

405218

13



P.- 51.529

67-005 CIP II Spain

405208

Int. Cl.: B29D

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de BRISTOL-MYERS COMPANY

entidad norteamericana

con domicilio en 345 Park Avenue, Nueva York, N.Y.,  
Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA FORMAR UNA ESTRUCTURA ESPU-  
MADA"

(Clase Internacional B29f, B05c)

9.1.73

- 1 -

405218



Esta solicitud que corresponde a una divisional de la solicitud de EE.UU. Serial número 797.257, presentada el 6 de Febrero de 1.969, ahora abandonada, y de la solicitud de EE.UU. Serial número 5.150 presentada el 22 de Enero de 1.970.

Un agente propulsor es definido por la Chemical Specialties Manufacturers' Association como un gas licuado con una presión de vapor mayor que la presión atmosférica a una temperatura de 41°C. Una gran cantidad de compuestos orgánicos cae dentro de esta categoría, algunos de los cuales son hidrocarburos, pero la mayor parte de ellos son hidrocarburos halogenados que tienen uno o dos átomos de carbono, y uno o más átomos de cloro, flúor o bromo. Frecuentemente, diferentes halógenos entran como sustituyentes en la misma molécula para comunicar la presión de vapor deseada.

Debido a su alta volatilidad, los agentes propulsores han sido utilizados como agentes formadores de poros en la producción de espumas de plástico durante muchos años. Los agentes propulsores son solubles en muchas resinas sintéticas, y de modo correspondiente pueden ser absorbidos en la resina sólida, que deseablemente se encuentra en forma de partículas, después de lo cual la resina que contiene el agente propulsor absorbido es sometida a calor y a presión. El agente propulsor se evapora, y se forma una estructura

30.7.72

de espuma de celdas cerradas. La patente de los Estados Unidos número 3.335.101 muestra la aplicación de este proceso a la producción de espumas de polietileno clorado. Las patentes de los Estados Unidos números 2.387.730, 2.948.665 y 3.351.569 producen espuma de polietileno y polipropileno de esta manera, la patente de los Estados Unidos número 3.160.688 produce espuma de poliestireno, la patente de los Estados Unidos número 3.352.802 produce espuma de poli(cloruro de vinilo), la patente de los Estados Unidos número 3.253.967 produce espuma de polioximetileno, y la patente de los Estados Unidos número 3.310.617 produce espuma de una variedad de resinas termoplásticas por un procedimiento similar pero modificado, proyectado para asegurar que el agente propulsor sea disuelto o dispersado de manera uniforme en la resina fundida, de manera que se superen y solventen los problemas de mezclado deficiente de los métodos anteriores.

En estos métodos las cantidades de agentes propulsores utilizadas son bastante pequeñas, ya que sólo pequeñas cantidades del agente propulsor pueden ser absorbidas en la resina sólida, y la resina es fundida, para facilitar el espumado de la estructura cuando el agente propulsor se volatiliza "in situ" para formar las celdas. Luego la resina es dejada solidificar antes de que la estructura se pueda aplastar, para conservar la estructura espumada.

Randa, en la patente de los Estados Unidos número

405218



3.072.583 concedida el 8 de Enero de 1.963, prepara artícu  
los espumados extruyendo una resina perfluorocarbonada en  
forma fundida, que contiene de 0,1% a 5% en peso de fluoro  
metano. El fluorometano se disuelve en la resina a la presi  
5 sión atmosférica y a la temperatura ambiente, y es volati  
lizado bajo las condiciones de extrusión para producir una  
estructura espumada. Este método es útil para recubrir alam  
bre con un recubrimiento espumado.

Raley y Skochdopole, en la patente de los Estados  
10 Unidos número 3.379.802, concedida el 23 de Abril de 1.968,  
describen un procedimiento similar para mezclas de políme  
ros de olefinas alifáticas, y la patente de los Estados Uni  
dos número 3.067.147 produce polietileno celular utilizando  
1,2-dicloro-1,1,2,2-tetrafluoroetano.

15 Se ha propuesto también la preparación de fibras  
ultramicrocelulares con la ayuda de agentes propulsores.  
Blades y White, en las patentes de los Estados Unidos núme  
ros 3.227.664 y 3.227.784, concedidas el 4 de Enero de 1.966,  
describen para este fin un procedimiento de extrusión con  
20 evaporación súbita. Se obtienen estructuras configuradas ul  
tramicrocelulares y flexibles a partir de polímeros crista  
linos orgánicos sintéticos calentando una mezcla confinada  
del polímero más al menos un líquido activador a una tempe  
ratura y una presión a las que se forma una solución homogé  
25 nea, siendo la temperatura mayor que el punto de ebullición

405218



normal del líquido. Luego la solución es extruida de modo abrupto a una zona de presión y temperatura sustancialmente menores bajo condiciones tales que existe un gran número de núcleos de burbujas en el orificio de extrusión. La evaporación del líquido activador enfría con rapidez la solución a la temperatura a la que precipita el polímero y se congela o solidifica a la orientación de polímero producida en el procedimiento de extrusión rápida y de expansión.

10 Los líquidos activadores deben cumplir un cierto número de exigencias, una de las cuales, la más digna de mención, es que el líquido deberá disolver menos de 1% del material polímero a o por debajo de su punto de ebullición. En otras palabras, este líquido es un no disolvente para el

15 polímero a o por debajo de su punto de ebullición, pero es un disolvente para el polímero bajo las condiciones de extrusión. Para proporcionar núcleos de burbujas en el momento de la extrusión, se puede incorporar en la solución de polímero un agente sólido en partículas formador de núcleos.

20 El aerogel de sílice es un agente formador de núcleos apropiado. El resultado de ello es una estructura que tiene celdas cerradas extremadamente pequeñas. Modificaciones de este procedimiento se describen en las patentes de los Estados Unidos números 3.081.519 de Blades y otros, de fecha 19 de

25 Marzo de 1.963, números 3.375.211 y 3.384.531 de Parrish,

30.7.72

405218



de fechas 26 de Marzo de 1.968 y 21 de Mayo de 1.968 respectivamente, número 3.375.212 de Bonner, concedida el 26 de Marzo de 1.968, número 3.461.193 de Gilardi, de fecha 12 de Agosto de 1.969, y número 3.467.744 de Woodell, de fecha 16 de Septiembre de 1.969.

5

Ciertas resinas sintéticas son solubles en agentes propulsores a la temperatura ambiente. Bunting, en la patente de los Estados Unidos número 2.716.637, concedida en 1.955, especificó que cuando dichas soluciones son volatilizadas con rapidez se obtienen finas burbujas de resina plástica, que inicialmente retienen suficiente cantidad de disolvente para poseer una pegajosidad superficial, pero cuando el disolvente continúa escapándose de los glóbulos, éstos forman ampollas y adquieren un aspecto insatisfactorio. Bunting evita este hecho combinando un ácido graso con la solución de agente propulsor y resina, y mantiene el contenido de resina de la solución en un valor bastante bajo, dentro del margen de 5 a aproximadamente 12%. Composiciones similares están descritas por Hochberg y Pellerano, patente de los Estados Unidos número 2.773.855, concedida el 11 de Diciembre de 1.956, y estos autores especifican que las partículas obtenidas tienen la forma de pequeñas semiesferas, huecas o macizas, que oscilan en cuanto a su dimensión mayor entre 1,5 y 6 mm. No se obtienen masas espumadas coherentes.

10

15

20

25

30.7.72

405 218



Gardner, en la patente de los Estados Unidos número 3.419.506, concedida el 31 de Diciembre de 1.968, prepara un recubrimiento de película protectora o vendaje para heridas entregando a partir de un recipiente puesto a presión una composición que comprende un polímero de acetato de vinilo o un polímero de acrilato de alcohol formador de película, de 10 a 50% en peso, basado en los sólidos, de un material de carga finamente dividido, y un agente propulsor, teniendo la solución una viscosidad de al menos 1000 cp a la temperatura ambiente normal. El material de carga inerte debe estar presente con el fin de obtener una aplicación en forma espumada satisfactoria de la resina formadora de película, de acuerdo con Gardner, el material de carga sirve probablemente como un agente formado de núcleos, tal como se describe por parte de Blades y otros en las patentes números 3.227.784 y 3.227.664, y se obtienen películas pegajosas bastante delgadas, de varias centésimas de milímetro de espesor.

De acuerdo con el invento de la solicitud Serial número 5.150 se proporcionan estructuras tales como almohadillas aplicadoras que son formadas a partir de composiciones de agente propulsor que incluyen un polímero sintético formador de película en solución en el agente propulsor. Dichas composiciones, a la temperatura y a la presión atmosféricas, forman estructuras espumadas voluminosas y coheren

405218



rentes compuestas por una matriz del polímero sintético que  
contiene celdas abiertas o cerradas o de ambos tipos a la  
vez, en cualquier proporción deseada. La composición puede  
incluir un aditivo que es depositado en las celdas y/o pa-  
5 redes (es decir la matriz de polímero) de la estructura  
cuando se volatiliza el agente propulsor, y puede exudar a  
partir de la estructura, o puede ser eliminada por exprimi-  
do desde ésta. Así, las estructuras espumadas de este inven-  
to tienen utilidad como almohadillas aplicadoras para una  
10 variedad de materiales, tales como agentes antimicrobianos  
incluyendo bactericidas y fungicidas, cosméticos, detergen-  
tes y otros agentes de limpieza, antibióticos, astringentes,  
y diversos tipos de medicamentos.

Las composiciones de agente propulsor del invento  
15 de la solicitud Serial número 5.150 son también útiles con  
o sin el aditivo para formar estructuras moldeadas, que pue-  
den ser moldeadas en moldes abiertos o cerrados bajo presión  
autógena a la temperatura atmosférica para dar una variedad  
de estructuras espumadas configuradas.

20 El invento de la solicitud Serial número 5.150  
proporciona también un procedimiento para formar estructuras  
espumadas a partir de composiciones de agente propulsor de  
este tipo, que hace posible controlar las proporciones re-  
lativas entre celdas abiertas y celdas cerradas en la es-  
25 tructura resultante.

30.7.72

405218



Las composiciones de agente propulsor de acuerdo con el invento de la solicitud Serial número 5.150 comprenden una resina sintética formadora de películas en solución en un agente propulsor que tiene un punto de ebullición por debajo de 70°C a la presión atmosférica. El aditivo que puede ser dispuesto subsiguientemente en las celdas y/o en las paredes de la estructura espumada puede estar en solución en el agente propulsor, o dispersado en el agente propulsor, o en solución o en dispersión en una fase líquida separada que a su vez está dispersada en la fase de agente propulsor de la composición. Así, las composiciones de agente propulsor de ese invento pueden ser soluciones o emulsiones de agua en aceite en las cuales el agente propulsor es el disolvente en la fase continua y otro líquido o composición líquida o un sólido es dispersado en ella en una fase discontinua. Dado que el agente propulsor hierve a temperaturas por debajo de 70°C, se encuentra desde luego en forma de vapor a la temperatura y a la presión ambiente. Consiguientemente, las composiciones de agente propulsor del invento son almacenadas en recipientes cerrados capaces de resistir la presión del agente propulsor, con el fin de mantener en fase líquida al agente propulsor. Cuando la composición es expulsada del recipiente a la presión atmosférica y a la temperatura atmosférica (ambiente), el agente propulsor es volatilizado rápidamente, y se forma una estructura espuma-

405218



da coherente, con el aditivo en las celdas y/o en las paredes.

5 Se ha determinado de acuerdo con el presente invento que composiciones emulsificadas del tipo de aceite en agua en las cuales el agua es la fase continua, y la solución de polímero sintético en un agente propulsor es la fase discontinua, pueden ser espumadas para producir estructuras porosas que tienen una alta proporción de poros abiertos, si la fase acuosa incluye un agente espumante o agente estabilizador de espuma. Las estructuras porosas comprenden celdas o poros interconectados que se extienden por toda la estructura, y tienen un material que está contenido en los poros de la misma, y que puede ser retirado.

10 Correspondientemente, los componentes esenciales de las emulsiones de aceite en agua del presente invento son una solución acuosa, que comprende un agente espumante o agente estabilizador de espuma, que es la fase acuosa, y una fase oleosa que consiste esencialmente en un polímero disuelto en agente propulsor licuado que es también un agente espumante. Así, las fases acuosa y oleosa son cada una de ellas susceptibles de ser espumadas, y cuando la composición puesta a presión envasada en un recipiente es expulsada a la atmósfera a través de una válvula, el agente propulsor licuado se volatiliza inmediatamente, y convierte en espuma tanto a la fase oleosa como a la fase acuosa, haciendo que es-

30.7.72

405218



tas se expandan y que precipite el polímero, dando como resultado la estructura espumada.

5 Dado que el agente propulsor licuado de las composiciones está presente casi enteramente en la fase oleosa de la emulsión, se puede pensar que la fase oleosa se expandiría necesariamente en una extensión muchísimo mayor que la fase acuosa. Sin embargo, una parte del agente propulsor que se volatiliza, y posiblemente incluso una proporción principal del mismo, sirve también para espumar a la fase  
10 acuosa. Se cree que esto ocurre por el siguiente mecanismo, que sólo se da a título de explicación, ya que no ha sido confirmado por una evidencia experimental inequívoca. La fase oleosa está presente inicialmente en forma de gotitas dispersadas en la fase acuosa. Cuando el agente propulsor  
15 se volatiliza en la fase oleosa para formar una burbuja de gas rodeada por una película de polímero, el gas propulsor situado dentro de la película puede escapar con tanta facilidad desde el exterior de la película hasta dentro de la fase acuosa como desde el interior de la película hasta dentro  
20 de la burbuja de gas. Además, dado que hay una concentración mayor de gas propulsor dentro de la burbuja de gas rodeada por la película de polímero que en la fase acuosa exterior, hay una difusión constante de gas propulsor desde el interior de la burbuja hasta dentro de la fase acuosa.  
25 Estas burbujas de gas propulsor espuman a la fase acuosa.

30.7.72

405218



sa. Si la espuma acuosa es muy estable, el volumen de la espuma de fase acuosa puede muy bien ser mayor que el volumen de espuma de polímero procedente de la fase oleosa de la emulsión. Por otro lado, si la espuma acuosa es bastante inestable, tenderá a aplastarse según se forme, y el volumen de la espuma de plástico puede ser el mayor.

El control de las tendencias relativas a formar espuma y del volumen de espuma de las fases acuosa y oleosa hace posible obtener una estructura espumada resinosa coherente, con fase acuosa en los poros y/o celdas de la misma. Si es demasiado elevada la proporción de volumen de fase acuosa a volumen de espuma acuosa, y/o si la espuma acuosa es demasiado estable, no se obtendrá una estructura espumada coherente. En vez de ello, la resina espumada precipitará o se desintegrará en forma de partículas espumadas. Se obtiene el mismo resultado si el polímero es duro y frágil. Para obtener una estructura espumada coherente, la fase oleosa ha de estar presente en una cantidad suficiente para permitir que el polímero precipitado a partir de las gotitas de fase oleosa dispersada se reuna y forme una masa coherente durante el espumado, y encierre a la fase acuosa dentro de los poros y/o celdas abiertos de la estructura de polímero. Usualmente esto ocurre si el volumen de espuma de la fase oleosa o polímero es aproximadamente igual o hasta tres veces mayor que el volumen de espuma de la fase acuosa.

405218



El polímero propiamente dicho debe ser también blando y coherente, pero un polímero duro puede ser plastificado mediante plastificantes temporales o permanentes para llevarlo a este estado.

5                   No es posible establecer límites exactos y bien definidos para las proporciones entre la fase acuosa y la fase oleosa, dado que también desempeñan un papel el tipo y la cantidad de agente espumante o de agente estabilizador de espuma en la fase acuosa y de agente propulsor (agente espumante) en la fase oleosa. También son factores el tipo de polímero y su grado de plastificación. Conociendo los efectos de estos factores, y tomándolos en consideración con los principios arriba bosquejados, es posible mediante experimentación de tanteo llegar a la proporción apropiada para producir una estructura espumada coherente para cualquier tipo de composición puesta a presión que caiga dentro del invento.

10

15

La estructura espumada que se obtiene puede tener celdas o poros abiertos o cerrados, o de ambos tipos a la vez, en cualquier proporción deseada. La proporción de celdas abiertas a celdas cerradas en la estructura espumada puede ser controlada ajustando la estabilidad de la espuma acuosa y el grado de blandura del polímero, incluyendo el efecto de los plastificantes. Cuanto mayor es la estabilidad de la espuma acuosa y más duro o menos coherente es el

20

25

30.7.72

405218



polímero, tanto más abierta es la estructura. No obstante, si la espuma acuosa es demasiado estable, o el polímero es demasiado duro, puede no producirse una estructura espumada coherente. Por lo tanto, para obtener una estructura espumada coherente, o bien el polímero debe ser ablandado, por ejemplo por adición de más cantidad de plastificante, o se debe reducir la estabilidad de la espuma acuosa. Utilizada como un vendaje para la aplicación local de un medicamento, no necesita tener una elevada resistencia mecánica, y puede ser formada a partir de una composición que produce una espuma acuosa bastante estable y un polímero que está sólo ligeramente plastificado. En este caso, la estructura tendrá una elevada proporción de poros abiertos. Sin embargo, si la estructura se ha de utilizar como una almohadilla aplicadora por frotación firme contra un objeto con la finalidad de efectuar una limpieza, deberá tener una resistencia mecánica considerablemente mayor. Esto requiere frecuentemente una fase acuosa que produzca una espuma menos estable y un polímero más altamente plastificado. En general, si el polímero es demasiado blando o está excesivamente plastificado, la almohadilla tendrá malas propiedades para el frotamiento. La experimentación por tanteo se requiere para determinar la apropiada estabilidad de la espuma acuosa y el apropiado grado de blandura del polímero para la resistencia mecánica necesaria para una aplicación específica. Cuan

30.7.72

405218



to más abierta sea la estructura de poros, más débil será la estructura. Si se desea una elevada resistencia a la tracción, deberá ser mantenida pequeña la proporción de zonas abiertas.

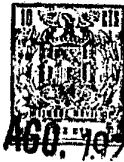
5                   Es ventajoso que la fase acuosa de la emulsión tenga una baja tensión superficial, preferiblemente menor que la tensión superficial crítica para el humedecimiento de la resina, invariablemente menor de 45 dinas por centímetro. Entonces la fase líquida tendrá una mayor tendencia  
10 a extenderse sobre superficies expuestas de la estructura (superficies interiores y exteriores), e interferirá con el restañado de poros rotos, manteniendo abiertos e interconectados a los poros. Si la acción humectante es demasiado baja, el agente propulsor queda encerrado en celdas cerradas, y es demasiado baja la proporción de celdas abiertas.  
15 Si ésta es demasiado alta, no se obtiene una almohadilla coherente, a menos que se restrinja suficientemente el humedecimiento por la estabilidad de la espuma acuosa.

                  Así, la estructura espumada porosa está compuesta  
20 por una matriz de polímero reticulada que comprende las paredes que definen los poros y/o las celdas, y la plasticidad o fragilidad relativa de este polímero determina en un grado considerable la proporción de poros atravesados conectados mediante paredes rotas de celdas. La delgadez de  
25 las paredes es también un factor, pero éste no puede ser

30.7.72

405218

-9



controlado con facilidad, excepto en el grado que depende de la concentración de polímero en la solución de agente propulsor. En general, cuanto más plastificado está el polímero, tanto más gruesas son las paredes de las celdas.

5 Si el plastificante es volátil y huido, la plasticidad puede ser reducida con el tiempo, y las estructuras de pared gruesa se harán más rígidas, y las paredes se romperán cuando la estructura sea comprimida o exprimida, por ejemplo cuando sea utilizada como un aplicador, liberando de

10 este modo cualquier cantidad de material retenido en las celdas.

Correspondientemente, es ventajoso de acuerdo con el invento establecer primero la estabilidad de la espuma y las proporciones relativa de fase acuosa y fase oleosa de

15 un sistema en emulsión dado que produce una estructura espumada coherente de poros abiertos, y luego ajustar la proporción y el tamaño de los poros por control de la plasticidad, aunque sólo sea durante el tiempo requerido para el espumado y poco después de esto utilizando un plastificante

20 volátil. De esta manera puede controlarse la proporción relativa de celdas abiertas, e incluso la etapa en la que serán abiertas las celdas cerradas. Este control se obtiene controlando la cantidad y la clase de plastificante, de manera que se controle tanto el grado de plastificación como el tiempo durante el cual sea plastificado el polímero.

25

30.7.72

405 218

-9 AGO 1972



La cantidad requerida varía necesariamente con el polímero, el agente propulsor y el plastificante, así como con la clase de estructura que se forma, y debido al número de variables se necesita una determinación empírica para cada caso, mediante experimentación por método de tanteos.

5

El polímero es mezclado con un agente propulsor licuado, cualquier cantidad de plastificante y/o un disolvente volátil para el polímero o un líquido que en presencia de los otros componentes tenga una acción disolvente o plastificante sobre el polímero, y luego éste es emulsificado en agua en forma de una emulsión de aceite en agua bajo una presión suficiente para retener al agente propulsor licuado en la fase líquida. La emulsión es espumada para formar una estructura reduciendo la presión de modo suficiente para volatilizar el agente propulsor. Un agente espumante o agente estabilizador de la espuma puede estar presente en el agua o puede ser añadido posteriormente a la fase acuosa. Puede estar presente un aditivo, pero no necesariamente. Esto puede ser ventajoso si afecta a la plasticidad del polímero o a la solubilidad, viscosidad, estabilidad de emulsión o estabilidad de espuma del mismo. Luego la estructura puede ser examinada en cuanto al número de celdas abiertas y cerradas presentes, y si hay demasiadas celdas abiertas, puede aumentarse la plasticidad del polímero, mientras que si hay demasiadas celdas cerradas, puede redu-

10

15

20

25

30.7.72

405218



5      cirse la plasticidad del polímero. También se puede efectuar empíricamente una determinación en términos de la cantidad de fase acuosa que puede ser expulsada de la estructura. De esta manera, la estructura correcta puede obtenerse por ajuste de la formulación o de la composición de la emulsión.

10      Las emulsiones de aceite en agua del invento pueden ser preparadas mezclando el agua, el agente propulsor, las partículas de polímero, el agente espumante, y cualesquiera otros ingredientes, disolviendo la resina en el agente propulsor, y dispersando la solución resultante en la fase acuosa. Un látex acuoso del polímero puede ser mezclado con agente espumante y agente propulsor, disolviendo de este modo partículas de resina dispersadas en el agente propulsor y dispersando la solución de agente propulsor en la fase acuosa. El agente espumante puede estar presente en el látex acuoso antes de la adición del agente propulsor. El polímero puede también ser disuelto en el agente propulsor, y la solución resultante dispersada en la fase acuosa que contiene el agente espumante.

15

20

25      Puede ser ventajoso dejar un extenso periodo de tiempo para la disolución del polímero en el agente propulsor, si las partículas de polímero o un látex acuoso de partículas de polímero se utilizan como material de partida. La disolución puede ser lenta, y también puede ser útil el en-

30.7.72

405218



vejecimiento de las emulsiones, para producir una almohadilla de calidad superior, por razones que hasta el momento no se comprenden. La viscosidad de la solución puede ser un factor en el envejecimiento, dado que la viscosidad puede disminuir al efectuarse el envejecimiento, dependiendo del polímero, y esto puede ser ventajoso.

En cuanto al agente propulsor, se puede utilizar en las composiciones del invento cualquier compuesto orgánico volátil que tenga una temperatura de ebullición por debajo de 7°C a la presión atmosférica, y que sea químicamente inerte con relación al polímero y al aditivo que puede estar presente en las composiciones. Así, pueden emplearse hidrocarburos tales como propano, n-butano e isobutano, así como también hidrocarburos halogenados tales como cloruro de vinilo, cloruro de metilo, bromuro de metilo, diclorodifluorometano (Propellant 12), 1,1-dicloro-1,1,2,2-tetrafluoroetano (Propellant 114), 1-cloro-1,1-difluoroetano (Propellant 142B), 1,1-difluoroetano (Propellant 152A), clorodifluorometano (Propellant 22), 1-cloro-1,1-difluoro-2,2-trifluoroetano (Freon 115), octafluorociclobutano (Freon C318), una mezcla de diclorodifluoroetano y 1,1-difluoroetano (Freon 500), una mezcla de clorodifluorometano y 1-cloro-1,1-difluoro-2,2,2-trifluoroetano (Freon 502).

El invento es aplicable a cualquier polímero que sea soluble en un agente propulsor que caiga dentro de la

30.7.72

405218



clase anterior o pueda ser hecho soluble mediante la adición de un tercer material (tal como un disolvente o un material que muestre propiedades disolventes en la combinación o en el aditivo) y que también sea formador de película, de manera que tienda a formar una estructura de espuma coherente después de evaporación de una solución de agente propulsor desde la misma. Se pueden utilizar polímeros termoplásticos como una clase, polímeros termoendurecibles en una etapa de polimerización que sea soluble en el agente propulsor y polímeros solubles en el agente propulsor capaces de ser reticulados. La polimerización o reticulación de los dos últimos tipos de polímeros puede efectuarse durante la formación de la estructura o después de que ésta haya sido formada, con el fin de endurecer dicha estructura. Polímeros y copolímeros de acrilato de alcoholilo y metacrilato de alcoholilo tales como polímeros de metacrilato de etilo, de metacrilato de butilo, o de metacrilato de isobutilo, copolímero 50/50 de metacrilato de n-butilo/metacrilato de isobutilo, copolímero 25/75 de metacrilato de laurilo/metacrilato de isobutilo, copolímero 30/70 de metacrilato de estearilo/metacrilato de ter-butilo, copolímero 50/50 de metacrilato de etilo/metacrilato de n-butilo, copolímero de compuestos acrílicos y vinílicos, tales como copolímero 50/50 de viniltolueno/metacrilato de isobutilo, terpolímero 50/35/15 de viniltolueno/metacrilato de ter-butilo/metacrilato de estea-

405218

-9



5 rilo, copolímero 50/50 de acrilato de etilo/acetato de vinilo, ciertos otros polímeros vinílicos, tales como poli(ace-  
tato de vinilo), copolímeros de viniltolueno-butadieno, ace-  
tato de vinilo carboxilado, ciertos derivados celulósicos,  
tales como etil-celulosa, acetato de celulosa, propionato  
de celulosa, acetato-butirato de celulosa y acetato-propio-  
nato de celulosa, y ciertos polímeros de silicona tales co-  
mo Silicone XC-20997, son solubles en agentes propulsores  
de la clase indicada.

10 Polímeros que pueden ser curados a una etapa de  
polimerización que es insoluble en el disolvente, por medios  
químicos o por radiación incluyen polímeros previos de ure-  
tano, poliésteres insaturados tales como resinas alcídicas  
insaturadas, y poliolefinas tales como polibutileno y poli-  
15 2-metil-buten-1.

20 El polímero deberá tener un peso molecular dentro  
del margen desde aproximadamente 10.000 hasta aproximadamen-  
te 1.000.000. Polímeros con pesos moleculares inferiores a  
aproximadamente 10.000 pueden no tener suficiente resisten-  
cia de coherencia para formar una estructura espumada cohe-  
rente, mientras que los que poseen pesos moleculares supe-  
riores de alrededor de 1.000.000 pueden ser insolubles en  
disolventes de agente propulsor. Polímeros que tienen pesos  
moleculares dentro del margen de aproximadamente 25.000 a  
25 aproximadamente 600.000 son preferidos.

30.7.72

405218

-9 AGO



Las proporciones relativas y el tipo de agente propulsor y polímero en la fase de agente propulsor de las composiciones del invento determinan en un grado considerable la naturaleza de la estructura espumada que se forma, cuando la presión sobre la composición emulsificada es reducida, por ejemplo a la presión atmosférica, y el agente propulsor es dejado volatilizarse con rapidez. La composición, en ausencia de agua, cuando es expulsada de un recipiente para aerosoles deberá formar una espuma coherente. Si la proporción de polímero es demasiado baja (y usualmente la proporción más baja no es menor de aproximadamente 10% en peso de polímero de la fase de agente propulsor) puede no formarse una estructura espumada coherente, o si ésta se forma, puede desintegrarse con facilidad. La tendencia, en lugar de ello, es la de formar una masa espumada, fluida, pegajosa y con muchas burbujas. Si la proporción de polímero es demasiado elevada, aparecerán otras dificultades, debidas a la elevada viscosidad de la solución de agente propulsor y polímero (que afecta a la naturaleza de la espuma así como también a la tenacidad de la estructura espumada resultante). Por ejemplo, si la fase de agente propulsor no se expande suficientemente, debido a la alta viscosidad, puede no obtenerse una estructura espumada coherente. Además, si se produce separación de fases de la emulsión, puede no ser posible efectuar la reemulsificación mediante

30.7.72


405218

agitación a mano.

Usualmente, no obstante, la composición puede con-  
tener hasta 50% en peso de polímero por peso de la fase de  
agente propulsor total, antes de que se obstaculice grave-  
5 mente el rendimiento por la alta proporción de resina, y  
algunas veces puede estar presente una cantidad tan grande  
como de 70% de polímero, dependiendo del peso molecular del  
polímero y de su solubilidad en el agente propulsor que se  
utilice.

10 Además del agente propulsor y del polímero, que  
son los ingredientes esenciales de la fase de agente propul-  
sor de las composiciones del invento, la fase de agente pro-  
pulsor puede incluir disolventes adicionales menos volátiles  
o relativamente no volátiles, que pueden ser disolvente o  
15 co-disolventes para el polímero, o alternativamente disol-  
ventes para cualquier aditivo que pueda estar presente, o  
que pueden ser disolventes tanto para el polímero como para  
el aditivo. Puede haber también plastificantes para el po-  
límero, agentes colorantes, materiales de carga para el po-  
20 límero que modifican el componente polímero de la estructu-  
ra espumada, y un agente de curado para el polímero, si el  
polímero está en un estado parcialmente polimerizado, de  
modo que se puede completar la polimerización del polímero  
después de que se haya formado la estructura espumada, para  
25 solidificar la estructura a una configuración deseada.

30.7.72

405218-9 

Usualmente se prefiere que la cantidad de componentes líquidos de la fase de agente propulsor que no sean agentes propulsores, y que actúen como disolventes para el polímero, no exceda de dos veces el peso del polímero presente, y en la mayor parte de los casos no deberá exceder del peso de polímero presente. En general, la cantidad de dicho disolvente no deberá ser tampoco mayor que la cantidad en peso de agente propulsor presente. Sin embargo, la cantidad exacta que se puede tolerar dependerá de la concentración de polímero en la composición de agente propulsor, así como de si el líquido es un buen disolvente o un mal disolvente para el polímero.

Líquidos que tienen un punto de ebullición más elevado que el agente propulsor modificarán la estructura espumada. Si también son disolventes para el polímero, pueden también plastificar al polímero durante el periodo que transcurre después de que haya sido volatilizado el agente propulsor, y antes de que sea totalmente volatilizado el disolvente menos volátil remanente. Dicha etapa plastificada de transición puede ser útil para configurar la estructura espumada a una configuración deseada, y puede ayudar también a la formación de una mayor proporción de celdas cerradas o no rotas.

Ejemplos de disolventes que hierven a 72°C o por encima de esta temperatura incluyen diclorofluorometano,



triclorofluorometano, 1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoroetano, 1,2-dibromo-1,1,2,2-tetrafluoroetano, 1,1,2,2-tetracloro-1,2-difluoroetano, metanol, etanol, acetona, metil-isobutil-cetona, benceno, tolueno, xileno, cloroformo, metilcloroformo, cloruro de metileno, 1,1,1-tricloroetano y percloroetileno.

Pueden incorporarse también plastificantes. Estos son seleccionados dependiendo de la naturaleza del polímero, y dado que no son volátiles ablandan permanentemente la estructura espumada.

Plastificantes que pueden ser utilizados incluyen ftalato de butilo, glicolato de butilo, citrato de tributilo, citrato de acetilo y tributilo, fosfato de tricresilo, tartrato de dibutilo, ftalato de dibutilo, azelato de di-2-etilhexilo, bifenilo clorado y abietato de metilo.

Materiales de carga para el polímero pueden ser utilizados como agentes extendedores para dicho polímero, y pueden modificar también las propiedades físicas de la estructura espumada. El material de carga tiene usualmente un pequeño tamaño de partículas, aunque se pueden utilizar también materiales fibrosos. Materiales de carga satisfactorios incluyen greda, talco, sílice, tierra de diatomeas, arcillas, amianto, silicato de magnesio, silicato de calcio, prehnita, polietileno en forma de polvo y poliestireno en forma de polvo. El material de carga puede constituir de 0 a 300% en

405218



peso del polímero. Agentes colorantes, incluyendo tintes y pigmentos, se utilizan en pequeñas proporciones, que oscilan entre 0 y 10% en peso del polímero.

5 La fase de agente propulsor de las composiciones del invento puede ser una solución homogénea, en la que todos los componentes presentes son solubles y/o miscibles entre ellos. En este caso, cualquier aditivo que esté presente está disuelto en el agente propulsor con el polímero y está depositado en las celdas de la estructura cuando el agente propulsor es volatilizado según se está formando la estructura. Cualquier líquido no propulsor será también depositado en las celdas, si es insoluble en el polímero. Cualquier aditivo disuelto en este líquido será aplicado con el líquido a partir de las celdas de la estructura cuando se  
10 utilice la estructura espumada.  
15

Sin embargo, las composiciones emulsificadas de aceite en agua susceptibles de espumarse del invento están compuestas usualmente por dos fases líquidas, una de las cuales, la fase de agente propulsor, está emulsificada en agua, sirviendo el agua como fase continua, pero puede haber más  
20 de una fase oleosa emulsificada en la fase acuosa, y dichas fases oleosas permanecen separadas dado que son total o parcialmente inmiscibles entre sí. La fase acuosa continua puede incluir también, por ejemplo, una solución líquida del aditivo. Cuando el agente propulsor es volatilizado, y se forma la estructura polímera espumada, la fase acuosa (que

25  
30.7.72



405218

opcionalmente comprende el aditivo) es luego depositada en los poros y celdas, tal como en el caso de una composición de agente propulsor que es una solución homogénea.

5 Un aditivo sólido puede ser dispersado también en la fase de solución de agente propulsor y polímero, o en la fase acuosa. Será depositado en las celdas y poros de la estructura con la fase acuosa cuando se forme la estructura. Preferiblemente, en este caso el aditivo sólido es humedecido preferentemente por la fase acuosa, permanece dispersado en esta fase, y puede ser eliminado de los poros en forma de una dispersión en la fase acuosa.

10 Los agentes espumantes o agentes estabilizadores de espuma son solubles en la fase acuosa e incluyen los agentes tensioactivos orgánicos. La fase acuosa puede ser formulada para contener agentes tensioactivos individuales o múltiples, tales como jabones y agentes tensioactivos o jabones sintéticos aniónicos y agentes tensioactivos sintéticos no iónicos, o pueden estar compuestos totalmente por agentes tensioactivos sintéticos, incluyendo los tipos aniónico, catiónico y no iónico. Los tipos conocidos están enumerados por la publicación de McCutcheon Detergents and Emulsions Annual, 1970 (The Allured Publishing Company, Ridgewood, N. J.). Cualquiera de los agentes tensioactivos enumerados por McCutcheon, cuya descripción se incorpora aquí a título de referencia, puede ser utilizado.

30.7.72

405218

-9



Agentes tensioactivos no jabones aniónicos satisfactorios típicos son los alcohilsulfatos, tales como lauril sulfato de sodio; los alcohol-aril-sulfonatos, tales como polipropilbencenosulfonatos de sodio o polipropilentoluensulfonatos de sodio y los queril-benceno ó -toluensulfonatos de sodio; los fenoles sulfatados etoxilados tal como la sal amónica de nonilfenol etoxilado sulfatado, preparada por condensación de nonilfenol con cinco moles de óxido de etileno; las sales sódicas de los ésteres de ácidos grasos de taurina, tales como las metiltauridas palmítica u oleica, sódicas o mezclas de éstas; los ésteres de ácidos grasos superiores e hidroxietanosulfonatos, tales como ésteres de ácido oleico de hidroxietanolsulfonato de sodio; lauroilsarcosinato de sodio; estearoil-lactato de sodio; lauroil-lactato de sodio; dioctilsulfosuccinato de sodio; lauroil-isetionato de sodio, y lauril-sulfoacetato de sodio. También son útiles agentes tensioactivos no jabones no iónicos, tales como los polietilenglicol-ésteres de los ácidos grasos superiores, por ejemplo polietanoxi-ésteres de ácido láurico, mirístico, palmítico y esteárico, polietanoxi-éteres de alcohol laurílico, alcohol cetílico, alcohol oleílico y alcohol de lanolina, los polietanoxi-éteres de alcoholfenoles, tales como los productos de condensación de octilfenol y nonilfenol con cinco a cincuenta moles de óxido de etileno; los ésteres de ácidos grasos superiores de condensados de sorbitán y óxido de etil



leno, tales como los polietanoxi-ésteres de monoestearato de sorbitán; polietanoxi-polipropoxi-poliolés. El bromuro de cetiltrimetilamonio es un agente tensioactivo no jabón catiónico típico.

5 El término "jabón" tal como se utiliza aquí se refiere a jabones de metal alcalino, de amonio y de amina de los ácidos grasos superiores, saturados y no saturados, que tienen desde aproximadamente ocho hasta aproximadamente veintiseis átomos de carbono, tales como los ácidos cá-  
10 prico, caprílico, láurico, mirístico, palmítico, esteárico, oleico, linoleico, linolénico, araquídico, behénico, margárico, tridecoico y cerótico, y las mezclas de dichos ácidos que aparecen en la naturaleza en grasas, aceites, ceras y colofonias, tales como los jabones de ácidos grasos de acei-  
15 te de coco, ácidos grasos de sebo, ácidos grasos de manteca, ácidos grasos de aceite de pescado, cera de abejas, ácidos grasos de aceite de palma, ácidos grasos de aceite de sésamo, ácidos grasos de aceite de cacahuete, ácidos grasos de aceite de oliva, ácidos grasos de aceite de pepita de  
20 palma, ácidos grasos de aceite de maíz, ácidos grasos de aceite de babassu, ácidos resínicos, ácidos abiéticos, y grasas.

Estos jabones y aceites tensioactivos sintéticos son también agentes emulsificantes hidrófilos, y exhiben una  
25 pronunciada tendencia a formar emulsiones de aceite en agua

405218



en las que el agua es la fase continua. Ayudan por lo tanto a mantener la característica de aceite en agua de las emulsiones.

5 Gomas naturales y sintéticas solubles en agua con acción espumante en solución acuosa incluyen metilcelulosa, carboximetilcelulosa sódica, sulfato de celulosa, hidroxietilcelulosa, hidroximetilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, goma guar, polivinilpirrolidona, los alginatos, poli(alcohol vinílico), goma arábica, goma tragacanto, goma karaya, po  
10 li(ácidos acrílicos), y sales de éstos, tales como poli(acrilato amónico) y polipéptidos y derivados de éstos.

Si el agente espumante o agente estabilizador de espuma es demasiado eficaz, y produce excesiva espuma, o una espuma demasiado estable, pueden añadirse a la fase acuosa uno  
15 o más disolventes orgánicos solubles en agua o mezclas de tales disolventes. Una concentración demasiado elevada de disolvente orgánico soluble en agua puede reprimir excesivamente la formación de espuma, y en general la cantidad de dicho agente de represión de espuma se encuentra dentro del margen  
20 de aproximadamente 25% a aproximadamente 80% en peso de la fase acuosa. La acción espumante de la fase acuosa puede ser reprimida también aumentando la concentración del agente espumante por encima de la cantidad en la que la formación de espuma se encuentra en un máximo, dependiendo del agente es-  
25 pumante. Ejemplos de disolventes orgánicos solubles en agua

405218 -9



que pueden utilizarse incluyen alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol isopropílico, alcohol n-propílico, alcohol ter-butílico, acetona y glicerina.

5 El disolvente orgánico soluble en agua puede re-  
partirse entre la fase acuosa y la fase de agente propul-  
sor. Si así lo hace, puede alterar la solubilidad del polí-  
mero en la fase de agente propulsor, la viscosidad de la fa-  
se de agente propulsor, y la plasticidad del polímero. Es-  
tos cambios pueden ser ventajosos o desventajosos, depen-  
diendo de la emulsión.

10 La cantidad de fase acuosa que puede utilizarse  
en la composición está limitada por diversos factores. El  
límite inferior para la fase acuosa es establecido por la  
cantidad requerida para la formación de una emulsión de acei-  
15 te en agua. Generalmente, ésta no es menor de aproximadamen-  
te 10% en peso de la emulsión total, y de modo más común se  
requiere al menos aproximadamente 25% en peso de la emulsión  
total. El límite superior de la fase acuosa es establecido  
por la cantidad que interferirá con la formación de una es-  
20 tructura espumada coherente. Si la fase acuosa produce una  
espuma estable, una proporción demasiado grande de la fase  
interferirá con la formación de una estructura espumada. Si  
la fase acuosa proporciona una espuma inestable, puede hume-  
decer prematuramente el polímero según se forma la estruc-  
25 tura espumada, impidiendo la coherencia del polímero para

30.7.72

405218-9 AGO



5 formar una estructura, y produciendo cintas espumadas húme-  
das en lugar de una estructura espumada coherente. Además,  
si la cantidad de fase acuosa es demasiado elevada, cual-  
quier estructura que pueda formarse será muy débil. La fa-  
se acuosa no deberá exceder de aproximadamente 75% en pe-  
so de la emulsión total, y de modo general, no deberá ser  
mayor de aproximadamente 60% en peso de la emulsión total.

10 La cantidad de agente espumante presente en la  
fase acuosa no es crítica. Puede ser tan pequeña como 0,01%,  
o tan elevada como 20% o más en peso.

15 Cualquier aditivo que sea dispersable en la fase  
acuosa o sea soluble en la fase acuosa, y que no sea ataca-  
do químicamente por componentes de cualquiera de las fases,  
puede ser incorporado en las composiciones del invento, y  
permanecerá con la fase acuosa en la estructura de resina  
espumada después de que haya sido volatilizado el agente  
propulsor. El aditivo se encontrará siempre en las celdas  
y poros con la fase acuosa después de que se haya formado  
la estructura. Si es soluble en la fase acuosa, una solución  
20 de fase acuosa del aditivo está presente en las celdas. Si  
es dispersable en la fase acuosa, se encontrará dispersado  
en ella, y esto ocurre particularmente cuando el aditivo es  
un sólido insoluble en agua.

25 Aparte de estas exigencias, que son puramente fí-  
sicas, puede emplearse cualquier tipo de aditivo, dependien

405218

-9 AGO



do del uso pretendido para la estructura.

5 Cuando se dispone de aditivos alternativos para realizar la misma función, es preferible seleccionar el aditivo que sea comparativamente insoluble en el polímero y sea bastante soluble en la fase acuosa que seguidamente ocupará las celdas y poros de la estructura espumada.

10 En general, la solución acuosa es o contiene el aditivo funcional de la estructura espumada, y es depositada en las celdas y poros de la estructura de polímero espumado. El agente espumante propiamente dicho puede ser el aditivo, dado que muchas soluciones acuosas espumantes de agente tensioactivo tienen propiedades de limpieza, que desde luego varían con el tipo de agente espumante. Así, el laurilsulfato de sodio es un agente de limpieza mejor que  
15 un ácido oleico etoxilado. Una solución espumante acuosa de un agente tensioactivo no jabón catiónico tal como bromuro de cetiltrimetilamonio tiene propiedades antisépticas y desodorantes.

20 Pueden incluirse en la solución acuosa cualesquiera aditivos solubles en agua con el fin de lograr efectos específicos. La glicerina y los glicoles inferiores alifáticos sirven como humedecedores cosméticos, humectantes y lubricantes. El clorhidróxido de aluminio (5/6 básico) sirve como un agente contra la transpiración y como un agente  
25 estíptico o astringente. El clorhidrato de pramoxina es un

30.7.72

405218-9



anestésico local soluble en agua. Pueden utilizarse alcohol y glicoles en la solución acuosa para aumentar la solubilidad de aditivos que son mal solubles en agua. Concentraciones relativamente elevadas de agentes tensioactivos orgánicos pueden utilizarse para disolver compuestos insolubles en la fase acuosa, debido a la acción solubilizante de los agentes tensioactivos. Sólidos insolubles hidrófilos tales como sílice, que se utiliza como abrasivo, se distribuirán preferentemente en la fase acuosa.

10 Un líquido que está normalmente presente en la fase de agente propulsor de la emulsión pero que no es compatible con el polímero puede servir también como aditivo funcional. Cuando la composición es convertida en una estructura espumada, este líquido se separará de la matriz de polímero y ocupará los poros. El dimetilpolisiloxano es incompatible con la mayor parte de los polímeros y se separará de esta manera. Esta silicona actuará como agente abrillantador cuando la estructura espumada sea una almohadilla utilizada para pulimentación. El líquido que se separa del polímero de esta manera puede servir también como disolvente para otros aditivos.

20 En una forma del invento, puede utilizarse una válvula de entrega conjunta. Dichas válvulas son capaces de mezclar y entregar simultáneamente materiales a partir de dos compartimentos separados. Así, un compartimento conten-

30.7.72

405218



dría la emulsión de aceite en agua formadora de almohadilla, incluyendo un agente reductor soluble en agua. El otro compartimento contendría una solución en agua de peróxido de hidrógeno. El producto expulsado sería una almohadilla moderadamente caliente. Si la almohadilla contenía como aditivos aceites esenciales, tales como aceite de pirola, mentol o alcanfor, el calor ayudaría a la liberación de estos ingredientes aromáticos, y esto sería beneficioso medicinalmente.

10 Las estructuras espumadas del invento, por ejemplo, son particularmente útiles como almohadillas aplicadoras para aplicación externa o tópica de cosméticos de cualquier tipo, tales como los proyectados para limpieza, acondicionamiento, lubricación y protección de la piel, preparados hormonales, preparados bronceadores, aclaradores de la piel y cremas blanqueadoras, maquillajes de base, maquillajes para ojos, preparados para antes y después del afeitado, depilatorios, preparados para el peinado y cuidado del cabello, preparados de ondulación permanente, preparados de refuerzo de los cabellos, preparados contra la caspa, preparados para baño, lacas de uñas y eliminadores de lacas de uñas, agentes contra la transpiración y desodorantes, preparados comunicadores de fragancia, perfumes, artículos de tocador para bebés, y cosméticos hipoalergénicos. Pueden ser también aplicadores útiles para preparados de jabón y deter

30.7.72

405218

-9



gentes sintéticos de cualquier tipo para lavado personal, lavado de ropas, lavado de vajillas, limpieza de plata, champús, jabones y cremas de afeitar, colorantes de cabellos y eliminadores de tintes de cabellos, fijadores de ondulaciones, lacas, agentes de enjuagado y acondicionadores, y champús secos. También son aplicadores útiles para medicamentos de cualquier tipo, agentes antimicrobianos, tales como bactericidas y agentes antifungicos de cualquier tipo, y antibióticos, para aplicación externa, tal como por vía tópica o rectal, por ejemplo en forma de supositorios.

Las estructuras son también útiles para barnizado de muebles, para dar brillo a calzados y limpiadores de muebles y calzados, agentes de limpieza de suelos, agentes de limpieza y para dar brillo a automóviles, y limpiadores de porcelanas, baldosas y plásticos. Cuando se incluyen agentes abrasivos como aditivo, estos pueden servir como almohadillas abrasivas y almohadillas de fregado.

Medicamentos ilustrativos que pueden ser combinados en las emulsiones de aceite en agua del invento incluyen las antihistaminas, drogas de sulfamida, por ejemplo sulfadiazinas, sulfabenzamidas, sulfacetamidas, sulfanilamidas, sulfapiridinas, sulfatiazoles, sulfapirazinas, sulfaguanidinas, sulfaftalidinas, sulfasuxidinas, sulfaoxazoles, Sulfamylon, ftalilsulfacetamida, N'-3,4-dimetilbenzoilsulfanilamida, bencilsulfanilamida y N'-2-(2-quinoxa-



lil)-sulfanilamida; agentes lipotrópicos, tales como metio  
nina, colina, inosita y beta-sitosterol y mezclas de és-  
tos; anestésicos locales, tales como benzocaína y clorhi-  
drato de pramoxina; aceites esenciales tales como mentol,  
5 aceite de eucaliptus y eugenol; sales de penicilina, tales  
como penicilina G potásica, procaína, penicilina G, 1-efe  
namina-penicilina G, dibencilamino-penicilina G, y otras  
sales de penicilina descritas en la patente de los Estados  
Unidos número 2.627.491; fenoximetilpenicilina y sus sales;  
10 agentes antibióticos adicionales, tales como estreptomici-  
na, dihidroestreptomicina, bacitracina, polimixina, tirotri  
cina, eritromicina, clorotetraciclina, oxitetraciclina, te-  
traciclina, oleandomicina, cloramfenicol, magnamicina, novo  
biocina, ciclosterina y neomicina; vitaminas, por ejemplo  
15 vitaminas A, A<sub>1</sub>, B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, B<sub>6</sub>, B<sub>12</sub>, y miembros de esta fami-  
lia, ácido fólico y miembros de esta familia, y vitaminas C,  
D<sub>2</sub>, D<sub>3</sub> y E; hormonas, tales como cortisona, hidrocortisona,  
9-alfa-fluorocortisona, 9-alfa-fluorohidrocortisona, predni  
sona y prednisolona; agentes anabólicos tales como 11,17-  
20 dihidroxi-9-alfa-fluoro-17-orto-metil-4-androsten-3-ona y  
17-alfa-etil-19-nortestosterona, y agentes antimicrobianos  
adicionales, tales como micostatín, mercurocromo, yodo, me  
tiolato, hexaclorofeno, tribromosalicilanilida, triclorocar  
banilida, y ácido undecilénico.

25

Estos medicamentos pueden ser formulados en las

405218



5 formas de soluciones y elixires con disolventes y dispersan-  
tes apropiados, tal como los que se utilizan convencional-  
mente en tales formulaciones. Usualmente se utilizan solu-  
ciones acuosas y alcohólicas. La cantidad de medicamentos  
no es crítica, y se escoge de modo que satisfaga la necesi-  
dad; usualmente, es adecuada una cantidad de 0,02 a aproxi-  
madamente 15%.

10 Diversos preparados acuosos, incluyendo elixires  
y emulsiones de aceite en agua que pueden contener ingredien-  
tes cosméticos y de tocador, medicamentos, y agentes de lim-  
pieza, pueden ser formuladas de manera que puedan ser emul-  
sificadas con polímero y agente propulsor en concentración  
suficiente para que se forme una almohadilla aplicadora y  
para que el preparado rezume o fluya desde la almohadilla  
15 aplicadora.

Muchos de los compuestos orgánicos que se utili-  
zan en lociones cosméticas, tales como aceites minerales y  
ésteres grasos, sirven como plastificantes para algunas re-  
sinas. Se deberá tener cuidado en la combinación de compues-  
tos orgánicos y polímeros para que se obtenga una almohadi-  
lla aplicadora útil.  
20

En una forma de este invento, puede utilizarse una  
válvula de entrega conjunta. Dichas válvulas son capaces de  
mezclar y entregar simultáneamente materiales a partir de  
25 dos compartimentos separados. Así, un compartimento conten-

405218



dría la composición formadora de almohadilla y la otra contendría el cosmético o cualquier otro aditivo.

Las composiciones de agente propulsor en forma de emulsión de aceite en agua del invento son convertidas en

5 estructuras polímeras espumadas cuando se deja volatilizar el agente propulsor. Esto se logra con facilidad, con una volatilización casi inmediata de una proporción sustancial del agente propulsor, almacenando la composición de agente

10 propulsor en un recipiente cerrado, en donde la presión autógena es suficiente para mantener al agente propulsor en la fase líquida y luego reduciendo rápidamente la presión hasta la presión atmosférica a la temperatura ambiente, con lo cual el agente propulsor se volatiliza rápidamente y se

15 forma la estructura espumada. Las composiciones propulsoras en forma de emulsión de aceite en agua pueden ser también almacenadas en un recipiente cerrado, bajo una presión aplicada mayor que la presión autógena que procede del agente propulsor propiamente dicho para facilitar la expulsión de

20 la composición a partir del recipiente, por ejemplo a través de una válvula u orificio, a la atmósfera. A causa de la alta volatilidad de los agentes propulsores empleados, la estructura polímera no es pegajosa, a menos que esté presente también un plastificante u otro disolvente no propulsor para el polímero en cantidad suficiente para comunicar

25 una característica de pegajosidad al polímero. Si la es-

30.7.72

405218

-9 AG



5 estructura ha de adherirse a una superficie, puede ser deseable la pegajosidad. En el caso de un disolvente que también se volatiliza, aunque con mayor lentitud que el agente propulsor, este estado pegajoso es transitorio, sin embargo, y existe sólo hasta que haya sido eliminado el disolvente. Una excesiva pegajosidad es indeseable en una almohadilla aplicadora.

10 Si una composición formulada para producir una almohadilla con una alta proporción de celdas cerradas es impulsada dentro de un espacio confinado, tal como un molde, preferiblemente cerrado, la estructura espumada adquirirá la configuración del molde, y se obtiene un objeto moldeado. El moldeo puede llevarse a cabo a la temperatura ambiente, sin aplicación de presión externa, dado que una presión  
15 suficiente para asegurar que la estructura se acomode a la configuración del molde se obtenga después de volatilización del agente propulsor a la presión y a la temperatura atmosféricas.

20 Si la composición emulsificada de aceite en agua es expulsada a la atmósfera, la estructura espumada tendrá una forma irregular. Para practicar este modo de realización del invento es bastante conveniente expulsar simplemente la composición desde el recipiente sobre la mano, formando una almohadilla de cualquier tamaño deseado, que es  
25 controlada controlando la duración del periodo de expulsión.

30.7.72

405218



Para este fin, las composiciones de agente propulsor del invento son almacenadas apropiadamente en recipientes para aerosoles del tipo normal, siendo controlada la válvula con una mano, y siendo recibida la estructura espumada en la otra mano. La estructura espumada se forma casi instantáneamente, y la almohadilla aplicadora está dispuesta para usarse en el espacio de unos segundos después de haber comenzado el proceso. La estructura es de las que retiene su forma a causa de la naturaleza del polímero utilizado, y también es flexible inicialmente debido a la retención de algo de agente propulsor, incluso si no está presente nada de plastificante, es decir si el polímero es un polímero rígido.

Alternativamente, el impulsor de válvula puede estar configurado en forma de plato o de semiesfera de manera que actúa como un recipiente o molde para la estructura espumada según ésta se está formando, y la forma interior del recipiente o molde determina la forma de la estructura espumada.

Las estructuras espumadas pueden ser estiradas en cierto grado y compactadas según se están formando, y de esta manera se puede hacer que se acomoden a la forma del objeto sobre el cual están siendo aplicadas, de manera que forman un recubrimiento o un revestimiento. Cuando se aplican al cuerpo, por ejemplo, puede formarse un recubrimien-

30.7.72

405218



to que incluya un medicamento para ser liberado sobre la piel, que puede ser dejado permanecer en contacto con la piel durante largos periodos, para una liberación lenta del medicamento durante un largo periodo de tiempo. Sin embargo, dado que las composiciones emulsificadas son convertidas con tanta rapidez en una estructura espumada, no son realmente fluidas, y no se extenderán espontáneamente. A este respecto, difieren de las pinturas o barnices de aerosol convencionales, a partir de las cuales el disolvente se elimina sólo con lentitud, y que consiguientemente son fluidas, y pueden ser extendidas para formar una película que puede tener un espesor de sólo unas pocas centésimas de milímetro y difieren también de las composiciones extendibles que se describen en la patente de los Estados Unidos número 3.419.506 de Gander.

Antes de la expulsión desde el recipiente, sin embargo, las composiciones emulsificadas son fluidas. La viscosidad de la composición fluida no es de ninguna manera crítica, con tal que la composición sea suficientemente fluida para ser expulsada desde el recipiente bajo presión. Correspondientemente, la viscosidad puede oscilar entre la de un líquido diluido que se hace rápidamente fluido, a una composición tixotrópica o gelatinosa, escasamente fluida y bastante espesa.

Cuando la fase de agente propulsor dispersada per

405 218



manece uniformemente distribuida en el agua, la viscosidad puede ser tan alta como de 1.000.000 cp. a la temperatura atmosférica. Sin embargo, cuando la emulsión es susceptible de experimentar sedimentación o estratificación y es necesario agitar antes de expulsar una porción del contenido, es necesario que la viscosidad no exceda de alrededor de 50.000 cp, y preferiblemente deberá ser menor de 10.000 cp, a la temperatura atmosférica.

En el caso en que el agente propulsor empleado en las composiciones del invento tenga una presión de vapor suficiente a la temperatura ambiente, servirá también como agente propulsor para expulsar el material desde el recipiente puesto a presión dentro del cual está confinado. En el caso en que su presión de vapor sea insuficiente, puede disponerse presión adicional en el recipiente mediante un un gas compresor apropiado, tal como nitrógeno, óxido nítrico o dióxido de carbono. Dado que las reglamentaciones comerciales limitan la presión total de los recipientes comunes para aerosoles a no más de alrededor de  $10,5 \text{ kg/cm}^2$  manométricos, el agente propulsor empleado es preferiblemente uno cuya presión de vapor en la composición de agente propulsor no exceda de este límite.

Las composiciones de agente propulsor emulsificadas del invento pueden ser envasadas en recipientes del tipo conocido comúnmente como botes para aerosol, equipados

405218

-9 AGO



con una válvula de descarga que permitirá una descarga en forma espumada.

Las composiciones de agente propulsor emulsificadas son preparadas por métodos convencionales. Por ejemplo, los ingredientes sólidos y normalmente líquidos pueden ser combinados y agitados hasta que la composición sea uniforme. Luego se cargan porciones apropiadas dentro de botes para aerosol individuales, que son tapados y puestos a presión de manera convencional con los agentes propulsores líquidos normalmente gaseosos. Los envases individuales son removidos o agitados de otro modo hasta que se disuelva el polímero y la composición sea uniforme. Alternativamente, todos los ingredientes pueden ser combinados y agitados en un autoclave hasta que se disuelva el polímero y la composición sea uniforme. Los botes son llenados y tapados antes de disminuir la presión sobre el material. Con cualquiera de estos métodos, puede utilizarse calor para aumentar la velocidad con la que se disuelve el polímero.

En otra realización, el bote para aerosol contendrá un pistón o fuelle que separa el interior del bote en dos compartimentos o zonas. El primer compartimento, que contiene el material que ha de ser entregado, se encuentra en comunicación con la válvula de descarga. El segundo compartimento está lleno con un agente propulsor secundario que proporciona una presión en el recipiente que es supe-

405218

-9 AGO



rior a la presión de vapor de la composición en el primer  
compartimento. El agente propulsor secundario puede ser un  
gas comprimido tal como nitrógeno o un agente propulsor lí-  
quido normalmente gaseoso. Este último es preferido ya que  
5 proporciona una contrapresión constante para expulsar el  
material. Ejemplos de tales botes se describen en las pa-  
tentes de los Estados Unidos números 2.815.152, 3.245.591  
y 3.407.974.

Los siguientes Ejemplos representan, en la opi-  
10 nión de los inventores, realizaciones preferidas del inven-  
to.

EJEMPLOS 1 a 3.

Un grupo de emulsiones de aceite en agua, apropia-  
das para utilizarse en la preparación de almohadillas de  
15 limpieza espumantes, se preparó del siguiente modo:

La fase acuosa estaba compuesta por 2 partes en  
peso de laurilsulfato de trietanolamina y 98 partes de agua.

La solución en agente propulsor de copolímero de  
viniltolueno-acrilato (Eliolite VTAC) en Propellant 11 tri-  
20 clorofluorometato y Propellant 12 diclorodifluorometano te-  
nia la siguiente composición:

405218



<u>Ejemplo número</u>	<u>Partes en peso</u>			
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	
<u>Fase de agente Propulsor</u>				
Copolímero de viniltolue__				
5	no-acrilato	30	30	30
	Propellant 11			
	(Triclorofluorometano)	37	37	37
	Propellant 12			
	(Diclorodifluorometano)	35	35	35
10	<u>Fase acuosa</u>	40	60	80

Los ingredientes fueron mezclados y calentados en botes para aerosol en las cantidades indicadas para formar una emulsión de aceite en agua. Las emulsiones fueron expulsadas de los botes para aerosol sobre la palma de la mano, y fueron configuradas a almohadillas. La emulsión del Ejemplo 1 produjo una espuma plástica que inicialmente era seca al tacto, pero cuando era exprimida exudaba la solución acuosa del laurilsulfato de trietanolamina, que se espumaba con facilidad, y podría ser utilizado como un champú. Los Ejemplos 2 y 3 formaron almohadillas aplicadoras espumadas húmedas que eran más abiertas que la almohadilla del Ejemplo 1 y liberaban con largueza la composición de champú, que tenia buenas propiedades espumantes y de lavado.

30.7.72

405218-9

AGO

EJEMPLO 4.

Una emulsión de aceite en agua apropiada para utilizarse como una almohadilla aplicadora de champú no espumante fué preparada del siguiente modo:

5 La fase acuosa estaba compuesta por 5 partes en peso de Brij 30, un polioxietilen-lauril-éter (que contenía 4 moles de unidades de oxietileno por mol), en 95 partes de agua. La fase de agente propulsor para la emulsión de aceite en agua tenía la composición:

	<u>Partes en peso</u>
10 <u>Ejemplo Nº</u>	4
<u>Fase de agente propulsor</u>	
Pliolite VTAC	
Copolímero de viniltolueno-acrilato	30
15 Propellant 11	
(Triclorofluorometano)	37
Propellant 12	
(Diclorodifluorometano)	35
Estos fueron mezclados luego con la cantidad	
20 de fase acuosa indicada, para formar una emul	
sión de aceite en agua.	
<u>Fase acuosa</u>	60

25 Los ingredientes fueron mezclados en las cantidades indicadas y calentados para disolver el polímero y formar una emulsión de aceite en agua en botes para aerosol.

405218



Una porción de la emulsión fué expulsada sobre la palma de la mano, y se formó una almohadilla que era ligera, ahuecada y coherente, y que podía ser exprimida para formar una almohadilla aplicadora húmeda tenaz y delgada, que exudaba una solución acuosa de champú con buenas propiedades de limpieza, debido al contenido de polioxietilén-lauril-éter.

EJEMPLO 5.

Una emulsión de aceite en agua apropiada para formar almohadillas aplicadoras de champú que tenían buenas propiedades enjabonadoras y de limpieza fué preparada del siguiente modo:

Se formó una solución acuosa de champú de 5 partes de laurilsulfato de trietanolamina y 95 partes de agua. Esta fué mezclada luego con una solución en agente propulsor de copolímero de viniltolueno-acrilato en Propellant 11 y Propellant 12, con la siguiente composición:

	<u>Partes en peso</u>
<u>Ejemplo N°</u>	<u>5</u>
<u>Fase de agente propulsor</u>	
Pliolite VTAC	30
Propellant 11	37
Propellant 12	35

Estos fueron mezclados luego con la

405218 -9



Partes en peso

cantidad indicada de fase acuosa, para formar una emulsión de aceite en agua:

Fase acuosa:

60

5

La composición fué emulsificada a fondo bajo presión y luego fué envasada en recipientes para aerosoles. Cuando la emulsión fué expulsada desde el recipiente para aerosol se preparó una almohadilla espumada blanda y coherente que gradualmente se volvió firme y tenaz en el espacio de uno o dos minutos. Cuando se hizo pasar sobre una superficie, la almohadilla exudaba con facilidad la solución acuosa de laurilsulfato de trietanolamina, que manifestaba buenas propiedades de limpieza y enjabonado.

10

15

EJEMPLOS 6 Y 7.

Dos diferentes emulsiones de aceite en agua capaces de formar almohadillas aplicadoras, susceptibles de liberar una composición alcohólica acuosa de champú fueron preparadas del siguiente modo:

20

Las fases acuosas tenían la siguiente composición:

	<u>Partes en peso</u>	
<u>Ejemplo N°</u>	<u>6</u>	<u>7</u>
<u>Fase acuosa</u>		
Polioxietilen-lauril-éter que contiene		
4 moles de unidades de oxietileno por		

25

30.7.72

405218



	<u>Partes en peso</u>	
mol (Brij 30)	5	5
Isopropanol	7,5	15
Agua	92,5	85

5

Se prepararon dos soluciones en agente propulsor de resina de poli(acetato de vinilo), Vinylite AYAT, 28,5 partes en peso, en 55 partes de peso de Propellant 142B, 1-cloro-1,1-difluoroetano. Estas soluciones fueron mezcladas cada una con 45 partes en peso de la solución acuosa, y fueron emulsificadas a fondo, formando emulsiones de aceite en agua, y luego fueron envasadas en recipientes para aerosoles.

10

Quando fueron expulsadas del recipiente para aerosol sobre la palma de una mano, estas emulsiones produjeron, cada una, almohadillas aplicadoras húmedas tenaces ahuecadas y coherentes que exudaban con largueza la solución de detergente acuosa cuando eran exprimidas. La almohadilla del Ejemplo 6 estaba menos plastificada que la del Ejemplo 7, y mostraba mejor durabilidad cuando era frotada sobre una superficie para aplicar la solución acuosa de polioxietilén-lauril-éter. La solución manifestó buenas propiedades de limpieza.

15

20

#### EJEMPLOS 8 Y 9.

25

Se prepararon dos soluciones acuosas que tenían

30.7.72



la siguiente composición:

<u>Ejemplo Nº</u>	<u>Partes en peso</u>		
	<u>8</u>	<u>9</u>	
<u>Fase acuosa</u>			
5	Polioxietilen-lauril-éter que contiene 4 moles de unidades de oxietileno por mol (Brij 30)		
	5	5	
	Isopropanol	27	47,5
	Agua	68	47,5

10

Se preparó una solución en agente propulsor de acetato-butirato de celulosa (EAB-451-1), 40 partes, en Propellant 142B (1-cloro-1,1-difluoro-etano) 110 partes, y se mezclaron 75 partes de la misma con 45 partes de la solución acuosa arriba indicada, y se emulsificaron a fondo dentro de ésta bajo presión. Las emulsiones resultantes de aceite en agua fueron luego envasadas en recipientes para aerosoles.

15

20

Cuando fué expulsada del recipiente, la emulsión del Ejemplo 8 dió una almohadilla coherente de forma irregular. La almohadilla era muy fibrosa y tenía una estructura de celdas abiertas. El Ejemplo 9 dió una almohadilla más coherente, de forma regular, que era considerablemente más tenaz, y tenía también una estructura fibrosa de celdas abiertas. La solución acuosa de polioxietilen-lauril-éter exuda-

25

30.7.72

405218

-9



ba con largueza de cada almohadilla cuando dicha almohadilla era exprimida o hecha pasar sobre la superficie de la piel, y mostraba buenas propiedades de limpieza.

EJEMPLOS 10 Y 11.

5 Se preparó una solución acuosa compuesta por 3,8 partes de laurilsulfato de trietanolamina, 38 partes de alcohol etílico al 95% y 58,2 partes en peso de agua. Luego esta solución fué mezclada con soluciones en agente propulsor que tenían la siguiente formulación, para formar emulsiones de aceite en agua de acuerdo con el invento:

10

<u>Ejemplo Nº</u>	<u>Partes en peso</u>	
	<u>10</u>	<u>11</u>
Alcohol olefílico	3,5	7
Poli(metacrilato de isobutilo)		
15 Elvacite 2045	22	22
Propellant 114		
1,2-diclorotetrafluoroetano	77	77
Propellant 12		
Diclorodifluorometano	28	28

20

La formulación del Ejemplo 10 fué mezclada con 56,5 partes de la solución acuosa, y la formulación del Ejemplo 11 fué mezclada con 53 partes de la solución acuosa. Luego las dos composiciones fueron emulsificadas a fondo bajo presión, y envasadas en recipientes para aerosoles.

25

30.7.72



405218

5 Cuando fueron expulsadas del recipiente para aerosol sobre la palma de la mano, las emulsiones del Ejemplo 10 dieron una almohadilla húmeda, espumada, tenaz y coherente con una estructura abierta. La emulsión del Ejemplo 11 era similar, pero la almohadilla era más blanda, y la estructura era menos abierta. La solución en alcohol de laurilsulfato de trietanolamina exudaba con largueza desde cada almohadilla, especialmente cuando la almohadilla era exprimida. La almohadilla manifestó buenas propiedades de limpieza y espumado, y era útil como un agente de limpieza antiséptico.

EJEMPLO 12.

15 Una emulsión de aceite en agua apropiada para usarse en la preparación de almohadillas contra la transpiración o estípticas fué preparada del siguiente modo:

20 Se preparó una fase acuosa compuesta por 19 partes de agua, 19 partes de alcohol etílico al 95%, 4,5 partes de propilenglicol, y 2 partes de polioxietilen-lauriléter que contenía 4 moles de unidades oxietileno por mol (Brij 30).

25 Se preparó una solución en agente propulsor de poli(metacrilato de isobutilo) (Elvacite 2045) (22 partes) en Propellant 114, 1,2-diclorotetrafluoroetano (39 partes), Propellant 12, diclorodifluorometano (35 partes), aceite mineral (24 partes), alcohol hexadecílico (1,5 partes). Estas

405218g



composiciones fueron mezcladas a fondo, y luego se mezclaron en un complejo de clorohidróxido de aluminio 5/6 básico (9 partes). La emulsión de aceite en agua resultante fué envasada en botes para aerosol.

5 La composición fué expulsada del bote para aerosol sobre la palma de la mano y se configuró a la forma de una almohadilla. Se produjo una espuma plástica que inicialmente era seca al tacto, pero que cuando era exprimida exudaba la solución acuosa y podría ser utilizada como una almohadilla aplicadora para el clorohidróxido de aluminio para la utilización contra la transpiración o como una almohadilla estíptica utilizando las propiedades astringentes del clorohidróxido de aluminio.

10

EJEMPLO 13.

15 Se preparó una emulsión de aceite en agua, apropiada para usarse en la preparación de almohadillas aplicadoras de antisépticos espumadas. El agente antimicrobiano era un complejo de polivinilpirrolidona y yodo que contenía 10% de yodo.

20 Se preparó una fase acuosa compuesta por 1,2 partes en peso de laurilsulfato de trietanolamina y 56 partes de agua.

25 Se preparó también una solución en agente propulsor de polímero de viniltolueno-acrilato Pliolite VTAC que contenía 30 partes del polímero en 37 partes de Propellant

405218



11, triclorofluorometano, y 35 partes de Propellant 12, diclorodifluorometano.

5 Dos partes del complejo de polivinilpirrolidona-10% de yodo fueron disueltas en el agua, y luego las dos soluciones fueron combinadas y mezcladas a fondo bajo presión, formando una emulsión de aceite en agua que fué envasada en botes para aerosol.

10 La composición fué expulsada del bote para aerosol en la palma de la mano y se configuró en forma de una almohadilla. Se produjo una espuma plástica que era húmeda al tacto y liberaba una dispersión acuosa del complejo de polivinilpirrolidona-yodo cuando era exprimida. La almohadilla podría ser utilizada como un aplicador para aplicar el agente antimicrobiano a una herida, cortadura o erosión con fines antisépticos.

EJEMPLO 14.

20 Se preparó una emulsión de aceite en agua apropiada para utilizarse en la preparación de una almohadilla contra la transpiración, en que un complejo de clorohidróxido de aluminio servía como el agente contra la transpiración.

25 Se preparó una fase acuosa compuesta por 3 partes de Tween 20, polioxietilen-monolaurato de sorbitán (que contenía 20 unidades de oxietileno por mol de polioxietilen-monolaurato de sorbitán) disueltas en 45 partes de agua. Luego se combinaron con esta solución acuosa doce partes de

30.7.72

405218-9



complejo de clorohidróxido de aluminio 5/6 básico.

Luego treinta partes en peso de Pliolite VTAC, copolímero de viniltolueno-acrilato, fueron disueltas en 37 partes de Propellant 11, triclorofluorometano, y 35 partes de Propellant 12, diclorodifluorometano.

Las dos fases fueron mezcladas a fondo bajo presión, y envasadas en botes para aerosol. Se formó una emulsión de aceite en agua con el complejo de clorohidróxido de aluminio en la fase acuosa.

La composición fué expulsada del bote para aerosol sobre la palma de la mano y se configuró a la forma de una almohadilla. Se produjo una espuma plástica que inicialmente era seca al tacto, pero que cuando era exprimida exudaba una solución acuosa del complejo de clorohidróxido de aluminio que era útil como aplicadora contra la transpiración o como un astringente.

EJEMPLO 15.

Se preparó una emulsión de aceite en agua capaz de formar almohadillas aplicadoras de perfume, del siguiente modo:

Se preparó una fase acuosa compuesta por 23 partes de agua y 11 partes de alcohol etílico al 95% en que se disolvieron 0,4 partes de Tween 20, polioxietilen-mono laurato de sorbitán que contenía 20 moles por mol de unidades oxietileno.

30.7.72

405 218<sup>9</sup>



5 Se formó una solución en agente propulsor de poli(metacrilato de isobutilo) Elvacite 2045, 22 partes en peso, en 39 partes de Propellant 114, 1,2-diclorotetrafluoroetano, y 35 partes de Propellant 12, diclorodifluorometano. A esta solución se añadieron 2,7 partes de alcohol oleí-  
lico, 32 partes de aceite mineral 350 SSU, y 5,4 partes de aceite de perfume.

Estas composiciones fueron mezcladas a fondo bajo presión, y luego envasadas en botes para aerosol.

10 Se formó una emulsión de aceite en agua, la cual cuando era expulsada del bote para aerosol sobre la palma de la mano se configuraba a la forma de una almohadilla, que era húmeda y exudaba con largueza una dispersión acuosa de aceite perfumado para el cuerpo, que era apropiada como un  
15 aplicador para el cuerpo después de la ducha o del baño.

EJEMPLO 16.

20 Se preparó una emulsión de aceite en agua apropiada para utilizarse en la preparación de una almohadilla aplicadora para una loción humedecedora cosmética, del siguiente modo:

25 Se preparó una fase acuosa compuesta por 22 partes de agua, 12 partes de alcohol etílico al 95%, 14 partes de 1,3-butilenglicol, 3 partes de alcohol oleílico y 2,5 partes de polioxietilen-lauril-éter que contenía 4 moles de unidades oxietileno por mol (Brij 30).

30.7.72

405 218 -9



5 Se formó una solución en agente propulsor de poli(metacrilato de isobutilo) de peso molecular 100.000, 33 partes, en 39 partes de Propellant 114, 1,2-diclorotetrafluoroetano, y 35 partes de Propellant 12, diclorodifluorometano. A esto se añadieron 21,5 partes de aceite mineral, 190 SSU, a 25°C.

10 Las dos fases fueron mezcladas a fondo bajo presión, formando una emulsión de aceite en agua que fué envasada en botes para aerosol. La composición fué expulsada del bote para aerosol sobre la palma de la mano y se configuró a la forma de una almohadilla. La almohadilla era inicialmente húmeda al tacto, y cuando era exprimida exudaba con largueza una loción humedecedora cosmética para la aplicación a la piel, compuesta por una fase acuosa de los  
15 alcoholes y aceite mineral emulsificado por el polioxietileno-lauril-éter.

EJEMPLO 17.

20 Se preparó una emulsión de aceite en agua apropiada para utilizarse en la preparación de almohadillas aplicadoras para el alivio de dolores musculares, del siguiente modo:

25 Se preparó una fase acuosa compuesta por 31 partes de agua, 19 partes de alcohol etílico al 95% y 2 partes de laurilsulfato de trietanolamina con 7 partes de alcohol oleílico dispersadas en ella.

30.7.72

-9 Aug. 1972

405218



5 Se preparó también una solución en agente propul-  
sor de poli(metacrilato de isobutilo) Elvacite 2045, 22 par-  
tes en peso, en 77 partes en peso de Propellant 114, 1,2-di-  
clorotetrafluoroetano, y 28 partes en peso de Propellant  
12, diclorodifluorometano.

Una parte en peso de nicotinato de metilo fué dis-  
persada en la fase acuosa, y luego las dos fases fueron mez-  
cladas a fondo formando una emulsión de aceite en agua. La  
emulsión fué envasada en botes para aerosol.

10 La composición fué expulsada del bote para aere-  
sol sobre la palma de la mano y se configuró a la forma de  
una almohadilla. Una fase acuosa era expulsada con facili-  
dad de la almohadilla espumada que contenía nicotinato de  
metilo como agente rubefaciente o antiirritante juntamente  
15 con los alcoholes.

Esta composición, después de ser envejecida en  
los botes durante cuatro a seis semanas proporcionó almoha-  
dillas que tenían una textura y una coherencia superior a  
las de las almohadillas inicialmente obtenidas.

20 EJEMPLO 18.

Se preparó una emulsión de aceite en agua apro-  
piada para utilizarse en la preparación de almohadillas  
aplicadoras antisépticas que contenían mentol para el ali-  
vio de la psoriasis, del siguiente modo:

25 Se preparó una fase acuosa compuesta por 21 par-

30.7.72

405218



tes de agua, 1 parte de mentol y 2,3 partes de polioxietilen-lauril-éter que contenía 4 moles de unidades oxietileno por mol (Brij 30).

5 La solución fué combinada con acetato-butirato de celulosa EAB 451-1, 20 partes en peso, y 55 partes de Propellant 142B, 1-cloro-1,1-difluoroetano. Estas composiciones fueron mezcladas a fondo bajo presión en botes para aerosol. Luego fueron almacenadas en un horno a 60°C durante la noche, y fueron mezcladas de nuevo por agitación. Se formó una emulsión de aceite en agua.

10

La composición fué expulsada del bote para aerosol sobre la palma de la mano y se configuró a la forma de una almohadilla. La almohadilla espumada plástica exudaba con facilidad una fase acuosa que contenía una solución antiseptica de alcohol isopropílico en agua que contenía mentol para el alivio de la psoriasis.

15

EJEMPLO 19.

Se preparó una emulsión de aceite en agua apropiada para la utilización en la preparación de almohadillas aplicadoras para el tratamiento de los estados de acné de la piel, del siguiente modo:

20

Se preparó una fase acuosa compuesta por 21 partes en peso de agua, 21 partes en peso de alcohol isopropílico, 1 parte en peso de resorcina y 2,3 partes en peso de polioxietilen-lauril-éter que contenía 4 moles de unidades

25

405218-9



de oxietileno por mol (Brij 30).

Se preparó también una solución en agente propul-  
sor de acetato-butirato de celulosa EAB 451-1, 20 partes  
en peso, en 55 partes en peso de Propellant 142B, 1-cloro-  
5 1,1-difluoroetano.

Estas dos soluciones fueron mezcladas a fondo,  
formando una emulsión de aceite en agua que fué envasada  
en botes para aerosol.

La emulsión fué expulsada del bote para aerosol  
10 sobre la palma de la mano y se configuró a la forma de al-  
mohadillas. Se produjo una almohadilla espumada de plástico  
que exudaba con facilidad una fase acuosa que contenía el  
alcohol isopropílico, la resorcina y el polioxietilen-lau-  
ril-éter, proporcionando éste último una acción eficaz de  
15 limpieza y secado de la piel, actuando la resorcina como  
antiirritante.

EJEMPLO 20.

Se preparó una emulsión de aceite en agua apro-  
piada para usarse en la preparación de una almohadilla apli-  
20 cadora para el tratamiento de hemorroides, del siguiente  
modo:

Se preparó una fase acuosa compuesta por 36 par-  
tes de agua, 2,2 partes de Brij 30, polioxietilen-lauril-  
éter que contenía 4 moles de unidades oxietileno por mol,  
25 4,5 partes de alcohol isopropílico, 0,2 partes de clorhi-

405218-9



drato de pramoxina y 0,1 partes de cloruro de diisobutilfenoxietoxietil-dimetilbencil-amonio, sirviendo este último como agente germicida y sirviendo el clorhidrato de pramoxina como analgésico.

5 Se preparó una fase de agente propulsor compuesta por una solución de poli(acetato de vinilo) Vinylite AYAT, 28,5 partes en peso, disuelta en 55 partes en peso de Propellant 142B, 1-cloro-1,1-difluoroetano.

10 Las dos soluciones fueron mezcladas a fondo, formando una emulsión de aceite en agua, con el cloruro de diisobutilfenoxietoxietil-dimetilbencil-amonio y el clorhidrato de pramoxina en la fase acuosa. Las emulsiones resultantes de aceite en agua fueron envasadas en botes para aerosol.

15 La emulsión fué expulsada del bote para aerosol sobre la palma de la mano y fué configurada a la forma de almohadillas. Se produjo una almohadilla de plástico que inicialmente era seca al tacto, pero que cuando era exprimida exudaba la solución acuosa del germicida y el analgésico. La almohadilla podría ser utilizada como un aplicador para estos materiales sobre hemorroides, con resultados eficaces.

20 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el día 28 de Julio de 1.971, con el número 166.960, se acoge a los beneficios

30.7.72

405218 13 FEB. 1973

del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



5

Reivindicaciones

10 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.- Un procedimiento para formar una estructura espumada, que comprende expulsar desde un recipiente cerrado una emulsión de aceite en agua de agente propulsor que comprende una fase continua de agua que comprende un agente espumante, y dispersada en el agua, como fase discontinua, una solución de un polímero sintético formador de película en un agente propulsor líquido que hierve por debajo de 7°C a la presión atmosférica y retenido en la fase líquida a una presión superior a la atmosférica; y que forma después de rápida volatilización del agente propulsor a la temperatura y presión atmosféricas una estructura es-

20

25 pumada, voluminosa y coherente que contiene celdas abiertas

9.1.73

- 63 -

*[Handwritten signature]*

405 218 13 FEB 1973



y/o cerradas; y, dispersado o disuelto en la emulsión, un aditivo seleccionado del grupo que consiste en el agente espumante, un aditivo adicional, y mezclas de éstos que es depositado con la fase acuosa continua en las celdas o paredes de la estructura cuando se volatiliza el agente propulsor, y que puede ser retirado de las celdas de la estructura; y volatilizar el agente propulsor a temperatura y presión atmosféricas para espumar el polímero sintético y formar una estructura espumada que contiene el aditivo en sus celdas.

2.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el polímero sintético está seleccionado del grupo que consiste en derivados de celulosa, polímeros vinílicos y copolímeros vinílicos.

3.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 2, en que el polímero sintético es un derivado de celulosa.

4.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 3, en que el derivado de celulosa es acetato-butirato de celulosa.

5.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 2, en que el polímero sintético es un polímero o copolímero vinílico.

6.- Un procedimiento para formar una estructura

9.1.73



espumada de acuerdo con la reivindicación 5, en que el polímero vinílico es poli(acetato de vinilo).

5 7.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 5, en que el polímero vinílico es un copolímero de viniltolueno-acrilato.

10 8.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 5, en que el polímero vinílico es un polímero o copolímero de metacrilato.

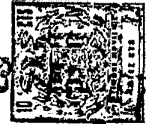
9.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 8, en que el polímero vinílico es poli(metacrilato de isobutilo).

15 10.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 2, en que la fase de agente propulsor comprende de 10 a 60% en peso de polímero sintético.

20 11.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que la fase acuosa de la emulsión de aceite en agua constituye de 15 a 75% en peso de la composición total.

25 12.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que la fase acuosa de la emulsión de aceite en agua constituye de 15 a 75% en peso de la composición total, y la fase de

405218



agente propulsor comprende de 10 a 60% en peso de polímero sintético.

5 13.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el adi tivo es un agente antimicrobiano.

14.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el adi tivo es un polvo.

10 15.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el adi tivo está seleccionado del grupo que consiste en agentes fungistáticos y fungicidas.

15 16.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el adi tivo es un abrasivo.

17.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el adi tivo es un detergente.

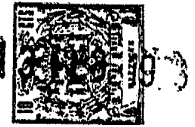
20 18.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el adi tivo es un antibiótico.

19.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el adi tivo es un agente contra la transpiración.

25 20.- Un procedimiento para formar una estructura

9.1.73

MM



espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el aditivo es un medicamento.

5 21.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el aditivo es un aceite de silicna.

22.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el aditivo es un aceite mineral.

10 23.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el aditivo es un aceite vegetal.

24.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el aditivo se encuentra en solución en el agente propulsor.

15 25.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el aditivo se encuentra en solución en la fase acuosa.

20 26.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el aditivo está dispersado en la fase acuosa.

27.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el aditivo está dispersado en la fase de agente propulsor de la emulsión.

25 28.- Un procedimiento para formar una estructura

M

405218

13 FEB 1973



espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el agente espumante es un agente tensioactivo orgánico.

5 29.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el agente espumante es una goma soluble en agua.

30.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que la fase acuosa comprende alcohol etílico.

10 31.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que la fase acuosa comprende alcohol isopropílico.

32.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que la fase acuosa comprende 1,3-butilenglicol.

15 33.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que la fase acuosa comprende propilenglicol.

20 34.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que la fase acuosa comprende glicerina.

25 35.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual la emulsión de aceite en agua de agente propulsor se almacena en un compartimento de un recipiente cerrado que tiene dos compartimentos capaces de resistir la presión del agente

405218

13 FEB 1971



propulsor, de manera que se mantiene al agente propulsor en la fase líquida, y que tiene una salida para expulsar con rapidez la emulsión a la presión atmosférica a la temperatura ambiente, y en otro compartimento una composición susceptible de reaccionar con al menos uno de los  
5 ingredientes de la emulsión de aceite en agua.

36.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 35, en que la composición en el otro compartimento comprende un agente  
10 oxidante.

37.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual la emulsión de aceite en agua comprende agua como fase continua y, como fase discontinua, una solución del polímero  
15 sintético en un agente propulsor líquido volátil a la temperatura ambiente y a la presión atmosférica, comprendiendo también la fase acuosa un agente espumante, y la solución de agente propulsor contiene un plastificante para la resina que aumenta la plasticidad de delgadas películas de  
20 la resina después de volatilización del agente propulsor durante la formación de la estructura, y aumentar así la resistencia a la rotura de las paredes de las celdas, aumentar de este modo la proporción de celdas cerradas; y ajustar las proporciones de agente espumante y plastifi-  
25 cante para obtener la proporción deseada de celdas abier-

9.1.73

405218



tas y celdas cerradas en la estructura espumada.

5 38.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 37, en que el plastificante es sustancialmente no volátil a la temperatura y a la presión atmosféricas.

39.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 37, en que el plastificante es volátil a la temperatura y a la presión atmosféricas.

10 40.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 37, que comprende limitar la cantidad de plastificante para asegurar que las paredes de las celdas sean relativamente rígidas o frágiles, y sean rotas de manera que conecten celdas adyacentes unas con otras, y formen celdas o poros interconectados que se extiendan por toda la estructura.

15 20 41.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 37, en que el plastificante es un disolvente para la resina diferente del agente propulsor.

25 42.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 37, en que el agente espumante reduce la tensión superficial de la fase acuosa a menos de la tensión superficial crítica requerida para humedecer la resina, y de este modo, después de vola-

9.1.73

M

tilización del agente propulsor para formar la estructura, interfiere con el restañado de paredes celulares rotas, y aumenta de este modo la proporción de celdas abiertas.

5 43.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 37, en que el agente espumante es un agente tensioactivo orgánico.

44.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 37, en que el agente espumante es una goma soluble en agua.

10 45.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que la emulsión es expulsada desde un recipiente para aerosoles con una de las manos sobre la otra mano, y se forma en dicha otra mano una estructura espumada en la forma de una almohadilla aplicadora, dispuesta para usarse en la aplicación del aditivo sobre una superficie.

15

46.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende expulsar la emulsión dentro de un molde, y luego volatilizar el agente propulsor a la temperatura y a la presión atmosféricas para espumar el polímero sintético y formar una estructura espumada con la forma del molde y que contiene el aditivo en sus celdas.

20

47.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en que el adi

25



405218

13 F



tivo incluye el agente espumante y un aditivo adicional.

5 48.- Un procedimiento para moldear una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende expulsar una emulsión de aceite en agua del agente propulsor desde un recipiente cerrado dentro de un molde, cerrar el molde, y luego volatilizar el agente propulsor a la temperatura y a la presión atmosféricas para espumar el polímero sintético y formar una estructura espumada que contiene el aditivo en sus celdas.

10 49.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 48, en que el aditivo incluye el agente espumante y un aditivo adicional.

15 50.- Un procedimiento para formar una estructura espumada de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual la emulsión de aceite en agua comprende agua que tiene un agente espumante disuelto en ella como fase continua y, como fase discontinua, una solución del polímero sintético en un agente propulsor líquido volátil a la temperatura ambiente y a la presión atmosférica, reducir la presión hasta la presión atmosférica y volatilizar de este modo al agente propulsor, y espumar la composición para formar una estructura espumada que tiene celdas abiertas y/o cerradas.

20 51.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 50, en que la emulsión incluye también un aditivo soluble en agua o dispersable en agua además del agente es-

25

9.1.73

*RR*

405218 13 FEB 1973



pumante.

52.- Un procedimiento para formar una estructura espumada.

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

Esta Memoria consta de setenta y tres hojas escritas a máquina por una sola cara.

13 FEB. 1973

Madrid,

P. A.

Alberto de Elzaburu  
Per Podd

9.1.73

A.R.A.

- 73 -