

338651



PATENTE DE INVENCIÓN

Que por veinte años se solicita para España y sus provincias de ultramar, se solicita a favor de THE NATIONAL CASH REGISTER COMPANY, de nacionalidad estadounidense, domiciliada en DAYTON, OHIO, Estados Unidos de América, por: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR EN MASA CAPSULAS DIMINUTAS INDIVIDUALES "

Mémoire descriptiva

Esta invención se refiere a un procedimiento para preparar en masa cápsulas diminutas que tienen como paredes material hinchable por agua, polimérico e hidrófilo y que se calientan para facilitar su aislamiento como antes mínimos y de paredes rígidas, sin que se aglutinen



amontonen o agreguen .

10 Los materiales hidrófilos poliméricos que forman las paredes de la cápsula son usualmente gelatinas y un material complejo, y resultan de una inter-acción de polaridad eléctrica entre soluciones de gelatinas y un segundo material coloidal ionizable hidrófilo. La formación de esta cápsula por apilamiento es bien conocida en el arte de la micro-encapsulacion.

15 La cápsula con paredes de un material hidrófilo polimérico que se preparan de una solución acuosa de la misma, existen en el medio de fabricación acuosa como entes que tienen un alto porcentaje de agua de reserva en el material polimérico de las paredes de la cápsula. Para aislar estas entes como cápsulas individuales, de paredes 20 rígidas y no aglutinantes, entre sí, la pared polimérica que ha sido colocada alrededor del núcleo debe de estar perfectamente seca. Los materiales hidrófilos poliméricos en el proceso de secado, pasan a través de un estado pegajoso. En este estado pegajoso, las cápsulas tienen 25 tendencia a unirse y secarse en grupos, en lugar de

29 MAR 1951
U.S. PATENT OFFICE

como entes individuales. Aunque en muchos usos finales
de materiales encapsulados se utilizan con éxito grupos
o apilamientos de cápsulas, existe un cierto número de
usos para materiales encapsulados en la forma de libre
30 flujo y entes de paredes rígidas e individuales, parti-
cularmente de dimensiones mínimas, cuyo tamaño varia des-
de menos de una micra hasta mayores de mil micras.

En la invención presente, las cápsulas formadas
según el mencionado proceso de apilamiento, son tratadas
35 en un vehículo líquido con uno o más materiales super-
ficieactivos catiónicos para reducir así la tendencia
a aglutinarse.

Los materiales "superficieactivos " son compues-
tos químicos que tienen en sus estructuras moleculares,
40 regiones hidrofílicas y otras repulsivas al agua y que,
debido a ello tienen la capacidad de reducir considerabla-
mente la energía interfacial entre el agua y una segunda
superficie de otro material, en este caso, la gelatina.
Para la realizaciones de este invento, la porción repul-
45 siva al agua de las moléculas superficieactivas utiliza-

29 MAR.



das, incluye cadenas de hidrocarbones, preferentemente de
14 a 18 átomos de carbono y la porción hidrofílica de las
moléculas incluyen grupos catiónicos que se encuentran en
la forma de acetato de aminas primarias y sales de aminas
50 cuaternarias.

Así, de acuerdo con la invención se presenta aquí
un procedimiento para conseguir en serie cápsulas disminu-
tas individuales, y cada una consiste en un material nu-
clear, rodeado por una pared de material rígido, hidrofí-
55 lico y polímero, que se ha depositado como el apilamiento de
un sol acuoso del material componente de la pared poliméri-
ca, en antes del material del núcleo dispersor en él, las
paredes de la cápsula están endurecidas por la adición de
un agente de enlace mediante la cual se establece una mez-
60 cla líquida de la cápsula endurecida y el material super-
ficieactivo, y las cápsulas se secan después mediante el
drenaje y la evaporación del líquido de la mezcla.

Ejemplos de materiales superficieactivos (tenso-activos)
son las aminas grasas primarias derivadas del sebo, el se-
65 bo, el sebo hidrogenado, y las aceites o grasas vegetales,



al igual que las sales de cloruro cuaternarias, incluyen-
do el trimetil arachidil-behenil cuaternario, el sebo
hidrogenado dimetil furfuril cuaternario y el sebo di-
hidrogenado dimetil cuaternario. El nuevo tratamiento de
70 materiales polímeros hidrofílicos hinchados, tipificados
por la gelatina, se practica en cápsulas con paredes que
se han hecho insolubles por la acción del formaldehído
u otro agente de enlace gelatinoso.

Como regla general, los agentes superficieactivos son
75 añadidos para alcanzar una concentración de material ten-
soactivo del 5% al 10% en peso, sobre la base de gelati-
na presente en el sistema, aunque el 2% al 20% en peso de
material tensoactivo o más, es tolerado.

Debido a que el área de superficie de pared de la
80 cápsula relativa al peso de gelatina de una masa de cápsu-
las, aumenta con la disminución de las dimensiones de la
cápsula, es obvio que la proporción de material tensoacti-
vo al peso de gelatina, aumenta mientras que la dimensión
media de la cápsula, disminuye. La proporción del peso
85 del material tensoactivo-gelatina se efectúa de forma más

338651

MAR 196



bien amplia, teniendo esto en cuenta. No se debe temer un
exceso de material tensoactivo, aunque si se debe evitar
la escasez.

90

El tamaño de las cápsulas tratadas por el método en
esta invención varia desde menos de 5 micras hasta va-
rios miles de micras y requiere cápsulas de menos de
cien micras, el secado final efectuado por medio de un
aparato de secado por aspersión en lugar del fuelle de
base fluida. Unos quince minutos de contacto con el vehí-
culo tensoactivo y las cápsulas, es necesario, a 25 gra-
dos centigrados dá los mejores resultados.

95

Teniendo en cuenta las anteriores consideraciones
los ejemplos siguientes servirán para ilustrar de forma
más completa la invención y lo que abarca.

100

EJEMPLO I

105

En un recipiente que contiene 180 grados de una
solución acuosa al 11% en peso de gelatina de piel de
cerdo ácida de alta calidad (punto isoeléctrico de pH
8-9 fuerza de Bloom, 285-305 gramos) cuyo pH se ha ajus-
tado a 9.0 y 200 gramos de agua destilada, ambas a una



temperatura de 55 grados centigrados, se añaden 250 gra-
mos de tolueno. Se inicia la agitación, ajustandola para
obtener una gota de tolueno de unos 100 a 200 micras de
diametro. A lo anterior se añaden mientras se revuelven
110 180 gramos de una solución acuosa al 11% en peso, de
polivinil-metil-etermaleico(anhidrido) copolímero, con
viscosidad específica de 1,0 a 1,4 al 1% en peso, metil-
etil-cetona a 25 grados centígrados, con un punto de re-
blandecimiento de 200 a 225 grados centigrados y gravedad
115 específica de 1,37 y 0,8 litros de agua destilada, todo
a la temperatura de 55 grados centígrados.

El pH se reduce a 6,2 mediante el uso de ácido acé-
tico y se enfria la mezcla a 25 grados centígrados, duran-
te tres horas, después de lo cual se enfria a 10 grados
120 centigrados, y se reduce después el pH hasta 4,5. Después
de revolver durante media hora adicional, se añaden 0,2
de litro de una solución acuosa al 25% en peso, de glu-
tareldehido, y se revuelve el conjunto mientras la tem-
peratura aumenta despacio hasta la del ambiente.

125 Se detiene la agitación y las cápsulas con contenido

20 MAR.



de tolueno se van separando del líquido en equilibrio,
en una o dos horas. Se dispone del líquido y se disper-
san las cápsulas, después de lavarlas en medio litro de
agua destilada, que es luego separada. La mezcla de cáp-
130 sulas fue redispersada en una solución de medio litro de
agua destilada y 1,25 gramos de cloruro de sebo hidroge-
nado dimetil furfuril cuaternario y se revuelve todo ello
durante más de quince minutos. Después se añaden 20 gramos
de una solución acuosa al 5% en peso de amino-acetato de
135 sebo hidrogenado y se tiene la agitación durante otros
quince minutos. Se detiene la agitación para dejar que las
cápsulas se separen durante unos treinta minutos, des-
pués de lo cual se retira el líquido de equilibrio. Se se-
ca aún más la mezcla de cápsulas en un separador centrí-
140 fugo y la masa resultante de cápsulas húmedas en forma
aglomerada se dividen en pequeños apilamientos de apro-
ximadamente 6 milímetros de diámetro, extendidas sobre un
plato y secadas en un horno de aire circulante a 88 gra-
dos centígrados, durante unos sesenta a noventa minutos.
145 Se deberá observar que la combinación de materiales



tenso-activos en un cierto orden, como se describe en la presente, no es necesaria para realizar el invento, excepto para un grado de excelencia sobre los resultados ahora conocidos. Por razones que no son del todo comprendidas, la técnica y los materiales del ejemplo citado proporcionan una mayor cantidad de cápsulas que otros métodos similares a los de la presente invención. Se puede realizar la invención con todo éxito utilizando solamente uno o una combinación de los materiales tenso-activos descritos y, en el caso de utilizar más de dichos materiales, el orden de adición puede ser variado, o se pueden utilizar ambos al mismo tiempo.

EJEMPLO II

Las cápsulas para este ejemplo son preparadas de manera similar a la del ejemplo anterior. Después de la separación del líquido de quilibrio, lavado con el agua destilada y la segunda adición de medio litro de agua destilada, se añaden 2,50 gramos de cloruro cuaternario de trimetil arachidil behenil, y se revuelve el conjunto durante treinta minutos, después de lo cual se comple-



ta el proceso de forma idéntica al ejemplo anterior.

EJEMPLO III.

170

En este ejemplo, las cápsulas, de acuerdo con la preparación del ejemplo anterior, son utilizadas, pero se secan hasta forma una tarta sólida después de la segunda adición del medio litro de agua destilada. Este aglomerado de cápsulas de paredes hinchadas es desmenuzado en un volumen de un litro de petróleo, con un punto de ebullición inicial de 60 a 66 grados centígrados y un punto de ebullición final de 102 grados centígrados, en el que se han disuelto 10 gramos de acetato amínico de sebo hidrogenado. Se revuelve la mezcla durante unos treinta minutos, durante los cuales las cápsulas se dispersan y se separan entre sí. Como antes, después de que pasa el tiempo necesario de contacto con la materia tensoactiva se detiene la agitación y se retira el líquido. La mezcla se filtra para quitar más solvente y el aglomerado resultante del filtrado, se desmenuza en una pantalla para continuar con la última operación, consistente en evaporar el destilado de petróleo y el

175

180

185



agua residual en las paredes de las cápsulas, por el apa-
paso de aire a través de la pantalla.

190 Como se demuestra este ejemplo, un vehículo acuoso
de tratamiento no es necesario en la realización de esta
invención, pero el líquido en que se tratan las cápsu-
las, deberán ser capaz de disolver los materiales tenso-
activos utilizados.

EJEMPLO IV

195 En este ejemplo, las cápsulas del ejemplo anterior
son preparadas con agitación vigorosa suficiente para
formar cápsulas de cinco a veinte micras de diámetro.
Después del tratamiento con materiales tensoactivos, co-
mo demuestra el ejemplo anterior, la cápsula son secadas
por medio de un secador de rocío porque son más pequeñas.

200 Se ha seleccionado el tolueno como el material apro-
piado para encapsular en estos casos, solamente como
ejemplo no limitativo. Se entiende que la naturaleza del
material del núcleo, o fase interna, de cápsulas utili-
zadas en el método de la invención, no es importante.

205 Ya que el proceso está relacionado solamente con la con-



dición de superficie externa de la pared de la cápsula
las cápsulas que contengan cualquier material, sólido
líquido o gaseoso, pueden ser tratadas de acuerdo con
la invención.

N O T A

210 La Patente de Invención que por veinte años se so-
licita para España y sus provincias de ultramar, deberán
recaer sobre las siguientes :

REIVINDICACIONES

215 1ª.-"Procedimiento para preparar en masa capsulas
diminutas individuales", cada una de las cuales se com-
ponen de un material central, envuelto por un material de
pared rígido, hidrófilo y polimérico, que se ha deposita-
do como apilamiento de un sol acuoso del material que
forma la pared polímera, sobre entès del material del
núcleo dispersos en él las paredes de la cápsula se
220 hallan endurecidas por la adición de un agente de en-
lace, mediante el cual se establece una mezcla de cáp-
sulas endurecidas y un material tensoactivo del mismo
y las cápsulas son después desecadas mediante drenaje
y la evaporación del líquido de la mezcla.

225 2ª.-"Procedimiento para preparar en masa cápsulas



diminutas individuales", de acuerdo con la reivindicación primera caracterizado en que la concentración del material tensoactivo es del 2% al 20% en peso, basado en el total de material hidrófilo, presente en el conjunto.

230

3ª.-Procedimiento para preparar en masa cápsulas diminutas individuales ", de acuerdo con la reivindicación 1ª ó 2ª, caracterizado en que el material catiónico tensoactivo es, por lo menos, uno seleccionado de las sales primarias de aminas alifáticas que dispongan de 14 a 18 átomos de carbono en el grupo de hidrocarbóno y/o derivados de amonio cuaternario que tengan grupos alquilos o alquilos grasos con 14 a 18 átomos de carbono.

235

4ª.-"Procedimiento para preparar en masa cápsulas diminutas individuales", de acuerdo con las reivindicaciones 1ª ó 2ª, caracterizado en que la mezcla líquida contiene, como el material catiónico tensoactivo, un acetato primario de amina alifática con 14 a 18 carbonos en el grupo de hidrocarbóno y se agita durante un tiempo de 15 a 30 minutos.

245

338651



250 5ª.-"Procedimiento para preparar en masa cápsulas diminutas individuales ", de acuerdo con la reivindicación 4ª, caracterizado en que un cloruro de amonio cuaternario con grupos alquilo o alquilo graso de 14 a 18 átomos de carbono es añadido a la mezcla, la cual se agita durante un tiempo de 15 a 30 minutos.

255 6ª.-"Procedimiento para preparar en masa cápsulas diminutas individuales " de acuerdo con las reivindicaciones 1ª ó 2ª caracterizado en que la mezcla líquida contiene, como el material catiónico tensoactivo, un cloruro de amonio cuaternario con grupos de alquilos o alquilos grasos de 14 a 18 átomos de carbono el cual es agitado durante un tiempo de 15 a 30 minutos.

260 7ª.-"Procedimiento para preparar en masa cápsulas diminutas individuales " de acuerdo con la reivindicación 6ª, caracterizado en que un acetato de amina alifática primaria, con 14 a 18 átomos de carbono en el grupo del hidrocarbano es añadido a la mezcla, la cual se agita durante un tiempo adicional de 15 a 30 minutos.

265 8ª.-"Procedimiento para preparar en masa cápsulas



diminutas individuales" de acuerdo con las reivindicaciones
1ª ó 2ª caracterizado en que la mezcla líquida contiene,
como el material catiónico tensoactivo, un acetato de
amina alifática, con 14 a 18 átomos de carbono en el gru-
270 po del hidrocarbóno y un cloruro de amonio cuaternario,
con grupos alquilos o alquilos grasos de 14 a 18 carbonos,
la cual es agitada durante 15 a 30 minutos.

9ª.-PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR EN MASA CAPSULAS DI-
MINUTAS INDIVIDUALES"

275 Todo ello según queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva que consta de quince hojas, fo-
liadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, 29 de Marzo de 1967

CARLOS BALLESTERO

P.P.

338651