comparados con ellos. En dichos sistemas de papilla, el propulente líquido constituye la fase soportante, mientras que en un sistema de polvo es el propio polvo la fase soportante. El sistema al que se hace

374078



referencia aquí, y con vistas a la claridad en la descripción subsiguiente, se caracteriza por el hecho de que el ingrediente que define la fase soportante de la composición puede añadirse a la misma sin cambiar o causar una inversión en el sistema global de una fase a otra. Por ejemplo, se experimenta una inversión de fase cuando por virtud de la adición de un cierto ingrediente el sistema cambia del estado de polvo al estado de papilla, o viceversa.

5

Debe entenderse que el término "polvo" o "polvo activo", tal como se emplea en la descripción, incluye una gran variedad de materias. Por ejemplo, las composiciones de polvo se componen normalmente de varios ingredientes, cada uno de los cuales sirve para un fin particular, tales como agentes de carga, aromatizantes, odorizantes, agentes tensoactivos, antisépticos y análogos.

10

15

Si bien el presente sistema de aerosol puede modificarse para adaptarse a numerosas realizaciones, fundamentalmente se proporciona un polvo auto-propulsado que puede cargarse en un recipiente de aerosol para administrar una pulverización de dicho polvo en una corriente exenta de líquido del propelente vaporizado. Se ha encontrado que el sistema es altamente económico en términos de cantidad de materia activa administrada con relación a la cantidad de propelente empleada. En un caso, por ejemplo, se encontró que prácticamente toda la carga de un recipiente aerosol se administraba satisfactoriamente cuando dicha carga estaba constituida aproximadamente por un 90% en peso de polvo activo y 10% en peso de propelente líquido.

20

25

30

374078

16ENE



Idealmente, el polvo administrado sería el ingrediente activo de la mezcla; no obstante, esto es cierto sólo si dicho ingrediente activo es capaz de retener en estado absorbido el volumen requerido de propelente. En cambio, cuando éste no es el caso, y el polvo activo puede sólo absorber escasamente el propelente, en la mezcla del aerosol se incluye un medio adicional como soporte del propelente. Entre numerosos soportes que se ha encontrado poseen la cualidad absorbente requerida, están comprendidos materiales tales como sílice amorfa, silicatos cristalinos, e incluso metales tales como aluminio en polvo.

Las mezclas de polvo que pueden administrarse por el presente sistema comprenden, como se ha mencionado antes, una gran diversidad. Sin embargo, para lograr un sistema compatible, se requieren ciertas características. En primer lugar, la composición de polvo tiene que ser capaz de retener en estado absorbido o adsorbido la totalidad del propelente licuado necesario para administrar la carga del recipiente. El tamaño de partícula o de malla del polvo no impone limitación estricta alguna en cuanto a la operabilidad del sistema, excepto lo impuesto por la estructura de la válvula del recipiente aerosol. A este respecto, se ha encontrado que un tamaño de polvo deseable es menor de 595 micras aproximadamente, y usualmente menor de 149 micras.

Asimismo, puesto que la composición de aerosol tal como se encuentra en el recipiente debe constituir un sistema de tres fases, el polvo ha de ser insoluble en el propelente líquido empleado. Estos propelentes, hablando



16 ENE 1970

en términos amplios, incluyen hidrocarburos, hidrocarburos fluorados, y otros gases licuables a la temperatura ambiente. Algunos propelentes específicos incluyen dióxido de carbono licuado, hidrocarburos C₂ a C₅ licuados, dióxido de azufre, tricloromonofluormetano (Ucon 11), monoclorodifluormetano (Ucon 22), y azeótropos de diclorodifluormetano y difluoretano.

5

El propelente preferido empleado en el presente nuevo sistema puede ser uno de los fluidos normalmente asociados con dispositivos de aerosoles o una mezcla de cualquiera de dichos fluidos. Con objeto de funcionar correctamente, el propelente debe tener un punto de ebullición relativamente bajo para poder ser vaporizable a partir del polvo absorbente al ser activada la válvula del recipiente. Ejemplos de propelentes que son preferidos para el propósito de esta invención son diclorodifluormetano (Ucon 12) y diclorotetrafluoretano (Ucon 114).

10

15

Para el recipiente de aerosol metálico ordinario, la carga de presión interna ocasionada por la vaporización del propelente está comprendida en general entre 0,7 y 4,9 kg/cm² manométricos. En cambio, para recipientes más pesados, los cuales son capaces de soportar mayores presiones, pueden utilizarse propelentes que hierven a temperatura más baja. Se ha encontrado que cuando el propelente es Ucon 12, puede esperarse una presión de vapor en el recipiente de 4,9 kg/cm² manométricos aproximadamente, a 21°C. Cuando se desea una presión menor, una mezcla preferida de propelentes tales como Ucon 11 ó Ucon 114 con Ucon 12 rebajará la presión generalmente en proporción a la cantidad de dichos propelentes en la mezcla.

20

25

30

374078



Cuando el propelente no es totalmente adsorbido o absorbido por el polvo activo, puede añadirse a la mezcla un soporte o polvo secundario inactivo que absorba o adsorba el propelente. Este polvo secundario últimamente citado puede ser un ingrediente totalmente inactivo en la composición de polvo y deberá, por consiguiente, mantenerse en una cantidad mínima a fin de no reducir la efectividad del sistema global. En los casos en que el ingrediente activo de la composición sea sólo ligeramente, si acaso, absorbente o adsorbente del propelente, el polvo secundario habrá de retener la totalidad de la carga de propelente.

Se han encontrado varios materiales soporte inactivos que retienen eficazmente cantidades importantes del propelente, sea por adsorción o por absorción. Para la presente aplicación, y con objeto de mantener el carácter de flidez libre del polvo, el propelente licuado deberá estar completamente contenido en el sistema, de tal modo que el polvo sea la fase soportante y se evite una mezcla de tipo papilla.

Los datos que se presentan en la Tabla I ilustran sobre una base de comparación las características de adsorción de varios polvos. Estos, con respecto a Ucon 12, son materiales que no sólo se diferencian químicamente, sino que son amorfos, cristalinos y metálicos, y se eligen también por el grado de superficies expuestas en términos de metros cuadrados por gramo. Como se indica en la tabla, el Cabosil pulverizado (sílice amorfa) puede absorber hasta aproximadamente 85 ó 90% de Ucon 12 antes de que se produzca la inversión consistente en que el polvo deja de



fluir libremente y comienza a aglutinarse. Análogamente, con la sílice Núm. 22, se absorberá aproximadamente un 25% de propelente antes de que se produzca la aglutinación. Así pues, puede verse que para cualquier sistema aerosol auto-propulsado particular, puede elegirse el polvo inactivo o soporte para suplementar la función del ingrediente activo.

5

Los ejemplos que siguen servirán para ilustrar el sistema auto-propulsado descrito cuando se incorpora en mezclas de polvo particulares.

10

TABLA I

Características Exhibidas por Diversos Polvos en la Absorción o Adsorción de Ucon 12 a 21°C y 4,9 kg/cm² manométricos

15

Polvo	Porcentaje en Peso de Líquido Adsorbido Antes de que el Polvo Comience a Aglutinarse
Cabosil (> 99% de sílice amorfa ahumada; tamaño de partícula 0,011 micras; superficie específica 160 m ² /g)	90
Sílice Núm. 22 (99,5% de sílice amorfa; 92-95% de partículas que pasan a través del tamiz de 44 micras; superficie específica, 2,7 m ² /g)	25
Attasorb L.V.M. (silicato de Al y Mg hidratado; tratado en caliente para eliminar las materias volátiles; tamaño de partícula, 5 micras o inferior; superficie específica 125 m ² /g)	65
Bicarbonato Sódico (Cristalino), 0,2 m ² /g ..	20
Aluminio (Polvo), 6,5 m ² /g	50

20

25

30

14.1.70

374078



18ENE

5 Se preparó un sistema de aerosol de ensayo que
 contenía como ingrediente activo una proporción importan-
 te de Eveready Rose and Floral Dust, un polvo insecticida.
 Se entremezcló con el polvo activo un agente fluidizante,
 Microcel B (silicato cálcico), estando presente dicho
 agente en una proporción de aproximadamente 5% en peso re-
 ferido al polvo activo. En esta mezcla homogénea de polvo,
 se inyectó aproximadamente un 10% en peso de Ucon 12 lí-
 quido.

10 Se realizaron una serie de ensayos de una mane-
 ra similar a la arriba descrita; en estos ensayos, se
 dejaron salir de un recipiente cantidades variables de
 la carga, después de lo cual se analizó el residuo que
 quedaba en el recipiente para determinar las proporciones
 15 relativas de polvo a propelente. Se encontró en todos los
 casos que el polvo residual contenía una cantidad de pro-
 pelente aproximadamente proporcional a la relación de car-
 ga inicial. Es decir, que si el polvo contenía original-
 mente aproximadamente un 10% en peso de Ucon 12, el resi-
 20 duo contenía también aproximadamente 10% en peso del gas.
 Estos resultados se ilustran claramente en la Tabla II y
 comprueban el hecho de que el propelente estaba absorbido
 o adsorbido realmente en la carga de polvo, proporcionando
 así al polvo características de auto-propulsión.

25 Los polvos autopropulsados considerados por la
 presente invención pueden administrarse mediante un gran
 número de recipientes de tipo de aerosol conocidos ya en
 la técnica. Estos recipientes se accionan normalmente por
 medio de una válvula mandada por un botón pulsador para
 30 dejar salir el contenido del recipiente en una corriente



fluida. Normalmente, la carga del recipiente se introduce por una abertura en el extremo superior, la cual acomoda también la válvula.

5

TABLA II

Demostración del Carácter Auto-Propulsor del Polvo

Ingrediente	Carga Inicial (% en peso)	Carga Final de Producto Residual, porcentaje			
		Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4
"Eveready Rose and Floral Dust" con 5% de Microcel B). . .	90	90	91	92	90
Propelente, Ucon 12.10	10	10	9	8	10

15

20

25

30

Cuando la carga es un polvo auto-propulsado del tipo que se describe aquí, hay varios métodos para llenar un recipiente. En un método preferido, una cantidad determinada del material en polvo se dosifica en el recipiente. Después de ello, se añade una cantidad determinada del propelente líquido, bajo presión y/o enfriado, encontrándose el último, como se ha descrito previamente, en una cantidad tal que se adsorba o absorba fácilmente en el polvo, tanto si este último es un ingrediente activo de la carga como si es simplemente un agente soporte. Esta operación de llenado puede llevarse a cabo a una temperatura más baja a fin de mantener el propelente en condiciones líquidas y de impedir cualquier vaporización importan-

14.1.70

374078



te antes de que se cierre herméticamente el recipiente.

5 Un método alternativo para cargar un recipiente consiste en introducir en primer lugar en el recipiente el material en polvo e inyectar después de ello el propelente en forma de un gel constituido por el propelente líquido junto con un agente gelificador adecuado. El último se puede añadir fácilmente a la carga de polvo, en la cual, después de agitar, formará la carga del recipiente auto-propulsada deseada. En cualquier caso, es conveniente permitir que la composición permanezca en reposo 10 durante un cierto período de tiempo, a fin de que el propelente pueda llegar a dispersarse más a fondo por toda la carga de polvo.

15 Por la descripción que antecede, se ve fácilmente que el nuevo sistema de aerosol en polvo auto-propulsado posee muchas ventajas. Los campos de operación que habían requerido previamente una pulverización constituida por un polvo totalmente seco, pueden emplear ahora el presente sistema sin riesgo de contaminación o perjuicios debidos a la presencia de líquidos indeseables. Asimismo, 20 se ha demostrado que se consiguen eficiencias comprendidas entre 90 y 98%, por lo que se logra el beneficio máximo del polvo administrado.

25 Para ilustrar adicionalmente la invención, se prepararon mezclas auto-propulsadas utilizando las siguientes composiciones:

30

14.1.70

374078



Polvo agrícola: Porcentaje en Peso
 "Eveready Rose Lust" (con 5% en peso
 de Microcel B). 90

		Porcentaje
5	Malthion (O-O-dimetil ditiofosfato de dietil mercaptosuccinato.	5,00
	Coptan (N-triclorometilmercapto- -4-ciclohexeno-1:2-dicarboximida)..	7,5
10	Dinitro-1-(metil heptil) fenil cro- tonato).	0,90
	Otros derivados nitrogenados, prin- cipalmente dinitro (1-metil hep- til) fenol	0,10
15	Azufre (93% como mínimo pasado por el tamiz de 44 micras de abertura). .	15,00
	Diluyentes típicos (tales como tal- cos, pirofilitas, tierras de dia- tomeas, agentes tensoactivos).	71,50
	Ucon 12.	10
20	Total	100

Polvo medicinal (polvo para los piés):

	Talco Núm. 7.	87,55
	Estearato de zinc	1,75
25	Diclorofeno.	0,70
	Fropelente Ucon (mezcla 12/11 en proporciones 50/50).	10,00
	Total	100,00

14.1.70



Polvo insecticida:

16 ENERO 1970

1-raftol-N-metil carbamato.	90
Propelente Ucon (mezcla 12/11 en proporcio- nes 50/50).	10

5

Total	<u>100</u>
-----------------	------------

10 Se ha encontrado que puede emplearse isobutano como propelente en lugar del producto Ucon. En tal caso, puede añadirse el isobutano en cantidades aproximadamente mitad de las requeridas por las propelentes Ucon. Asimismo, entre las combinaciones ensayadas satisfactoriamente, se ha encontrado que una corriente de alumini pulverizado puede administrarse a una superficie que haya de recubrirse, en una corriente de dióxido de azufre gaseoso.

15

Debe entenderse que ciertas mejoras y modificaciones pueden hacerse en la invención por los expertos en la técnica, sin apartarse del espíritu y alcance de la invención.

REIVINDICACIONES

20

Los puntos de invención, propia no nueva, pero no practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Introducción en España, por DIEZ años, son los siguientes:

25

1.- Un sistema de aerosol autopropulsor, de tres fases, para eyectar una corriente de un polvo activo, sus-

14.1.70



5 tancialmente libre de líquido, de un recipiente a presión
para el mismo, cuyo sistema comprende una composición de
polvo de libre fluencia, a eyectar del recipiente, estan-
do constituido, al menos un componente de dicha composi-
ción, por partículas de un material absorbente de propul-
sor, líquido, y un propulsor líquido vaporizable, una
porción de cuyo propulsor es mantenida en dicho material
absorbente bajo la presión de vapor de dicho propulsor
que existe normalmente dentro del recipiente a la tempe-
10 ratura ambiente; siendo dicho propulsor vaporizable por
reducción de la presión que existe normalmente dentro del
recipiente.

15 2.- Un sistema de aerosol de autopropulsión, de
tres fases, para entregar una corriente de un polvo ac-
tivo, sustancialmente libre de líquido, de un recipiente
a presión para el mismo, cuyo sistema comprende una com-
posición de polvo de libre fluencia, que incluye el ingre-
diente de polvo activo a suministrar, siendo dicho ingre-
diente activo sólo escasamente soluble en un propulsor va-
20 porizable, siendo un segundo ingrediente de dicha composi-
ción altamente absorbente del propulsor vaporizable, y
siendo el propulsor vaporizable mantenido en un estado ab-
sorbido por dicha composición de polvo, bajo la presión de
vapor de dicho propulsor normalmente existente en el reci-
25 piente a la temperatura ambiente, estando dicho propulsor
presente en la composición en suficiente cantidad para des-
cargar sustancialmente todo el polvo activo del recipien-
te.

30 3.- Un sistema de aerosol autopropulsor, de tres
fases, para eyectar una corriente de un polvo activo sustan



1 1970

5 cialmente libre de líquido de un recipiente a presión para el mismo, cuyo sistema comprende una composición en polvo, de libre fluencia, a eyectar del recipiente, estando constituido, al menos un componente de dicha composición, por partículas de un material absorbente de propulsor, líquido, y un propulsor vaporizable seleccionado del grupo que consiste en un fluorocarbono, un hidrocarburo de C₂ a C₅, dióxido de carbono y dióxido de azufre, una porción de cuyo propulsor es mantenida en dicho material absorbente, bajo la presión de vapor de dicho propulsor que existe normalmente dentro del recipiente a la temperatura ambiente; siendo dicho propulsor vaporizable por reducción de la presión que existe normalmente dentro del recipiente, y siendo tal la relación de dicho propulsor a dicha composición en polvo, que la citada composición en polvo permanece en todo momento con libre fluencia.

15 4.- El sistema según la reivindicación 3, en el cual el propulsor vaporizable es tricloromonofluorometano.

20 5.- El sistema según la reivindicación 3, en el cual el propulsor vaporizable es diclorodifluorometano.

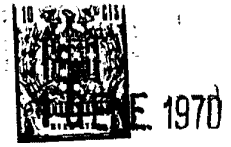
6.- El sistema según la reivindicación 3, en el cual el propulsor vaporizable es monoclorodifluorometano.

25 7.- El sistema según la reivindicación 3, en el cual el propulsor vaporizable es diclorotetrafluoroetano.

8.- Un sistema de aerosol autopropulsor, de tres fases

30

374078



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 ENE. 1970

P.A. Alberto de Elizaburu
For Forer *Arta*

14.1.70

BDG/.

374078