

PATENTE DE INVENCION

=====
P&G Case 1813.

410373²⁴



Int. Cl.:

B01F//B05B

Memoria Descriptiva

subre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES DE AGENTES
DE SUSPENSION CONTENIENDO PROPULSORES.

=====
Solicitante: THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, entidad norteamericana,
residente en 301 East Sixth Street, Cincinnati, Ohio
45202, EE.UU. de A.

COMPENDIO DE LA INVENCION

Un procedimiento para la preparación de una com-
posición de agente de suspensión, conteniendo un propulsor,
que posee propiedades de suspensión realizadas para utili-
zarse en composiciones pulverulentas en aerosol, cuyo pro-
5.



5. cedimiento comprende combinar un agente de masa seleccionado del grupo consistente en arcillas de montmorillonita y arcillas de montmorillonita tratadas hidrofobicamente, con un propulsor, y someter dicha combinación a un mezclado de elevado esfuerzo cortante hasta que el agente de masa se dispersa uniformemente.

FUNDAMENTO DE LA INVENCION

Campo de la Invención

10. Los sistemas aerosol no son nuevos per se, datando los primeros sistemas desde el año 1.800. Desde la introducción de los primeros sistemas de aerosol, se han desarrollado diversos sistemas de aerosol que se han traducido en numerosos productos de aerosol de consumo.

15. De los sistemas de aerosoles que han aparecido en el mercado desde que los recipientes de aerosol llegaron a ser comercialmente factibles, uno de dichos sistemas de aerosol que ha llegado a ser extremadamente popular en los últimos años consiste en el aerosol en polvo, el cual consiste básicamente en una suspensión de materiales en polvo en uno o más propulsores licuados. A pesar de que en general se reconoce que el aerosol en suspensión, pulverulento, ofrece bastantes ventajas con respecto a la solución de los productos aerosol de tipo espuma y que ha venido acompañado de un grado moderado de éxito comercial, se reconoce también que están asociados
20. diversos problemas con el empleo de este tipo de producto en aerosol.
- 25.

30. Los principales problemas asociados con las composiciones de aerosol en polvo consisten en la aglomeración y decantación de las partículas en polvo suspendidas. Estos fenómenos se presentan más frecuentemente inmediatamente después

410373



- de preparar la suspensión o en un intervalo de tiempo corto después de dicha preparación. Esta aglomeración junto con la sedimentación de los materiales en polvo, hace que sea difícil la redispersión, taponando las válvulas y produciéndose una distribución desigual del polvo sobre la superficie deseada.
5. A pesar de que los efectos de aglomeración y sedimentación pueden remediarse en cierto grado sacudiendo el recipiente de aerosol antes de su empleo, ésto no constituye una solución satisfactoria para el problema, puesto que ciertas encuestas han demostrado que la mayoría de los usuarios de aerosoles no sacuden adecuadamente los recipientes o dejan de sacudirlos antes de su empleo.
10. Algunas ventajas atribuidas al empleo de aerosoles en polvo, además de su conveniencia, son: la posibilidad de pulverizar polvos homogéneamente y económicamente sobre una superficie requerida, uniformemente y con un desperdicio mínimo, por ejemplo, antitranspirantes, polvos para niños, polvos para pies, etc.; facilidad de aplicación a superficies inaccesibles o difíciles de alcanzar; falta de exposición a una contaminación bacteriana con lo cual se permite la preparación de productos estériles; y la protección contra la deterioración atmosférica debido a humedad u oxidación, con lo cual se obtiene un producto que posee una vida en almacenamiento prolongada.
15. Al objeto de remediar los problemas anteriores, se ha llevado a cabo una cantidad considerable de trabajo, incluyendo, por ejemplo, la utilización de agentes de masa o de suspensión al objeto de facilitar el llenado del espacio vacío existente en las partículas suspendidas, la introducción de
20. materiales en la suspensión al objeto de proporcionar un desli-
- 25.
- 30.



zamiento entre las partículas y lubricar las partes componentes de la válvula del aerosol, y la regulación del tamaño de partícula, en función de la naturaleza de la suspensión de polvo. A pesar de que este trabajo ha mejorado la estabilidad de los productos en polvo de aerosoles, en cierto grado, es evidente que las composiciones pulverulentas en aerosol disponibles actualmente se encuentran todavía acosadas por los problemas anteriormente descritos.

Ejemplos de productos que actualmente se encuentran en el mercado en forma de un aerosol en polvo, incluyen anti-transpirantes, antisépticos, fungicidas, antibióticos, insecticidas, polvos para pies, pinturas, extinguidores del fuego, lubricantes, así como una diversidad de preparados cosméticos.

TECNICA ANTERIOR

Existe una cantidad considerable de técnicas relacionadas con el empleo de agentes de suspensión de tipo arcilla en sistemas pulverulentos en aerosol. Véase, por ejemplo, la Patente británica nº 1.167.173, Spitzer et al, Patente USA nº 3.088.874 concedida el 7 de mayo de 1.963 a Geary et al y Patente USA nº 3.218.263 concedida el 16 de noviembre de 1.965 a Boyle et al.

RESUMEN DE LA INVENCION

Sorprendentemente, se ha descubierto que es posible obtener composiciones en polvo en aerosol que poseen características enormemente mejoradas, mediante la incorporación en las mismas de una composición de agente de suspensión que contiene un propulsor, preparada mediante un proceso que comprende combinar un agente de masa seleccionado del grupo consistente en arcillas de montmorillonita y arcillas de montmorillonita tratadas hidrofobicamente, con al menos una porción de

41-0373



- la cantidad de propulsor de aerosol empleado en la composición final, y someter a continuación a dicha combinación a un mezclado de elevado esfuerzo cortante durante un periodo de tiempo suficiente para conseguir la dispersión uniforme del agente de masa. Los ingredientes deseados restantes pueden combinarse a continuación para conseguir la composición deseada. La mezcla completa puede envasarse entonces en un recipiente de aerosol adecuado, con el resto del propulsor deseado, el cual puede ser igual o diferente al utilizado para preparar la composición de agente de suspensión, siendo añadido de forma conocida en la técnica.
- 5.
- 10.

- Las composiciones en polvo en aerosol que utilizan la composición de agente de suspensión conteniendo propulsor, preparada por el proceso de la presente invención, poseen unas características enormemente mejoradas con respecto a las composiciones en polvo en aerosol, similares, que no contienen la composición preparada de acuerdo con el proceso de la presente invención. Dichas mejoras se evidencian por los niveles de suspensión significativamente superiores, velocidades de sedimentación inferiores y por una aglomeración inferior, siendo el efecto neto el de producirse un menor taponamiento, una menor formación de depósitos en el fondo y una distribución de producto más uniforme, incluso cuando el recipiente de aerosol no es sacudido bien o no es sacudido en absoluto. Igualmente, en los casos en donde se ha producido cierta sedimentación debido a la no utilización durante un periodo de tiempo prolongado, las composiciones pulverulentas en aerosol que contienen la composición de agente de suspensión, preparada por el proceso de la presente invención, se redispersan más fácilmente mediante una agitación normal que los productos conocidos en la
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

41-0373



técnica que no contienen la citada composición de agente de suspensión. El procedimiento de la presente invención tiene la ventaja adicional de que el producto pulverulento de aerosol, deseado, puede prepararse en corto tiempo.

5. Ejemplos de productos pulverulentos de aerosol que pueden ser preparados utilizando la composición de agente de suspensión que contiene propulsor, preparada mediante el procedimiento de la presente invención, incluyen cosméticos y productos de tocador, tales como antitranspirantes, polvos para niños, cremas bronceadoras, desodorantes, champús secos, polvos dentales (limpiadores y adhesivos), sombras para ojos, pulverizaciones para el cabello conteniendo tintes, polvos para la higiene íntima, barras de labios, protectores contra el sol, pulverizaciones de talco (y formas variadas de los mismos, tales como fórmulas para el masaje en deportistas), cremas de base pigmentada, y dentífricos, productos médicos y farmacéuticos, tales como lociones de calamina, inhalaciones nasales y orales y pulverizaciones locales, aerosoles para alimentos, tales como pulverizaciones coloreadas para pasteles y decoloraciones para el mazapán, pulverizaciones de especias y una diversidad de productos en polvo de aerosoles, tales como abrillantadores de coches, sistemas de molienda con polvo diamante, limpiadores de géneros, pulverizaciones en polvo para la detección de defectos, extinguidores del fuego, lacas (de color metálico), pulverizaciones lubricantes (por ejemplo basadas en grafito), pulverizaciones de pinturas, productos de limpieza para ventanas y polvos abrasivos desinfectantes de cuartos de baño.

20. A pesar de que no todos los productos indicados anteriormente producen polvos secos cuando se distribuyen,
- 30.



sin embargo dichos productos son aerosoles en polvo incluso en el caso de que no sean pulverizaciones en polvo.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

5. En su aspecto más amplio, la presente invención se relaciona con un procedimiento para la preparación de una composición de agente de suspensión que contiene un propulsor, útil para las composiciones pulverulentas en aerosol, cuyo proceso comprende:
- (A) combinar en un recipiente adecuado:
10. (1) de 0,1 a 3 % aproximadamente de un agente de masa seleccionado del grupo consistente en arcillas de montmorillonita y arcillas de montmorillonita tratadas hidrofobicamente;
15. (2) de 0 a 0,45 partes en peso, por parte en peso de agente de masa, de un líquido polar seleccionado del grupo consistente en metanol, etanol y carbonato de propileno; y
20. (3) un propulsor no tóxico, licuable, anhidro que constituye el resto, seleccionado del grupo consistente en hidrocarburos no halogenados, fluorhidrocarburos y clorofluorhidrocarburos, cloruro de metileno y mezclas de los anteriores;
- y (B) someter dicha combinación a un mezclado con elevado esfuerzo cortante durante un periodo de tiempo suficiente para conseguir una dispersión uniforme del agente de masa.
25. Preferiblemente, el líquido polar está presente en una relación en peso de 0,33 - 0,45:1 aproximadamente de aditivo polar a agente de masa. Cuando se utilizan metanol (solución acuosa al 95 %) o carbonato de propileno, la relación preferida es de 0,33:1 aproximadamente. Cuando se utiliza el etanol (solución acuosa al 95 %), la relación preferida es de 0,45:1
30. aproximadamente.



5. Los agentes de masa adecuados para utilizarse en el proceso de la presente invención, se eligen del grupo consistente en arcillas de montmorillonita y arcillas de montmorillonita tratadas hidrofobicamente. Las arcillas de montmorillonita son aquellas que contienen montmorillonita mineral y se caracterizan por poseer una red expansionante. Ejemplos de estas arcillas incluyen las bentonitas, hectoritas y silicatos de magnesio-aluminio coloidales.

10. La bentonita es coloidal, silicato de aluminio hidratado obtenido a partir de montmorillonita y tiene la fórmula $Al_2O_3 \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O$. Una descripción más detallada de bentonitas puede encontrarse en Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 2ª Edición, Vol. 3, (1964) páginas 339-360, publicada por Interscience Publishers, la cual se incorpora aquí con fines de referencia.

15. La hectorita, igualmente una arcilla de montmorillonita, se diferencia de la bentonita en que existe casi una sustitución completa de aluminio en la estructura de la bentonita, por magnesio, y, en adición, por la presencia de litio y fluor.

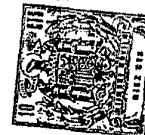
20. Los silicatos de magnesio-aluminio son complejos de silicato de magnesio-aluminio coloidal más ricos en magnesio que en aluminio. Los silicatos de magnesio-aluminio se encuentran disponibles en el comercio por el nombre Veegum[®] (R.T. Vanderbilt Co.).

25. Los agentes de masa preferidos para utilizarse en la presente invención son ciertas arcillas de montmorillonita tratadas hidrofobicamente, por ejemplo, las bentonitas hidrófobas disponibles bajo el nombre comercial "Bentone". Bentone[®]

30. se prepara haciendo reaccionar bentonita, en un sistema inter-



- cambiador de cationes, con una amina. Se hacen reaccionar distintas aminas para obtener una diversidad de Bentones, que pueden igualmente diferir en cuanto a las proporciones de SiO_2 , MgO y Al_2O_3 . Ejemplos específicos de Bentones que caen dentro
5. del alcance de la presente invención, son: Bentone-38 [®], Bentone-34 [®], Bentone-27 [®], Bentone-14 [®], y Bentone-LT [®], los cuales tienen un tamaño de partícula inferior a 5 micras aproximadamente y se encuentran disponibles en el comercio a partir de la National Lead Company. Se prefiere en la mayoría
10. de los casos el empleo de Bentone-38 [®].
- La composición de agente de suspensión que contiene propulsor, preparada mediante el proceso de la presente invención, contiene de 0,1 a 3 % en peso aproximadamente del agente de masa, con preferencia 1,5 % en peso aproximadamente. Por
15. debajo del 0,1 % aproximadamente, la composición formada mediante el proceso de la presente invención, pierde algunas de sus propiedades deseables de realzamiento de la suspensión, mientras que el empleo de los agentes de masa, en el presente proceso, en cantidades superiores al 3 % aproximadamente, se
20. traduce en una composición que es demasiado espesa y que posee unas características de realzamiento disminuidas.
- A pesar de que no constituye un factor crítico para el presente procedimiento, es preferible utilizar un líquido polar para facilitar la obtención de la máxima eficacia de
25. dispersión. Ejemplos de aditivos polares preferidos incluyen metanol (solución acuosa al 95 %), etanol (solución acuosa al 95 %) y carbonato de propileno. El etanol es el compuesto más preferido, en una relación de aproximadamente 0,45:1 con respecto a la cantidad de agente de masa presente. El metanol y
30. el carbonato de propileno están preferiblemente presentes en



una relación de aproximadamente 0,33:1 de aditivo polar:agente de masa.

5. El propulsor útil en la presente invención, puede ser un propulsor de hidrocarburo no halogenado, de clorofluorhidrocarburo o de fluorhidrocarburo, anhidro, licuable y no tóxico. Ejemplos de tales propulsores son: tricloromonofluor-
10. metano (propulsor 11), diclorodifluormetano (propulsor 12), diclorotetrafluoretano (propulsor 114), monoclorodifluormetano (propulsor 22), monoclorodifluoretano (propulsor 142b), tri-
15. clorotrifluoretano (propulsor 113), propano, butano, isobutano, 1,1-difluoretano, 1,1-difluor-1-cloracetano, dicloromonofluor-
20. metano (Freon 21) y cloruro de metileno, empleados por sí solos o en mezcla. Los propulsores preferidos para utilizarse en el proceso de la presente invención, incluyen tricloro-
trifluoretano, diclorotetrafluoretano y tricloromonofluor-
metano, siendo el más preferido el tricloromonofluormetano (propulsor 11), debido principalmente a su punto de ebullición más elevado. El propulsor completa el resto de la composición. Los propulsores anteriores son todos ellos comercialmente disponibles bajo distintos nombres comerciales.

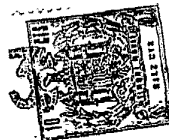
25. Los compuestos anteriores se combinan en un recipiente adecuado, estando gobernada la elección del mismo por factores tales como tamaño del lote y de la aplicación o no de enfriamiento, calor y/o presión si se desea. La combinación se
30. somete entonces a mezclado utilizando un equipo de mezclado de elevado esfuerzo cortante. El mezclado con elevado esfuerzo cortante es necesario para llevar a cabo la máxima dispersión del agente de masa en el propulsor, la cual puede que no se consiga utilizando métodos de mezclado en ausencia de esfuerzo cortante. El concepto de mezclado con esfuerzo cortante ya es

-410373



bien conocido en la técnica. Una explicación del mezclado con esfuerzo cortante puede encontrarse en diversas referencias de Ingeniería Química, una de las cuales es Chemical Engineering, Vol. 2, 2ª Edición de Coulson y Richardson.

5. El término "mezclado con elevado esfuerzo cortante" se relaciona con un grado de mezclado con esfuerzo cortante que puede ser realizado utilizando diversos medios conocidos. El grado de mezclado con esfuerzo cortante elevado no es típico en la presente invención y las composiciones de la presente invención
10. pueden conseguirse fácilmente utilizando una variedad de equipos que poseen una gama de capacidades de mezclado con esfuerzo cortante. Ejemplos de equipos de mezclado de elevado esfuerzo cortante, adecuados, son las bombas de esfuerzo cortante, molinos coloidales, mezcladores de esfuerzo cortante en línea,
15. dispersadores y mezcladores para la formulación a pequeña escala. El mezclado con esfuerzo cortante deberá continuarse hasta obtener la uniforme dispersión del agente de masa. El punto de máxima dispersión se consigue cuando se alcanza una viscosidad constante en cierto grado.
20. El punto de máxima dispersión puede medirse determinando periódicamente la viscosidad, empleando cualquier instrumento medidor de viscosidades, tal como el viscosímetro Brookfield Synchro-Lectric. El periodo de tiempo necesario para conseguir la máxima dispersión es variado y depende no solamente
25. de la composición deseada sino también del tipo de instalación de esfuerzo cortante empleada y de las condiciones bajo las cuales se lleva a cabo el mezclado con esfuerzo cortante, es decir, de la temperatura y presión utilizadas. Igualmente, deberá observarse que la eficacia de la instalación de esfuerzo
30. cortante estará en función de la viscosidad y cantidad de



dispersión obtenida. El mezclador de esfuerzo cortante "en línea" ha resultado ser el más eficaz para grandes lotes de preparados.

5. A pesar de que es satisfactorio realizar el mezclado con esfuerzo cortante utilizando recipientes abiertos, es preferible que el recipiente contenga también un mecanismo de enfriamiento. Esto es deseable ya que los puntos de ebullición de algunos de los propulsores adecuados para utilizarse en este proceso, son de la temperatura ambiente aproximadamente, mientras que la mayoría de los propulsores que tienen puntos de ebullición considerablemente inferiores a la temperatura ambiente. El enfriamiento de la mezcla por debajo del punto de ebullición del propulsor reduce al mínimo las pérdidas de propulsor debidas a vaporización.

10. La etapa de mezclado con esfuerzo cortante de la presente invención puede realizarse también utilizando la aplicación de calor y presión a la mezcla en un recipiente cerrado. La cantidad necesaria de calor y presión dependerá del tipo de propulsor empleado y de la formulación particular deseada. La selección de las condiciones apropiadas de calor/presión es fácilmente determinable por aquellas personas expertas en la técnica. Este método, y a pesar de que es el más complicado, facilita el esfuerzo cortante y en consecuencia disminuye el tiempo de mezclado con esfuerzo cortante. El tipo de recipiente empleado no constituye un factor crítico.

15. La composición resultante es una composición de agente de suspensión, que contiene un propulsor, la cual, cuando se incorpora en una composición de aerosol en polvo como anteriormente se ha mencionado, imparte a la misma propiedades de suspensión enormemente realizadas.

20.

25.

30.

410373



- Además de los ingredientes esenciales anteriores, pueden incorporarse ingredientes adicionales, tales como un material activo en polvo particulado, con los compuestos esenciales y preferidos en la etapa (A) anterior, antes del mezclado con esfuerzo cortante de la etapa (B). La naturaleza de los ingredientes adicionales dependerá de la composición deseada del aerosol. No obstante, es preferible mezclar los ingredientes esenciales y preferidos antes de la incorporación de ingredientes adicionales, ya que la incorporación total se traduce en cierta pérdida del realzamiento de la suspensión. Sin embargo, la mezcla de todos los ingredientes esenciales y no esenciales, antes del mezclado con esfuerzo cortante, se traduce en una composición de aerosol que posee características de suspensión realzadas, como más adelante se demostraré.
- 5.
- 10.
15. Por ejemplo, la composición de agente de suspensión de la presente invención, puede utilizarse en una composición antitranspirante en aerosol, en polvo. Dicha composición en aerosol podría contener, además de la composición de agente de suspensión, un material activo antitranspirante en polvo, líquidos emoliente-vehículos, agentes de suspensión adicionales, opcionales, agentes antimicrobiales, agentes colorantes y perfumes. Estos ingredientes pueden añadirse en la etapa (A) anterior o después de la formación de la composición de agente de suspensión que contiene propulsor obtenida en la etapa (B).
- 20.
25. De cualquier modo, después de mezclarse conjuntamente todos los ingredientes deseados, la composición se encuentra lista para colocarse en el recipiente de aerosol deseado y llenarse a continuación al nivel deseado con un propulsor apropiado.
30. Los siguientes ejemplos ilustran adicionalmente la eficacia mejorada y las versiones preferidas de la presente



invención. Dichos ejemplos no deben ser considerados como limitativos, ya que para aquellas personas expertas en la técnica serán evidentes ciertas variaciones de la presente invención.

EJEMPLO 1

5. Se prepara una composición de agente de suspensión, para utilizarse en composiciones de aerosol en polvo, de la siguiente forma:

Se combinan 1,5 g de Bentone-38[®] con 150 g de propulsor 11 (tricloromonofluorometano) en un mezclador Osterizer. El mezclador se cierra y se conecta para proceder al "licuado" durante aproximadamente 1 minuto. La mezcla resultante consiste en una composición de agente de suspensión que contiene propulsor, uniforme, deseable para utilizarse en diversas formulaciones de aerosol en polvo.

15. EJEMPLO 2

Se prepara un lote de 45 kg de una composición de agente de suspensión que posee la siguiente composición:

<u>Ingrediente</u>	<u>% en peso</u>
Bentone-38 [®]	1,5
20. Etanol (solución acuosa al 95 %)	0,675
Propellant 11 (tricloromonofluorometano)	resto

El Bentone-38[®], etanol y propulsor 11, se colocan en un recipiente abierto que contiene una camisa de refrigeración. El recipiente se conecta a un mezclador en línea Chemineer y la mezcla se mezcla con esfuerzo cortante hasta que la mezcla obtenida tiene una viscosidad esencialmente constante de 800 cp. aproximadamente, medida por un viscosímetro Brookfield. Durante el esfuerzo cortante, el recipiente se enfría a 21°C aproximadamente. La mezcla resultante es una composición de agente de suspensión que contiene propulsor

25.

30.

41-0373



que impartirá características de suspensión mejoradas a una composición de aerosol en polvo en la que haya de incorporarse.

5. Se utiliza el proceso del ejemplo 2, excepto que el Bentone-38[®] se reemplaza por cantidades equivalentes de otras arcillas de montmorillonita seleccionadas del grupo consistente en bentonitas, hectoritas y silicatos de magnesio-aluminio coloidales; y arcillas de montmorillonita hidrofobamente tratadas seleccionadas del grupo consistente en Bentone-34[®], Bentone-27[®], Bentone-14[®] y Bentone-LT[®]. En cada caso, se obtiene una composición de agente de suspensión que contiene propulsor, deseable, para utilizarse con las composiciones de aerosol en polvo.

15. Las composiciones de agente de suspensión se preparan de acuerdo con el proceso del ejemplo 2, excepto que la solución acuosa de etanol es reemplazada por una cantidad de 0,5 % en peso de carbonato de propileno y metanol (solución acuosa al 95 %), respectivamente. En cada caso, se obtiene una composición de agente de suspensión deseable.

20. El procedimiento del ejemplo 2 se utiliza para preparar composiciones de agente de suspensión, excepto que el propulsor 11 es reemplazado, en cada caso, por una cantidad equivalente de diclorodifluormetano, diclorotetrafluoretano, monoclorodifluormetano, monoclorodifluoretano, triclorotri-
25. fluoretano, propano, butano, isobutano, 1,1-difluoretano, 1,1-difluor-1-cloroetano, dicloromonofluormetano y cloruro de metileno. En función del propulsor particular empleado, la mezcla se enfría por debajo del punto de ebullición del propulsor respectivo. En cada caso, la composición resultante es deseable
30. para utilizarse en composiciones de aerosol en polvo im-



partiendo a las mismas unas características de suspensión enormemente realizadas.

EJEMPLO 3

5. Se prepara una composición antitranspirante en aerosol, en polvo, utilizando una composición de agente de suspensión que contiene propulsor, de la forma siguiente:

Se añaden 0,67 g de agua destilada a 12,83 g de etanol (SDA #40) para formar una solución acuosa al 95 %. Se disuelve 1 g de ácido cítrico monohidratado en esta solución, en un vaso de precipitados de 50 ml. Esta mezcla, junto con 903 g de propulsor 11 (tricloromonofluorometano), 30 g de Bentone-38[®], 175 g de ftalato de dibutilo, 5 g de hexaclorofeno, 250 g de un complejo de hidroxiclورو de aluminio/hidroxiclورو de zirconio (agente activo antitranspirante) y 10 g de perfume, se coloca en un mezclador Osterizer. La mezcla se somete a esfuerzo cortante en el mezclador cerrado, durante 1 minuto aproximadamente, a la velocidad de "licuación" a temperatura ambiente. Se añaden entonces 40 g de este concentrado a una botella de cristal para aerosol revestida con plástico Wheator. En la botella, se llenan a presión 102 g de la mezcla propulsora 11/12 (50/50). La botella se sacude. Después de 24 horas, la altura de suspensión era de un 50 % aproximadamente.

EJEMPLO 4

25. Se prepara una composición antitranspirante, en aerosol, en polvo, de la siguiente manera:

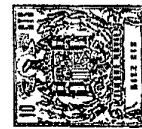
Se disuelve 1 g de ácido cítrico monohidratado en 13,5 g de una solución acuosa al 95 % de etanol en un vaso de precipitados de 50 ml. Se introducen en un mezclador Osterizer, 903 g de propulsor 11 (tricloromonofluorometano), 30 g de Bentone-38[®] y la solución anterior. El mezclador se cubre y



5. se conecta para proceder al "licuado" durante 1 minuto aproximadamente, para llevar a cabo el mezclado con esfuerzo cortante. A esta mezcla se añaden 175 g de ftalato de dibutilo, 5 g de hexaclorofeno, 250 g de un complejo de hidroxiclорuro de aluminio e hidroxiclорuro de zirconio y 10 g de perfume. El mezclador se conecta de nuevo durante otros 15 segundos aproximadamente. Se coloran 40 g de este concentrado en una botella de cristal para aerosol, revestida con plástico Wheaton. En la botella, se llenan a presión 102 g de una mezcla propulsora 11/12 (50/50). La botella se sacude y se deja reposar durante 24 horas. Transcurrido este periodo, la altura de la suspensión era del 65 % aproximadamente.

EJEMPLO 5

15. Se prepara una composición antitranspirante, en aerosol, en polvo, utilizando una composición de agente de suspensión que contiene propulsor, de la siguiente manera:
20. Se disuelve 1 g de ácido cítrico monohidratado en 12,83 g de etanol (SDA #40) y 0,67 g de agua destilada, en un vaso de precipitado de 50 ml. Una porción de 2,9 g de esta mezcla, junto con 180,6 g de propulsor 11 (tricloromonofluorometano) y 6,0 g de Bentone-38[®], se colocan en un mezclador Osterizer y se cierra la parte superior. La mezcla se mezcla con esfuerzo cortante moviendo el mezclador para proceder a la "licuación" durante 1 minuto aproximadamente. Se añaden
25. 35 g de ftalato de dibutilo, 50 g de un complejo de hidroxiclорuro de aluminio/hidroxiclорuro de zirconio, 1 g de hexaclorofeno y 2 g de perfume y se procede al mezclado durante 15 segundos más. Se colocan 40 g de este concentrado en un recipiente para aerosol, revestido con plástico Wheaton y se
30. llenan a presión en dicha botella 102 g de una mezcla propul-



sora 11/12 (50/50). La botella se sacude y se deja reposar durante 24 horas. Después de 24 horas, la altura de la suspensión era del 80 %.

5. Se utiliza el proceso del ejemplo 5 excepto que el Bentone-38[®] se reemplaza por cantidades equivalentes de otras arcillas de montmorillonitas seleccionadas del grupo consistente en bentonitas, hectoritas y silicatos de magnesio-aluminio coloidales; y arcillas de montmorillonita hidrofobamente tratadas seleccionadas del grupo consistente en
10. Bentone-34[®], Bentone-27[®], Bentone-14[®], y Bentone-LT[®]. En cada caso, el aerosol en polvo resultante posee características de suspensión deseables.
15. Se preparan composiciones de aerosol en polvo que contienen una composición de agente de suspensión conteniendo un propulsor, de acuerdo con el proceso del ejemplo 5, excepto que la solución acuosa de etanol se reemplaza por carbonato de propileno y metanol (solución acuosa al 95 %) en una cantidad tal que se mezclan 2 g con los 6 g de Bentone-38[®]. Se obtiene una composición antitranspirante, en polvo, deseable,
20. que posee características de suspensión realzadas.
25. Se utiliza el proceso del ejemplo 5 excepto que el propulsor 11 se reemplaza, en cada caso, por una cantidad equivalente de diclorodifluorometano, diclorotetrafluoretano, monoclorodifluorometano, monoclorodifluoretano, triclorotrifluoretano, propano, butano, isobutano, 1,1-difluoretano, 1,1-difluor-1-cloroetano, dicloromonofluorometano y cloruro de metileno. En función del propulsor particular empleado, la mezcla se enfría por debajo del punto de ebullición del propulsor respectivo. En cada caso, se obtiene un antitranspirante en
30. polvo, deseable, con características de suspensión mejoradas.

410373

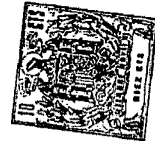


EJEMPLO 6

Para demostrar las características de suspensión realizadas que se pueden obtener mediante el procedimiento y la composición resultante de la presente invención, se prepara una composición antitranspirante utilizando un agente de suspensión convencional y un procedimiento de preparación, como sigue:

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- Se añaden 0,67 g de agua destilada a 12,83 g de etanol (SDA #40) en un vaso de precipitados de 50 ml. A continuación, se disuelve 1 g de ácido cítrico monohidratado en la solución acuosa de etanol. Esta solución, junto con 400 g de ftalato de dibutilo y 30 g de Bentone-38[®], se coloca en un mezclador Osterizer y se mezcla a la velocidad de "licuación" durante 1 minuto aproximadamente. A continuación, se añaden 250 g de un complejo de hidroxiclорuro de aluminio/hidroxiclорuro de zirconio, 5 g de hexaclorofeno y 10 g de perfume, mezclándose durante 15 segundos más. Se colocan 22 g de la mezcla resultante en una botella de cristal, para aerosol, revestida con plástico Wheaton. En la botella, se introducen a presión 120 g de una mezcla propulsora 11/12 (60/40). La botella se sacude y se deja reposar durante 24 horas. Transcurridas las 24 horas, la altura de la suspensión era del 30 %.

- 25.
- Quando se compara con las composiciones similares representadas por las composiciones y procedimiento de la presente invención, preparadas como en los ejemplos 3-5, son fácilmente evidentes los niveles de suspensión significativamente realizados que pueden obtenerse mediante el proceso y composiciones de esta invención.



N O T A

=====

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con el No. de Ser. 216.991 de 11 de enero de 1972, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES DE AGENTES DE SUSPENSION CONTENIENDO PROPULSORES; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1.- Procedimiento para preparar composiciones de agentes de suspensión conteniendo propulsores, útiles para composiciones de aerosol en polvo, caracterizado porque comprende (A) combinar en un recipiente adecuado: (1) de 0,1 a 3 % en peso, aproximadamente, de un agente de masa seleccionado del grupo consistente en arcillas de montmorillonita y arcillas de montmorillonita tratadas hidrofólicamente; (2) de 0 a 0,45 partes en peso, por parte en peso del agente de masa, de un líquido polar seleccionado del grupo consistente en metanol, etanol y carbonato de propileno; y (3) el resto completado por un propulsor anhidro licuable seleccionado del grupo consistente en hidrocarburos no halogenados, fluorhidrocarburos, cloro-fluorhidrocarburos, cloruro de metileno y mezclas de los mismos; y (B) someter dicha combinación a un mezclado de elevado esfuerzo cortante durante un periodo de tiempo suficiente para conseguir una dispersión uniforme del agente de masa.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

MLG

-410373



- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la relación en peso de líquido orgánico polar a agente de masa es de 0,33:1 a 0,45:1.
5. 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el líquido orgánico polar contiene hasta 5 % de agua, con respecto al peso del líquido orgánico polar.
- 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el líquido polar es etanol presente en una relación de 0,45:1 con respecto a la cantidad de agente de masa.
10. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente de masa es una arcilla de montmorillonita tratada hidrofobicamente.
- 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la arcilla de montmorillonita tratada hidrofobicamente se elige del grupo consistente en Bentone-38[®], Bentone-34[®], Bentone-27[®], Bentone-14[®], Bentone-IT[®].
15. 7.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la arcilla de montmorillonita tratada hidrofobicamente es Bentone-38[®] presente en una cantidad de 1,5 % en peso aproximadamente.
20. 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el propulsor anhidro licuable se elige del grupo consistente en tricloromonofluorometano, diclorodifluorometano, diclorotetrafluoretano, monoclorodifluorometano, monoclorodifluoretano, triclorotrifluoretano, propano, butano, isobutano, 1,1-difluoretano, 1,1-difluor-1-cloroetano, diclorofluorometano, cloruro de metileno y mezclas de los anteriores.
25. 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el propulsor anhidro licuable se elige del grupo consistente en tricloromonofluoretano, diclorotetrafluor-
- 30.

MCE

410373



etano y tricloromonofluorometano, y mezclas de los anteriores.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el propulsor anhidro licuable es tricloromonofluorometano.

5. 11.- Procedimiento para preparar composiciones de agentes de suspensión conteniendo propulsores, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 22 hojas escritas a máquina por una sola cara.

24 MAR. 1973

10.

Madrid,

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.

J. GÓMEZ ACEBO Y MOJER
p. p. Firmador L. Gestia Firmador

mgc