

380363

27 JUN 1970



| |
|------------------------|
| SECCION TECNICA |
| CLASIFICACION I. P. C. |
| CLASE <u>B01</u> |
| SUBCLASE <u>f</u> |

MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente a la solicitud de registro de una Patente de Invención que, por veinte años se solicita registrar en España, a favor de la firma FUJI PHOTO FILM CO., LTD., de nacionalidad jurídica japonesa, residente en KANAGAWA (Japon), Nº 210, Nakanuma, Minami Ashigara-Machi, Ashigara-Kamigun, -----

p o r

" PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MICROCAPSULAS CONTENIENDO ACEITE "

El presente invento se refiere a un procedimiento para preparar microcápsulas conteniendo un líquido aceitoso.

Más particularmente el presente invento se refiere a un procedimiento para preparar microcápsulas conteniendo un líquido aceitoso hidrófobo, empleando gelatina como por lo menos una clase de coloide hidrófilo en el método de coacervación compleja y se caracteriza añadiendo una solución acuosa de agente superficie activo aniónico en combinación con un agente, que impide el choque a una temperatura inferior al punto de formación de gel de la gelatina para evitar el aumento de viscosidad, causado por la reacción de

380363

27 1970



gelatina y aldehido durante el procedimiento de tratamiento previo de endurecimiento y para fomentar el tratamiento previo de endurecimiento.

5 Aquí, el término de "tratamiento previo de endurecimiento" significa una operación de convertir rápidamente el pH del sistema en alcalino para fomentar la reacción de gelatina y aldehidos (un agente endurecedor), y el término de "choque" muestra un fenómeno que, en caso de poner en práctica el tratamiento previo endurecedor de coacervado, conteniéndolo un líquido aceitoso, la viscosidad es rápidamente incrementada a un punto tal, que el pH del sistema esté
10 cercano de 6 hasta 9, siéndolo concretamente un fenómeno, en que las microcápsulas se depositan para flocular o coagular cuando la viscosidad es incrementada.

15 Los procedimientos conocidos convencionalmente para preparar microcápsulas, conteniéndolo aceite, se describen, por ejemplo, en la memoria de la patente de EE.UU. No. 2.800.457 y en la publicación de la patente japonesa No. 3875/62. El procedimiento de la patente de EE.UU. 2.800.457 comprende las fases de (1) emulsionar un aceite
20 inmiscible en agua en una solución acuosa de coloide hidrófilo para ser ionizado en agua (primera solución) (la fase emulsionadora), (2) mezclando una solución acuosa de coloide hidrófobo de la primera solución (segunda solución) en la emulsión de (1) y, o bien añadiendo agua a ello o ajustando el pH de la misma para causar coacervación, obteniéndolo así coacervados, en que el coloide es fijado a las
25 gotas individuales de aceite (la fase de coacervación), (3) enfriando los coacervados para causar la gelización de los mismos (fase de gelización), y (4) ajustando el pH de 9 a 11 y añadiendo agente endurecedor (tratamiento previo de endurecimiento). Sin embargo, aunque en la memoria descriptiva se dice que, de acuerdo con este procedimiento, el tamaño del conjunto de microcápsulas disminuye según
30

380363



la cantidad de agua se disminuye, no pueden obtenerse microcápsulas mononucleares. Esto es que el control del tamaño de microcápsula está limitado de 20-30 micras, cuando el tamaño de la gotita de aceite está dentro del alcance de 5-6 micras. Y también el procedimiento de la publicación de patente japonesa, gaceta No. 5875/1962, es uno, en que se añade un espesador, tal como acacia, tragacanto, metilcelulosa, carboximetil celulosa, silicato de aluminio y magnesio, poliglicol, glicerina, jarabe, etc. para acumular suficientemente un coloide hidrófilo rodeando la gotita de aceite en la fase (1) de la arriba descrita patente de EE.UU., es decir la fase emulsionadora. De acuerdo con este procedimiento, la coacervación sólo puede efectuarse en la más alta concentración de coloide, que aquella en la arriba mencionada patente de EE.UU. aún en el caso de que la característica de superficie de la gotita emulsionada se varíe por la coexistencia con el espesador antes de la fase de coacervación, sin embargo, las microcápsulas de mono-núcleo no pueden prepararse.

Esto se debe al hecho de que el tamaño de partícula de la micro-cápsula producida ya se ha decidido de acuerdo con la condición establecida de coacervación y, aún cuando se establezca un sistema insatisfactorio de coacervación, las microcápsulas son coaguladas (reciben un choque) en la fase de tratamiento previo de endurecimiento para endurecer la pared del coacervado.

Cualesquiera microcápsulas conteniendo el líquido aceitoso, preparado de acuerdo con estos procedimientos, son microcápsulas de multinúcleo en la forma de un racimo de uvas. Tales microcápsulas de multinúcleo tienen el defecto de que si se usan en un papel copiator sensible a la presión empleando una reacción de leuco-tinte y arcilla, la potencia de resolución de las letras coloreadas, al copiar una pluralidad de hojas, se deteriora a causa de grandes

380363



27 MAR 1970

partículas. (El mononúcleo se refiere a una única gotita de aceite emulsionado y el multi-núcleo se refiere a gotitas de aceite emulsionado agregadas). Cuando se reviste sobre papel por medio de una cuchilla de aire, las microcápsulas preparadas por estos procedimientos se someten a una acción de clasificación y por ello se varía la composición del líquido y, por lo tanto, necesita elevarse la presión de aire. Así, se obstruye el incremento de velocidad de revestimiento.

Un objeto del presente invento es crear un procedimiento para preparar microcápsulas mononucleares conteniendo un líquido aceitoso, teniendo una gran resistencia. Otro objeto del presente invento es crear un procedimiento para preparar microcápsulas, conteniendo un líquido aceitoso, por el que la velocidad de revestimiento es elevada y se abrevia la fase secadora.

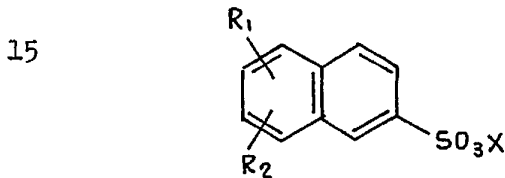
Estos objetos del presente invento pueden obtenerse formando una película de coloide de polielectrolito (la solución segunda arriba mencionada) alrededor de una gotita aceitosa hidrófoba, por el procedimiento de coacervación, para preparar coacervados y, después de gelizar la película de pared coacervada, añadiendo una solución acuosa de agente superficie activo aniónico, en combinación con un agente que impida choque, a ello.

Se ha hallado anteriormente por los mismo inventores, que compuestos, tales como carboximetil éter (sal de sodio), éster de sulfato (sal de sodio), y éster de fosfato (sal de sodio) de celulosa; carboximetil éter (sal de sodio) éster de sulfato (sal de sodio) y éster de fosfato (sal de sodio) de almidón; carboximetil-éter (sal de sodio) y éster de sulfato de hidroxietil celulosa; pectina, ácido péptico, sal de sodio de ácido nucléico, polivinilbenceno, derivados de ácido sulfónico, derivados de ácido poliacrílico, condensado de naftaleno ácido sulfónico-formalina, óxido de polietileno, etc.



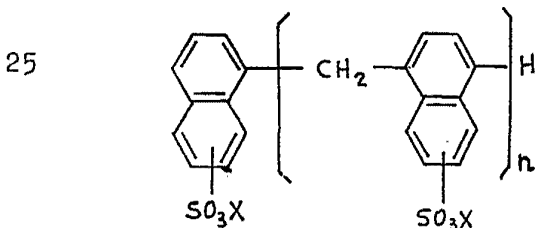
son útiles como agente para impedir choque, y ahora han hallado que los objetos arriba citados pueden alcanzarse eficazmente combinando un agente superficie activo aniónico con ello. Esto es, que la reducción de viscosidad y la elevación de viscosidad durante el periodo de conversión de pH puede impedirse ulteriormente, añadiendo una solución de mezcla de agente para impedir choque y un agente superficie activo aniónico, al sistema, inmediatamente antes de la fase de conversión de pH, añadiendo una solución acuosa de agente superficie activo al sistema, después de la adición de una solución acuosa de agente para impedir choque en comparación con el caso de añadir la solución acuosa de agente para impedir choque solamente.

El agente superficie activo aniónico del presente invento se citará a título de ejemplo como sigue:



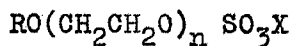
Acido naftaleno sulfónico o
Sulfonato de naftaleno de metal
de álcali

En que R_1 representa un átomo de hidrógeno, un grupo de alquilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, R_2 representa un átomo de hidrógeno, un grupo de alquilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono o un grupo de alcoxilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, y X es un átomo de hidrógeno o un metal de álcali.



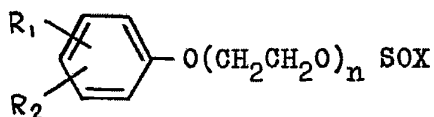
Condensado de ácido sulfónico
de naftaleno formalina

en que X representa un átomo de hidrógeno o un metal de álcali, y n es un número entero de 1 a 9.



Sal de metal de álcali de ácido
alquil-sulfúrico de polioxietileno

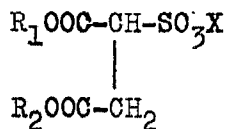
5 en que R representa un grupo de alquilo teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, un grupo arilo o un grupo alquilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, X representa un átomo de hidrógeno de un metal de álcali, n es un número entero de 5 a 25



Sal de metal de álcali de poli-
oxietileno de ácido alquilfenil
sulfúrico

10 en que R₁ representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, R₂ representa un grupo de alquilo teniendo de 1 a 18 átomos de carbono o un grupo alquilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, n es un número entero de 5 a 25 y X representa un átomo de hidrógeno o un metal de álcali.

15



Sulfosuccinato de metal de álcali

20

en que R₁ y R₂ representa un átomo de hidrógeno o un grupo de alquilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono y X representa un átomo de hidrógeno o un metal de álcali. La cantidad de agente, que evita el choque, que debe usarse, es preferentemente mayor de 1/6 del importe de gelatina seca, pero puede ser más de 1/20, cuando se combina con el agente superficie activo aniónico. Por ello puede disminuirse la viscosidad máxima durante la fase de conversión de pH a menos de 1/3 de la del sistema, que tiene agregado sólo un agente anti-choque.

25

La cantidad de agente superficie activo aniónico, que debe usarse en combinación con el agente antichoque se decide en dependencia de la cantidad de agente anti-choque, aunque es preferentemente de

30

380363²⁷



1/50 a 1/5 de la cantidad de gelatina. Por ejemplo, en el caso de usar
sal de sodio de carboximetil celulosa (2% de solución acuosa; visco-
sidad a 25°C : 13 cps; grado de eterificación : 0,72) como agente,
que evita el choque y condensado de ácido sulfónico de naftaleno-for-
malina, como un agente superficie activo aniónico, la cantidad de
5 agente superficie activo aniónico es 1/20 a 1/5 de la gelatina,
cuando la cantidad de agente, que evita el choque, es 1/10 de la de
gelatina, y el agente superficie activo aniónico es de 1/50 a 1/10
cuando el agente antichoque es 1/50. Cuando la cantidad de agente
10 superficie activo aniónico, que debe usarse, está por encima del al-
cance arriba citado, la viscosidad se incrementa durante la fase de
conversión de pH.

La figura es un gráfico mostrando el valor máximo de la viscosi-
dad después de añadir un agente, que evita el choque y durante la
15 fase de conversión de pH en caso de usar carboximetil celulosa y
ácido sulfónico de naftaleno. La abscisa muestra la cantidad de car-
boximetil celulosa usada, y la ordenada muestra el valor máximo de
la viscosidad inmediatamente después de adición del agente, que evi-
ta el choque y durante la fase de conversión de pH. 1 muestra la vis-
20 cosidad del sistema de dispersión de microcápsula, inmediatamente
después de añadir sólo carboximetil celulosa; 2 muestra la viscosi-
dad del sistema de dispersión de microcápsula inmediatamente después
de adición, en el caso de usar carboximetil celulosa en combinación
con condensado de ácido sulfónico de naftaleno-formalina; 3 muestra
25 el grado máximo de viscosidad durante la conversión del pH en el sis-
tema mostrado en 1; y 4 muestra la viscosidad máxima durante la fa-
se de conversión de pH en el sistema mostrado en 2. Como puede obser-
varse en el gráfico, el sistema, que usa carboximetil celulosa en
combinación con condensado de ácido sulfónico de naftaleno-formalina
30 tiene un efecto más notable en rebajar la viscosidad en comparación



con el sistema, que usa sólo carboximetil celulosa. Incidentalmente, la coacervación se ha efectuado bajo la siguiente condición.

- coloide de coacervado : gelatina-goma arábica
- proporción coloidal : gelatina/goma arábica = 1
- 5 pH de coacervación : 4.3
- agua de coacervación : 33.3 partes por gelatina
- gelatina : gelatina de piel de cerdo tratada
 con ácido teniendo 8,2 de punto
 isoelectrico

10 El proceso complejo de coacervación, causado por dilución de
 agua o ajuste del pH, será suficiente para preparar microcápsulas
 conteniéndo un líquido aceitoso, de acuerdo con el presente invento.
 Es decir, la formación de coacervados complejos por separación de
 fase de líquido-líquido se basa en una operación de combinar dos o
 más clases de soluciones de coloide hidrófilo y separando uno en
15 una fase rica en coloide y otro en una fase pobre de coloide. En
 este tiempo el coloide coacervado es necesario para contener por lo
 menos dos clases de coloides hidrófilos teniéndo cargas eléctricas
 inversas entre sí, pudiéndose gelizar por lo menos uno de ellos.

20 Los coloides hidrófilos se citan como ejemplos por medio de
 compuestos naturales de alto valor molecular, tales como gelatinas,
 caseina, alginato o goma arábica, y compuestos sintéticos de alto
 valor molecular, tales como copolímero de anhídrido estireno-maléico
 o copolímero de anhídrido polietileno-maléico.

25 Como un material de núcleo para microcápsula individual existen
 aceites minerales naturales, aceites animales, aceites vegetales y
 aceites sintéticos, etc. Los aceites minerales se citan como ejemplo
 por petróleo y sus fracciones, por ejemplo, queroseno, gasolina,
 nafta y aceite parafínico. Como aceites animales existen los aceites
 de pescado y aceite de manteca de cerdo. Como aceites vegetales exis
30 ten aceite de cacahuet, aceite de linaza y aceite de soja, aceite de

380363



ricino y aceite de maiz. Como aceite sintético existen difenilo clorado, parafina clorada, tricresilfosfato, dibutilftalato, etc. y como solvente orgánico existen tolueno, benceno etc. Y además, un sólido como cera y parafina pueden colocarse en microcápsulas. Con el fin de emulsionar un líquido aceitoso, que se convierte en un material de núcleo en agua se usa preferentemente un agente superficie activo aniónico, catiónico o no iónico para evitar la formación de emulsión del tipo de agua en aceite. Puede obtenerse una emulsión del tipo de aceite en agua emulsionando un líquido oleaginoso, que está convertido en un material de núcleo en una solución acuosa coloidal hidrófila, que se convierte en material de pared. El material emulsionado efectúa dilución de agua y ajuste de pH y acumula coacervados rodeando la gotita emulsionada de aceite. En este momento, con el fin de preparar microcápsulas mononucleares es preferible hacer insuficiente la condición de coacervación.

Por ejemplo, es suficiente si se efectúan tales operaciones como -1- reduciendo el importe de agua usada para dilución; -2- desviando el valor de ajuste de pH desde el valor para obtener la máxima producción de coacervados; -3- cambiando la proporción de coloide; y/o -4- añadiendo una sal de metal inorgánica u orgánica; etc. En general pueden prepararse suficientemente microcápsulas mononucleares combinando las operaciones -1- y -2-. Y si el valor ajustado de pH en -2- es el valor máximo para obtener la producción de coacervado, el importe de agua, que debe usarse para dilución puede ser pequeño y, cuando el pH ajustado fue desviado del valor óptimo, es suficiente que la cantidad de agua para dilución se incremente.

Puesto que la adición de sal inorgánica u orgánica trae consigo la reducción de la producción de coacervado, el establecimiento de otras condiciones de coacervación es más preferible que la operación de -1- ó -2-.

3803637 JUN.



Los coacervados acumulados sobre la superficie de gota de aceite después de la fase de coacervación se enfría desde el exterior del recipiente para gelizar la película de pared. Y el pH del sistema es ajustado a alcalino por adición de formaldehído para endurecer la

5 película de pared. Con el tratamiento para este endurecimiento previo la microcápsula será coagulada bajo tal condición de coacervación no suficiente para formar una microcápsula mononuclear, si está ausente un agente para evitar choque. Y el endurecimiento de la pared de la

10 microcápsula se efectúa calentando para incrementar la fuerza de resistencia al calor de la microcápsula formada. El agente para evitar choque y el agente superficie activo aniónico se añaden a una temperatura más baja que el punto de gelización de gelatina, concretamente por debajo de 20°C, y preferentemente por debajo de 15°C. El reactivo

15 superficie activo aniónico puede añadirse al sistema después de la adición del agente, que evita choque, y también estos agentes pueden añadirse simultáneamente. De acuerdo con el procedimiento del presente invento, pueden obtenerse microcápsulas mononucleares rápidamente y por el medio estable que utiliza por lo menos una gelatina de coloide coacervado.

20 Las microcápsulas preparadas de acuerdo con el procedimiento del presente invento son microcápsulas mononucleares y, por lo tanto, si se utiliza la microcápsula en papel copiator sensible a la presión, al superponer el mismo sobre un papel de arcilla, pueden disminuirse las manchas y puntos de elaboración (la fuerza de resistencia a la presión de la cápsula puede incrementarse) en comparación con las convencionales microcápsulas multinucleares y, además, la precisión copiada

25 ra de letras (el poder de resolución) al copiar con numerosas hojas puede elevarse, y la presión de aire en el revestimiento de cuchilla de aire puede rebajarse para reducir la clasificación de la cápsula,

30 y también la propiedad revestidora del líquido puede mejorarse.

380363



El presente invento se ilustrará ulteriormente con los siguientes ejemplos, pero no se limita a los mismos.

El término de "Parte" en los Ejemplos significa "parte de peso".

Ejemplo 1

5 10 partes de gelatina de piel de cerdo tratada con ácido, teniendo un punto isoeléctrico de 8,2 y 10 partes de goma arábiga se disolvieron en 50 partes de agua caliente a 40°C, y 0,15 partes de aceite rojo de Turquía se añadieron como emulsionante. Después se añadieron 0,50 partes de difenilo clorado a una solución acuosa de gelatina-goma arábiga agitando vigorosamente para emulsionarse y formar una emulsi-
10 sión del tipo de aceite-en-agua, y se interrumpió la agitación, cuando el tamaño de la gotita de aceite llegó a ser de 6 a 10 μ .

310 partes de agua caliente a 40°C fueron añadidas.

Una solución acuosa de 5% de ácido acético se añadió a gotas,
15 agitando suavemente para ajustar el pH a 4,35. El coloide acumulado alrededor de una gotita de agua se gelizó y solidificó enfriando desde el exterior del recipiente mientras se continuó la agitación. 4 partes de solución acuosa de formaldehído al 37% se añadieron cuando la temperatura del líquido alcanzó 8°C.

20 Además, 25 partes de una solución acuosa de 5% de sal de sodio de carboximetil-celulosa (Viscosidad: 16 cps/2% de solución acuosa a 25°C; Eterificación 0,75) y 6 partes de condensado de 20% de ácido sulfónico de naftaleno-formalina (Marca de comercio: Lavelin S, fabricado por Dai-ichi Seiyaku Co), como un agente superficie activo ani-
25 nico se añadieron al mismo.

Dos minutos después de la adición, mientras se continuaba la agitación se añadió a gotas durante 20 minutos una solución acuosa de hidróxido sódico al 10% para ajustar el pH del líquido a 10,5. La viscosidad de la dispersión de cápsula aumentó con el pH y alcanzó
30 el punto máximo entre 7,5 y 8,0 de pH y después se rebajó.

380363

27



Se continuó ulteriormente la agitación y la temperatura del líquido se elevó a 40°C durante 15 minutos para endurecer la película de la pared, y se obtuvo una microcápsula mononuclear, cubierta con difenilo clorado teniendo resistencia al calor de más de 125°C.

5 La viscosidad del sistema de dispersión de cápsula en fases individual es como sigue:

| | Ningún agente antichoque | Sistema independiente usando sólo agente antichoque | Agente antichoque + agente superficie activo aniónico |
|----|---|---|---|
| 10 | | | |
| | Después de adición de formaldehido | 98 cp | 98 cp |
| | Después de adición de agente anti-choque | - | 76 cp |
| 15 | | | |
| | Después de adición de agente superficie activo aniónico | - | 68 cp |
| | La máxima viscosidad durante la conversión de pH | coagulado | 135 cp |
| 20 | | | |
| | | | 47 cp |
| | | | 62 cp |

En el sistema independiente se utilizaron 60 partes de solución acuosa de 5% de carboximetil celulosa como un agente, que evita el choque. La viscosidad fue medida por medio del viscosímetro de rotación del tipo Bruckfield. Como resulta aparente de la tabla anterior, el sistema, que contiene agente que impide el choque se había coagulado en la fase de conversión de pH. El sistema independiente de agente, que impide choque, dió microcápsulas mononucleares sin causar coagulación durante la fase de conversión de pH.

30 Además, el sistema combinado con condensado de ácido sulfónico de naf

380363



taleno-formalina como agente superficie activo aniónico fue más notable en el efecto de rebajar la viscosidad y efectuar el incremento preventivo de viscosidad, tanto después de la adición, como durante la fase de conversión de pH, que en el sistema independiente.

5 Ejemplo 2.

El ejemplo 1 fue repetido usando 3 partes de sal de sodio de ácido sulfónico de naftaleno alquileno (Marca registrada: Pelex NB; fabricado por Kao Atlas Co.) en lugar de condensado de 6 partes de 20% de ácido sulfónico de naftaleno-formalina y 50 partes de una solución acuosa de 5% de sal sódica de carboximetilcelulosa en lugar de 25 partes de aquel. Como resultado, el efecto de combinar con sal sódica de ácido sulfónico de naftaleno alquileno fue notable como se muestra en la siguiente tabla.

| | Sistema independiente de agente anti-choque solo (usando 65 partes 5% de carboximetil celulosa) | Agente que evita choque + agente superficie activo aniónico |
|----|---|---|
| 15 | | |
| | 81 cp | 72 cp |
| 20 | | |
| | - | 56 cp |
| | 152 cp | 102 cp |

25 Ejemplo 3

El ejemplo 2 fue repetido usando 2,5 partes de sal sódica ácido alquilfenil sulfónico de oxietileno (marca registrada: Emal NC; fabricado por Kao Atlas Co.) como un agente superficie activo aniónico en lugar de 3 partes de sal sódica de ácido alquilnaftaleno sulfónico. Como resultado, en caso de combinar con sal sódica de ácido alquilfenil sulfónico de

380363 27



poli-oxietileno, como se muestra en la siguiente tabla, la viscosidad es casamente se aumentó y se obtuvo una microcápsula de mononúcleo.

| | | | |
|----|--|---|--|
| 5 | | Sistema independiente de agente, que evita choque, solo (usando 65 partes de 5% de carboximetil celulosa) | Agente que evita choque + agente superficie activo |
| | Viscosidad después de adición de agente que evita choque | 81 cp | 72 cp |
| 10 | Viscosidad después de adición de agente superficie activo aniónico | - | 48 cp |
| | La máxima viscosidad durante la fase de conversión de pH | 152 cp | 86 cp |

Ejemplo 4

15 El ejemplo 1 fue repetido usando 20 partes de solución acuosa de 10% de sal sódica de carboximetilo, almidón (primera materia: almidón de maiz; grado de esterificación : 0,52; viscosidad: 55 cps a 20°C por medio del viscosímetro de rotación de Bruckfield) como un agente para evitar choque en lugar de 25 partes de solución acuosa de 5% de sal sódica de carboximetil celulosa.

20 Como resultado, como se ilustra en la siguiente tabla, se obtuvo una microcápsula de mononúcleo sin incremento de viscosidad, tanto después de adición como durante la fase de conversión de pH, en comparación con el sistema independiente usando sólo carboxi-metilo-almidón.

| | | | |
|----|--|---|---|
| 25 | | Sistema independiente de agente que evita choque (usando 25 partes de 10% de almidón de carboxi-metilo) | Agente que evita choque + agente superficie activo aniónico |
| | Viscosidad después de adición de agente para evitar choque | 65 cp | 59 cp |
| | Viscosidad después de adición de agente superficie activo aniónico | - | 35 cp |
| 30 | Viscosidad máxima durante la conversión de pH | 134 cp | 58 cp |

380363



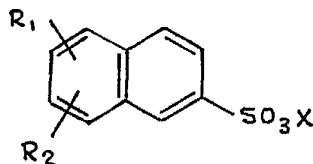
1970

N O T A

EN RESUMEN; la presente patente de invención que, por veinte años se solicita para España, debiera recaer sobre las siguientes reivindicaciones:

5 1ª.-Procedimiento para la preparación de microcápsulas conteniendo aceite, emulsionando un aceite inmiscible en agua en una solución acuosa de coloide hidrófilo, para obtener una primera solución ionizable en agua, añadiendo por mezcla dicha primera solución y una solución acuosa de un coloide hidrófilo para obtener una segunda solución ionizable en agua y teniendo una carga eléctrica opuesta a la de la primera solución, siendo uno de dichos coloides gelatina, añadiendo agua a ello o ajustando el pH de ello para causar coacervación, para obtener así coacervados, en que los coloides complejos se depositan alrededor de las gotas individuales de aceite, enfriando los coacervados para causar la formación de gel de los mismos, y añadiendo después un agente endurecedor y ajustando el pH a 9-11, caracterizado por la mejora que comprende la adición de una solución acuosa de electrolito aniónico de alto valor molecular y una solución acuosa de agente superficie activo aniónico a la dispersión conteniendo coacervados, a una temperatura inferior al punto de gelización de la gelatina, haciéndose dicha adición después de la formación de gel de los coacervados y antes de la adición del agente endurecedor o antes del ajuste del pH.

2ª.-Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho agente superficie activo aniónico es sulfonato de naftaleno, representado por la siguiente fórmula general,



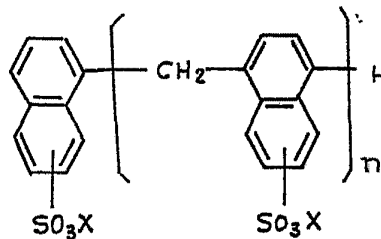
38036327



en que R₁ es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, R₂ es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo teniendo de 1 a 18 átomos de carbono o un grupo alcoxilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, y X es un átomo de hidrógeno o un metal de álcali.

3ª.-Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho agente superficie activo aniónico es un condensado de ácido sulfónico de naftaleno y formalina representado por la siguiente fórmula,

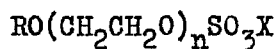
10



en que X es un átomo de hidrógeno o un metal de álcali, y n es un número entero de 1 a 9.

4ª.-Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho agente superficie activo aniónico es alquil sulfonato de polioxietileno de metal de álcali, representado por la siguiente fórmula general,

20



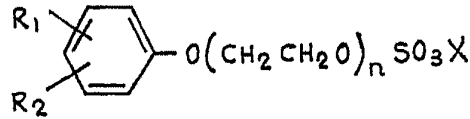
en que R es un grupo alquilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono un grupo arilo o un grupo alcoxilo, teniendo de 1 a 18 átomos de carbono, X es un átomo de hidrógeno o un metal de álcali, y n es un número entero de 5 a 25.

25

5ª.-Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho agente superficie activo aniónico es una sal de metal de álcali de ácido sulfúrico de polioxietileno alquilfenilo, representado por la siguiente fórmula general,

30

380303



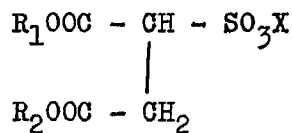
5

en que R_1 es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, teniéndose de 1 a 18 átomos de carbono, R_2 es un grupo alquilo teniéndose de 1 a 18 átomos de carbono o un grupo alcoxilo, teniéndose de 1 a 18 átomos de carbono, y n es un número entero de 5 a 25.

10

6ª.-Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho agente superficie activo aniónico es sulfosuccinato de metal de álcali, representado por la siguiente fórmula general,

15



20

en que R_1 y R_2 son cada uno un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo teniéndose de 1 a 18 átomos de carbono, y X es un átomo de hidrógeno o un metal de álcali.

25

7ª.-Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho electrolito aniónico de alto valor molecular es carboximetil éter de celulosa, carboximetil éter de almidón, éster de ácido sulfúrico de almidón, éster de ácido fosfórico de almidón, carboximetil éter de hidroxietil celulosa ó éster de ácido sulfúrico de hidroxietil celulosa.

30

8ª.-Por último se reivindica como objeto sobre el que ha de recaer la presente Patente de Invención que, por veinte años se solicita para España,

= 18 - 380363

27 JUN



" PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MICROCAPSULAS CONTENIENDO ACEITE "

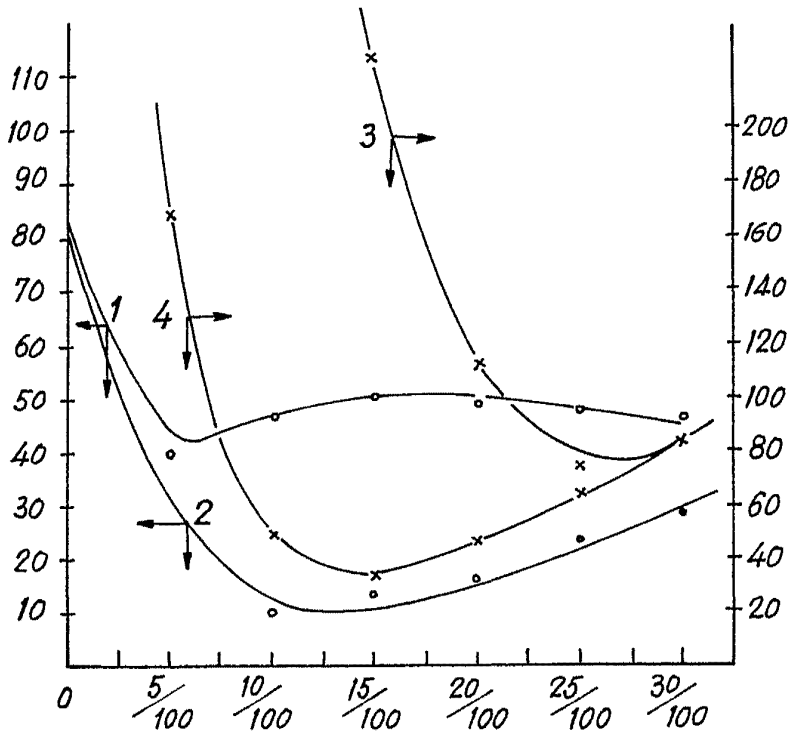
Todo conforme queda expresado en la presente Memoria Descriptiva que consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara, y planos que se acompañan.

Madrid,
P.A. 27 JUN 1970
FERNANDO MANA
P.F.

380303



2.100



Madrid, ... 1970
 P.A.
 PEDRO PERU MAÑA
 P.P.

[Handwritten signature]

ESCALA VARIABLE