

F.C. 15-IV-75



PATENTE DE INVENCION
=====

O.Z.29 115.

413605

Int. Cl.: B01F

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA ESTABILIZAR DISPERSIONES DE MICROCAPSULAS
CONTRA LA SEPARACION

==.==.==.==.==.==.==.==.==.==

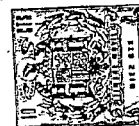
Solicitante: BADISCHE ANILIN- SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en 6700 Ludwigshafen,
República Federal Alemana.

==.==.==.==.==.==.==.==.==.==

La presente invención se refiere a un procedimiento para estabilizar dispersiones de microcápsulas, mediante la adición de un polímero reticulado que contiene grupos carboxilo.

La manipulación de las dispersiones o emulsiones de microcápsulas resulta frecuentemente dificultada debido a que

**POOR
QUALITY**



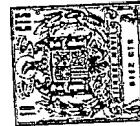
- durante el transporte o el almacenamiento, por descremado, sedimentación o formación de depósito de las microcápsulas dispersadas, se presenta una separación de fases más o menos completa. En la ulterior elaboración, se pueden presentar, por lo tanto, errores de dosificación si las dispersiones no son previamente homogeneizadas de nuevo. Especialmente cuando se forman sedimentos sólidos o aglomerados, éstos originan grandes dificultades. Se deben emplear entonces depósitos de transporte o almacenamiento en los cuales las dispersiones se mantienen en continuo movimiento. Para evitar la sedimentación de las dispersiones de microcápsulas, se necesitan por lo tanto dispositivos agitadores, dispositivos para el trasiego constante mediante bombas u otras medidas muy complicadas y costosas.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- El objeto de la presente invención es estabilizar las dispersiones de microcápsulas de manera que se evite la formación de sedimentos, la formación de depósitos o el descremado de las dispersiones, pudiéndose por lo tanto, almacenar en depósitos de transporte y almacenamiento sencillos. Aquí, las propiedades físicas y químicas de las dispersiones o emulsiones deben variarse lo menos posible.
- Se ha descubierto ahora que se obtienen dispersiones de microcápsulas estables a la separación si el líquido soporte acuoso contiene disuelto un polímero parcialmente reticulado, que contiene grupos carboxilo, cuyos grupos carboxilo están parcial hasta totalmente neutralizados, en una cantidad de 0,01 a 3% en peso, preferentemente 0,05 a 1% en peso, referido al peso total de la dispersión.
- Una ventaja especial de estos polímeros en comparación con los co- u homopolímeros sin reticular consiste en que provocan una sedimentación más lenta con una concentración



- sorprendentemente inferior y con un aumento de la viscosidad de la dispersión mucho más reducida a como es posible en los polímeros sin reticular conocidos. De esta manera se obtiene una variación solo reducida de las propiedades físico-químicas del sistema coloidal en comparación con el estado de partida. Este efecto es inesperado, ya que los polímeros reticulados empleados generalmente tienen preferencia como agentes espesadores, especialmente eficaces, de los polímeros sin reticular. Estos permiten, ya en reducidas cantidades, ajustar unas viscosidades especialmente altas que no se pueden lograr, sin más, con los polímeros sin reticular. Los reticulados se emplean parcialmente hasta como agentes auxiliares para la formación de copos.
- 5.
- 10.

- Los polímeros reticulados, empleados según la presente invención, tienen la ulterior ventaja de que se adicionan a la dispersión en forma altamente concentrada como poliácido y se pueden repartir sin dificultad alguna antes de que desarrollen su total eficacia, por ejemplo, después, mediante una neutralización parcial o total con una base bajo reducido aumento simultáneo de la viscosidad. De esta manera, la concentración de la dispersión se varía solo reducidamente. Los polímeros altos sin reticular se pueden incorporar sin dificultad en la dispersión, en la mayoría de los casos solo en forma de sus soluciones muy diluidas. De esta manera reducen considerablemente la concentración de las dispersiones y aumentan, cuando son eficaces, demasiado fuertemente la viscosidad.
- 15.
- 20.
- 25.

- Bajo homo- o copolímeros parcialmente reticulados, que contienen grupos carboxilo, se entienden los homo- o copolímeros de los ácidos mono- o dicarboxílicos monocolefinicamente insaturados en la posición α/β , tales como el ácido acrílico o metacrílico, el ácido maleico, fumarico, itacónico, crotono
- 30.



nico, o de la maleína o de los semi-ésteres del ácido fumárico. Aquí tienen especial preferencia los homo- o copolímeros del ácido acrílico y/o metacrílico.

5. La reticulación parcial de los copolímeros se puede efectuar, en la obtención, por ejemplo, por vía física, mediante radiación activa o por incorporación de un 0,01 a 5 % en peso, preferentemente de un 0,1 a 3% en peso, de monómeros polifuncionales, refiriéndose el % en peso a los compuestos polimerizables incorporados.

10. Como ejemplos de los monómeros reticulantes polifuncionales, sean mencionados: etilenbisacrilamida, triacriltriazinas, cianuratos de trialilo, diacrilato de butanodiol, diacrilato de etilenglicol, divinilsulfona, maleinato de bisdialilo, divinilbenceno, acrilato vinílico, ftalato dialílico, sucrosa polialfílica, o divinildioxano.

15. Los polímeros a emplear según la presente invención se describen, por ejemplo, en la publicación de la solicitud de patente alemana DOS 2.017.451, las publicaciones alemanas 1.103.585, 1.136.225, y 1.164.095 y en la patente US 2.798.053.

20. Además de los ácidos carboxílicos α/β insaturados polimerizables y los monómeros polifuncionables polimerizables, los polímeros pueden contener además un 0 a 90% en peso, preferentemente un 0 a 70% en peso de otros compuestos olefinicamente insaturados copolimerizables, tales como, por ejemplo, acrilato

25. y/o metacrilato, que están esterificados con alcoholes inferiores con 1 a 4 átomos de carbono. El contenido de estos monómeros copolimerizables, que no contienen grupos carboxilo, entre los cuales también se cuentan los monómeros hidrófilos, tales como ácido vinilsulfónico o sus sales, metacrilato de 2-sulfoetil o sus sales, acrilamida, vinilpirrolidona, etc., queda limitado

30.

4-153605



debido a que después de una neutralización parcial o total de los grupos ácido carboxílicos los polímeros se disuelven en agua libres de cuerpos de esponjamiento.

5. La obtención de los copolímeros, a emplear según la presente invención, se efectúa en solución, suspensión o emulsión bajo las condiciones de polimerización usuales, con ayuda de los iniciadores de polimerización usuales, y se conoce, por ejemplo, por la literatura arriba mencionada.

10. Por regla general se introduce el polímero empleado, bajo agitación, con ayuda de un grupo mezclador adecuado, en las dispersiones de las microcápsulas. Es especialmente ventajoso que el polímero se agregue en forma de un ácido policarboxílico no soluble en agua y, solo entonces, mediante adición proporcional de una base, el ácido policarboxílico se transforma, por
15. formación de la sal, en la forma soluble. Aquí, se aumenta algo la viscosidad de la dispersión. Sin embargo, también es posible agregar a la dispersión el poliácido parcial o totalmente neutralizado en forma de solución o como producto sólido.

20. Los ácidos policarboxílicos reticulados mencionados son excelentemente adecuados para retrasar la sedimentación y para evitar la formación de unos posos sólidos en las emulsiones o dispersiones acuosas, tal y como se obtiene al encapsular disolventes, plastificantes, grasas, aceites, formadores de color, aromatizantes, perfumes, aglutinantes, soluciones de
25. laca y similares en microcápsulas.

30. Estas suspensiones de microcápsulas, que por lo general contienen un 19 a 50% en peso de microcápsulas, tienen por regla general unos tamaños de partículas de 2 a 5 μ y, en dependencia del peso específico del material del núcleo, tienden a desmezclarse, por ejemplo, a sedimentar y, ocasional-



mente también a la formación de sedimentos sólidos o a descre-
marse. La adición según la presente invención modifica solo muy
reducidamente las propiedades físicas y químicas de las disper-
siones y emulsiones, mientras que para otras propiedades se lo-
gran ventajas.

5.

Las microcápsulas, que como material del núcleo con-
tienen preferentemente colorantes reactivos en un líquido orgá-
nico, tal y como se emplean en grandes cantidades para la fa-
bricación de papeles de calco reactivos, se pueden obtener se-
gún los más distintos procedimientos y con los más diferentes
materiales de pared, tal y como se conocen por el actual estado
de la técnica. Por ejemplo, las microcápsulas se pueden fabricar

10.

por coacervación compleja, tal y como se describe en la publi-
cación de la patente alemana 1.122.495 o por polimerización de
superficie límite, tal y como se describe en la publicación
alemana 1.444.415 o con productos de policondensación de urea-
formaldehído según la publicación alemana 1.290.799. Un proce-
dimiento de pulverización para la obtención de microcápsulas
se describe en la publicación alemana 1.294.932, un procedi-
miento de gelificación de gotitas de emulsión en la publicación
alemana 1.619.808 y un procedimiento de inversión de fases en
la publicación alemana 1.912.323.

15.

20.

En un procedimiento preferente para la obtención de
microcápsulas se dispersa una mezcla, que contiene el material
de pared, el colorante reactivo y un líquido orgánico de difícil
volatilidad, disueltos en un disolvente orgánico volátil,
en un líquido soporte acuoso y el material de cápsulas se pre-
cipita por evaporación del disolvente sobre la superficie lími-
te de fases de la fase dispersada, y, en caso dado se endurece.

25.

30.

Como material de pared preferente para este procedimiento es

413605



- conveniente un copolímero obtenido por polimerización en solución de 20 a 70% en peso de metacrilato de metilo, 20 a 70% en peso de acetilacetatos de mono- (met)- acrilatos de dioles alifáticos con 2 a 8 átomos de carbono, tal como butanodiol-1-acrilato-4-acetilacetato y 0 a 30% en peso de acrilamida, 0 a 30% en peso de ácido acrílico y/o metacrílico, 0 a 30% en peso de vinilpirrolidona, 0 a 3% en peso de ácido vinilsulfónico o de sus sales y 0 a 3% en peso de 2-sulfoetilmetacrilato o sus sales, por regla general con un valor K de 10 a 70, medido según H. Finkentscher, Cellulosechemie 13 (1932), página 58. Este material de pared se reticula o bien endurece químicamente durante la fabricación de las microcápsulas, convenientemente con aldehídos, tales como formaldehído, o diaminas, tales como etilendiamina o hexametildiamina. Como disolvente volátil para el material de pared y de núcleo son convenientes, en este procedimiento, los hidrocarburos clorados alifáticos, tales como cloroformo o cloruro metilénico, en caso dado bajo adición de un alcohol alifático inferior, tal como etanol, propanol o isopropanol. Según otros procedimientos de obtención, materiales de pared ventajosos son por ejemplo, la gelatina, el alcohol polivinílico, las resinas de úrea, la melamina o el fenol-formaldehído, las poliamidas o los poliuretanos.
- Las dispersiones de microcápsulas acuosas, preferentemente estabilizadas mediante el aditivo de la presente invención, se aplica, por regla general, para la obtención de papeles de calco, sobre un material soporte, tales como láminas de papel o de material sintético y se seca. Asimismo se pueden incorporar también, por ejemplo, en la masa de papel o masas similares compuestas de otros polímeros. Asimismo se pueden aplicar directamente sobre las capas receptoras usuales. Aquí entran
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



en consideración, como capas receptoras, por ejemplo, caolín, atapulgita, bentonita, dióxido de silicio coloidal ácido, zeolita o resinas ácidas orgánicas, tales como resinas fenólicas.

EJEMPLO 1

5. Una solución de 2,4 partes de 3,3-Bis-(dimetilamino)-6-dimetilaminoftalida, 0,6 partes de azul de N-benzoil-leucometileno, 0,5 partes de tributilamida, 180 partes de cloroformo, 90 partes de triclorodifenilo, 10 partes de bencina (155 a 185°C) y 60 partes de una solución al 40 % del material de pared
10. polímero de 60 partes de butanodiolmonocarilatoacetilacetato, 59,25 partes de metilmetacrilato, 39 partes de acrilamida y 0,75 partes de 2-sulfoetilmetacrilato, disueltas en isopropanol/cloroformo en una proporción de 2:1, se dispersa en una solución de 345 partes de agua y 5 partes de polivinilpirrolidona.
15. Después de mezclar en una solución de 295 partes de agua, 5 partes de polivinilpirrolidona (valor K 90) y 0,2 partes de ácido p-toluenosulfónico se somete la dispersión a una destilación y se endurece. Se forma una dispersión de cápsulas, con cápsulas de 8 a 10 μ de diámetro.
20. El peso específico de las cápsulas asciende a 1,5 g/cc. La dispersión bien agitada tiene una viscosidad que, medida en la copa Ford con una tobera de 4 milímetros (FB4), da un tiempo de salida de 12 segundos. La dispersión comienza a sedimentar tan pronto como se interrumpa la agitación. Después
25. de 20 horas, las cápsulas están casi totalmente sedimentadas y forman sobre el fondo del recipiente un sedimento de muy difícil agitabilidad y que es muy tenaz.
30. En esta dispersión se introducen por debajo de un pH de 6, en el presente caso a un pH de 5,5, los aditivos indicados en la tabla 1, como polvos, dispersión o solución y



después se ajusta el pH, mediante goteado de lejía sódica al 10%, a un valor entre 6 y 8. Según aumenta el pH, crece la viscosidad de la dispersión. Esto es una consecuencia de la lenta neutralización del ácido policarboxílico.

5. Después de ajustar un pH determinado se comprueba la viscosidad de la dispersión y después de dejar reposar durante 20 horas se evalúa la cantidad del sedimento y su agitabilidad.

La sedimentación de las cápsulas se evalúa con las siguientes notas:

10. Nota 1: dispersión homogénea, ninguna sedimentación en el fondo.

Nota 2: poca sedimentación en el fondo.

Nota 3: moderada sedimentación en el fondo.

15. Nota 4: fuerte sedimentación dispersión turbia en la parte superior.

Nota 5: todo sedimentado, solución clara en la parte superior. La conglomeración de las cápsulas en el sedimento formado es asimismo evaluado. En detalle significan los números indicados:

20. Nota 1: ninguna agitación necesaria o bien de muy difícil agitación.

Nota 2: fácil agitación.

Nota 3: moderadamente agitable.

Nota 4: de mala agitación.

25. Nota 5: de muy mala agitación, sedimento pegajoso.

30. Los resultados de los ensayos 2 a 11 demuestran que, por encima de un tiempo de salida de unos 25 segundos, las dispersiones estabilizadas según el procedimiento reivindicado no sedimentan en el plazo de 20 horas y no desarrollan ningún sedimento sólido. Esto vale independientemente de la concentración



- de la dispersión en las cápsulas así como también independiente-
mente del grado de reticulación del polímero, que está determi-
nado por la cantidad de reticulador. En los ensayos 1 a 3 se
empleó un polímero de precipitación de benceno de 98 partes de
5. ácido acrílico y 2 partes de sucrosa polialfílica, en los ensa-
yos 5 a 7, uno de 98 partes de ácido acrílico y 2 partes de di-
vinildioxano. Los polímeros se obtuvieron según la patente US
2.798.053 o bien la publicación alemana 2.017.451.
- Los ensayos 8 a 11 contienen un polímero en emulsión
10. que se compone de 56 partes de etilacrilato, 34 partes de ácido
metacrílico, 10 partes de ácido acrílico, 0,1 partes de vinilsul-
fonato de sodio y 0,25 partes de ftalato dialílico como reti-
culador. La dispersión se preparó al 25% empleando un emulsio-
nante usual y persulfato potásico como iniciador. Según el gra-
do de reticulación más reducido se emplea una cantidad algo ma-
yor que en los polímeros anteriores.
15. Los aditivos se pueden incorporar en las dispersiones
de microcápsulas sin que disminuya apreciadamente la concentra-
ción de las cápsulas en la dispersión estabilizada.
20. En los ensayos 12 a 15 se agregan como comparación
polímeros sin reticular a la dispersión. Debido al elevado peso
molecular solamente se puede introducir y agitar en la disper-
sión a partir de una solución al 3 %. Con una adición de un
1,5 % cae la concentración en cápsulas de la dispersión a la
25. mitad.
- En el ensayo 12 se empleó un poliacrilato de sodio
que, a un pH de 7 en solución al 0,5 %, tiene un tiempo de sa-
lida de 27 segundos. El valor K, medido según H. Fikentscher
(Cellulosechemie 13 (1932) 58 y siguientes), en solución al
30. 1 % en agua, a un pH de 7, asciende a 195.

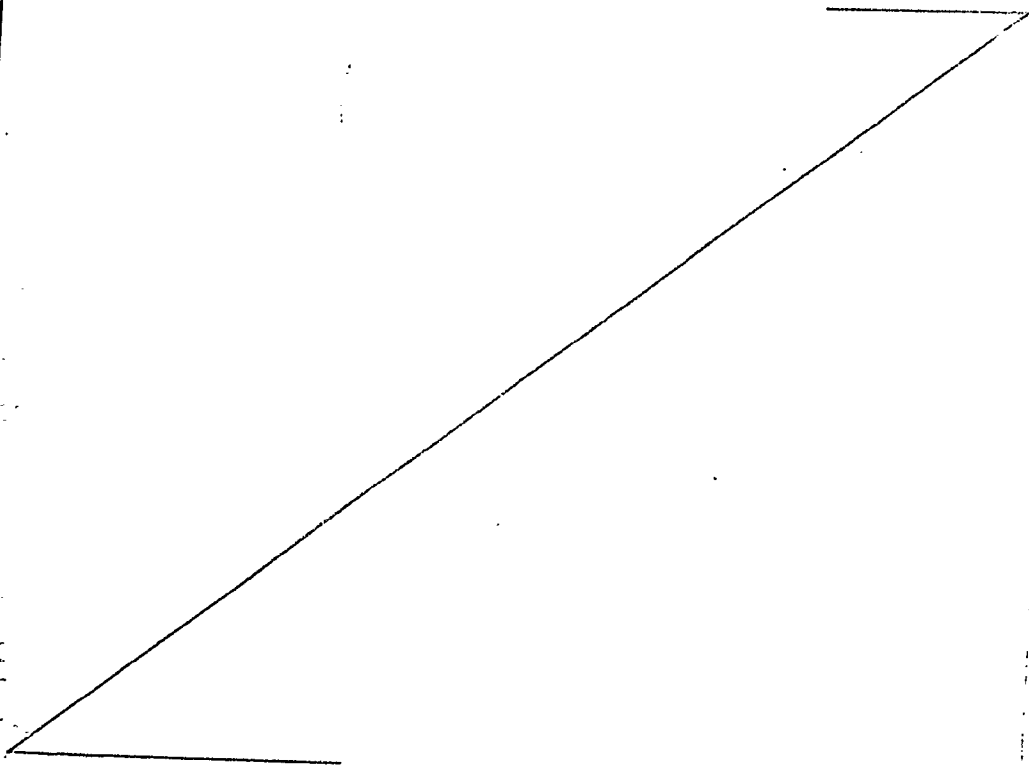


A pesar de la elevada adición y la alta viscosidad y un tiempo de salida de 41 segundos en la copa Ford (FB4) no se logra ninguna estabilización.

5. Con Tylose C 600, una carboximetilcelulosa que en solución acuosa al 2% da una viscosidad de 600 cP, si bien se eleva la viscosidad de la dispersión a 104 segundos, no se logra sin embargo ninguna estabilización.

10. Una adición de un 5% a una solución al 40% (ensayo 16) da una viscosidad que no se puede medir en la copa de Ford ya que es demasiado elevada, y sin embargo no hay estabilización.

15. La metilcelulosa del tipo MH 2.000 y MH 6.000 (ensayos 14 y 15) pudieron suministrar una dispersión estable, la viscosidad de la dispersión en cada caso ya no se podía medir más.



413605

- 12 -

413605

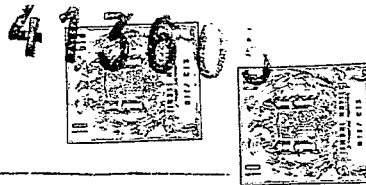


T A B L A 1

Concentración de la dispersión de partida %	Adición de copolímero de:	Adición de concentración %	Dispersión final Concentración aditivo %	Concentración cap-sulas	Viscosidad FB 4 Seg.	pH	Enjuiciamiento después de 20 horas Sedimentación	Agitabilidad
1)	-	-	-	20	12	6,0	5	5
2)	Polímero de precipitación de	100	0,10	20	32	6,5	1	1
3)	98 partes de ácido acrílico	100	0,05	30	14	6,5	5	5
4)	2 partes de sucrosa de polialilo en benceno.	100	0,10	30	57	6,05	1	1
5)	Polímero de precipitación de	100	0,100	20	22	6,9	2	1
6)	98 partes de ácido acrílico	100	0,125	20	37	7,0	1	1
7)	2 partes de dioxano de divinilo	100	0,150	20	51	6,9	1	1
8)	Polímero en emulsión de	24	0,30	20	20	7,0	2-3	2-3
9)	56 partes de acrilato de etilo	24	0,40	20	28	7,0	1	1
10)	34 partes de ácido metacrílico	24	0,25	40	25	6,5	1-2	1
11)	10 partes de ácido acrílico 0,1 partes de sulfonato de vinilo 0,25 partes de ftalato de diábilo	24	0,50	40	80	6,5	1	1
12)	Sal sólida de ácido acrílico pH=7,8, K=190-195, al 1%	3	1,50	10	41	7,1	3	3
13)	Tylose c 600 carboximetil celulosa	3	1,50	10	104	7,1	3	2-3
14)	Tylose MH 2000 metil celulosa	3	1,50	10	Demasiado viscosa no se puede medir.	6,5	2	2
15)	Tylose MH 6000 metil celulosa	3	1,50	10	"	6,5	1	1
16)	Tylose C 6000	5	0,50	35	"	6,5	2	2

T A B L A 1

Concentración de la dispersión de partida %		Adición de copolímero de:	Adición de concentración %	Di Conce adi
1)	20	-	-	
2)	20	Polímero de precipitación de	100	
3)	30	98 partes de ácido acrílico	100	
4)	30	2 partes de sucrosa de polialilo en benceno.	100	
5)	20	Polímero de precipitación de	100	
6)	20	98 partes de ácido acrílico	100	
7)	20	2 partes de dioxano de divinilo	100	
8)	20	Polímero en emulsión de	24	
9)	20	56 partes de acrilato de etilo	24	
10)	40	34 partes de ácido metacrílico	24	
11)	40	10 partes de ácido acrílico 0,1 partes de sulfonato de vinilo 0,25 partes de ftalato de diabolo	24	
12)	20	Sal sódica de ácido acrílico pH=7.8, K=190-195, al 1%	3	
13)	20	Tylose c 600 carboximetil celulosa	3	
14)	20	Tylose MH 2000 metil celulosa	3	
15)	20	Tylose MH 6000 metil celulosa	3	
16)	40	Tylose C 6000	5	



1

Dispersión Concentración aditivo %	final Concentra- ción cáps- ulas	Viscosidad FB 4 Seg.	pH	Enjuiciamiento después de 20 horas Sedimenta- ción	Agitabi- lidad
-	20	12	6,0	5	5
0,10	20	32	6,5	1	1
0,05	30	14	6,5	5	5
0,10	30	57	6,05	1	1
0,100	20	22	6,9	2	1
0,125	20	37	7,0	1	1
0,150	20	51	6,9	1	1
0,30	20	20	7,0	2-3	2-3
0,40	20	28	7,0	1	1
0,25	40	25	6,5	1-2	1
0,50	40	80	6,5	1	1
1,50	10	41	7,1	3	3
1,50	10	104	7,1	3	2-3
1,50	10	Demasiado viscosa no se puede medir.	6,5	2	2
1,50	10	"	6,5	1	1
0,50	35	"	6,5	2	2

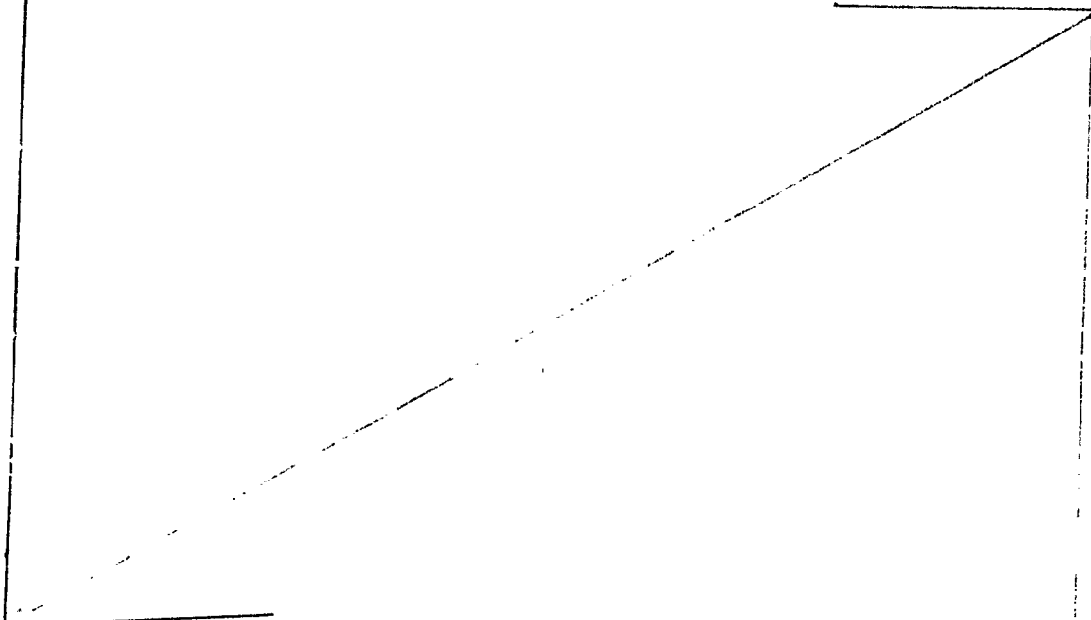


EJEMPLO 2

5. Análogo al ejemplo indicado en DAS 1.028.282, se encapsula una solución de 100 partes de diclorodifenilo, 3 partes de lactona violeta de cristal y 1 parte de azul N-benzoil-leucometileno, según el procedimiento de coacervación con gelatina y goma arábiga.

10. Se forma una dispersión de cápsulas con un 20% en peso de cápsulas con un tamaño de cápsulas promedio de unas 6 y un tiempo de salida de la dispersión de 11 segundos en la copa de Ford. La dispersión sedimenta rápidamente, pudiéndose sin embargo agitar algo más fácilmente el sedimento. La dispersión se mezcla en igual forma como se ha descrito en el ejemplo 1 con los polímeros reticulados, que contienen grupos ácidos carboxílicos, allí mencionados. El resultado de los ejemplos se aprecia en la tabla 2.

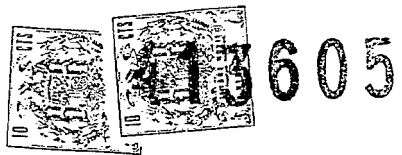
11. En comparación con la tabla 1, unas adiciones algo más reducidas dan ya unas propiedades de estabilización igual de buenas y unas viscosidades aproximadamente iguales.



413605

- 14 -

Concentración de la dispersión de partida %	Adición de copolímero de:	T A B L A 2 Adición de concentración %	Disp Concen aditi
20	-	-	
20	Polímero de precipitación de 98 partes de ácido acrílico 2 partes de sucrosa de polialilo en benceno	100	
20	Polímero de precipitación de 98 partes de ácido acrílico 2 partes de dioxano de divinilo	100	
20	Polímero en emulsión de 56 partes de acrilato de etilo 34 partes de ácido metacrílico 10 partes de ácido acrílico 0,1 partes de sulfonato de vinilo 0,25 partes de ftalato de diabilo	25	



Dispersión final		Visco- sidad FB4 Seg.	pH	Enjuiciamiento des- pués de 20 horas	
Concentración aditivo %	Concentración cápsulas %			Sedimenta- ción	Agitabi- lidad
-	20	11	6,5	5	3
0,08	20	38	6,8	1	1
0,075	20	42	7,1	1	1
0,35	20	36	6,9	1	1



EJEMPLO 3

- Según el ejemplo 1, se encapsula una solución de 2,4 partes de 3,3-Bis- (dimetilamino)-6-dimetil-amidofthalida, 0,6 partes de azul de N-benzoil-leucometileno en 40 partes de n-dodecibenceno y 27 partes de diisopropilbenceno. El material de pared polímero se compone de 42,5 partes de acetil-acetato de butanodialmonoacrilato, 42,5 partes de metacrilato de metilo, 14,5 partes de acrilamida, y 0,5 partes de ácido acrílico. Se forma una dispersión de cápsulas con cápsulas de 3-11 μ . La concentración de la dispersión en cápsulas asciende aproximadamente a un 16% en peso. El peso específico de las cápsulas asciende a 0,9 g/cc. La dispersión tiene una viscosidad de 11,5 segundos. (FB4). La dispersión comienza a separarse muy lentamente después de la mezcla. Las cápsulas se descreman. Después de 28 horas se ha formado una capa de crema moderada. Enjuiciando el estado según las notas indicadas en el ejemplo 1, intercambiando cada vez la expresión de sedimentación por la expresión de descremado y el poso por la crema, se le adjudica al estado después de 28 horas la nota 3, después de 96 horas la nota 4. La agitabilidad se evalúa con la nota 2 o bien después de 96 horas con la nota 3. En esta dispersión se introducen y agitan a un pH de 6,0 los aditivos indicados en la tabla 3 en forma de polvos o dispersiones y después se ajusta el pH, mediante goteo de lejía sódica al 10%, a un valor entre 6 y 8.

Ya con reducidas adiciones se obtienen buenas estabildades.

3605

4.1 3605

Concentración de la dispersión de partida %

Adición de copolímero de:

T A B L A 3

Adición de concentración %

Dispersión final Concentración cápsulas %

Viscosidad FB4 Seg.

pH

Enjuiciamiento después de 28 horas Sedimentación. billidad

Agitación Sedimentación billidad

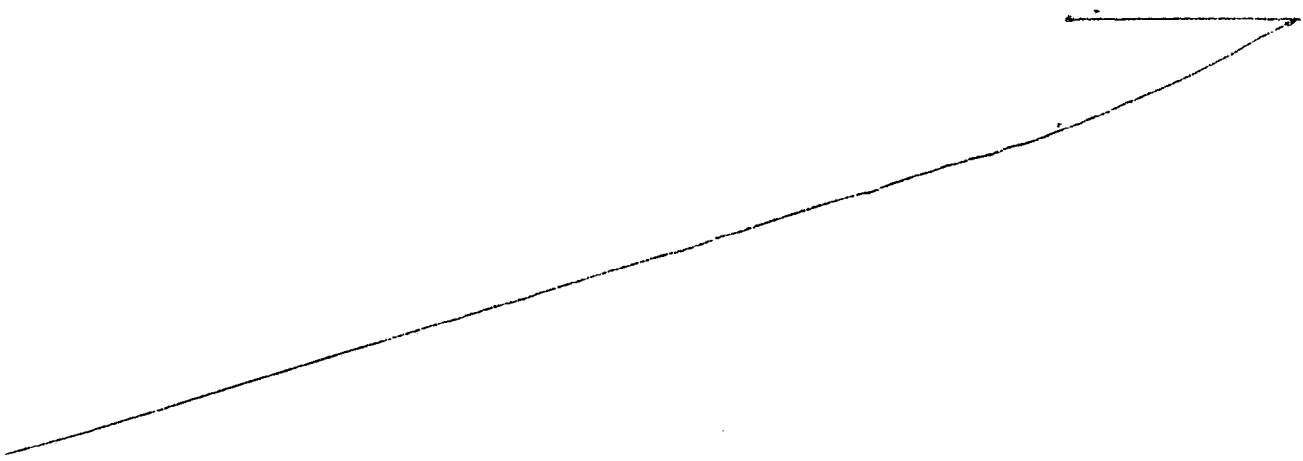
16	-	-	-	16	11,5	6,0	3	2	4	3
16	Polímero de precipitación de 98 partes de ácido acrílico	100	0,100	16	23,0	7,0	1	1	2	1
16	2 partes de sucrosa de polialilo en benceno	16	0,125	16	38,0	7,2	1	1	1	1
16	Polímero en emulsión de 56 partes de acrilato de etilo	24	0,300	16	21	7,1	1	1	2	1
16	34 partes de ácido metacrílico 10 partes de ácido acrílico 0,1 partes de sulfonato de vinilo 0,25 partes de ftelato de diabolo	24	0,400	16	43	7,0	1	1	1	1

413605

Concentración de la dispersión de partida %	Adición de copolímero de:	T A B L A 3	
		Adición de concentración %	Disp. Concen. aditi. %
16	-	-	-
16	Polímero de precipitación de	100	0,10
16	98 partes de ácido acrílico 2 partes de sucrosa de polialilo en benceno		0,12
16	Polímero en emulsión de	24	0,30
16	56 partes de acrilato de etilo 34 partes de ácido metacrílico 10 partes de ácido acrílico 0,1 partes de sulfonato de vinilo 0,25 partes de ftalato de diabilo	24	0,40

41 7605

Dispersión final		Visco- sidad FB4 Seg.	pH	Enjuiciamiento después de			
Concentración aditivo	Concentración cápsulas			28 horas Sedimen- tación.	Agita bili- dad	96 horas Sedimen tación	Agita bili- dad
%	%						
-	16	11,5	6,0	3	2	4	3
0,100	16	23,0	7,0	1	1	2	1
0,125	16	38,0	7,2	1	1	1	1
0,300	16	21	7,1	1	1	2	1
0,400	16	43	7,0	1	1	1	1



413605



N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse

5. constar que las disposiciones anteriormente citadas 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 Alemania, en 13 de abril de 1972, bajo el número P 22 17 696.1, acogién-

10. dose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA ESTABILIZAR DISPERSIONES DE MICROCAPSULAS CONTRA LA SEPARACION"; caracterizándose por lo siguiente:

15. 1º.- Procedimiento para estabilizar dispersiones de microcápsulas contra la separación, caracterizado porque comprende disolver en el líquido soporte acuoso un polímero parcialmente reticulado, que contiene grupos carboxil, cuyos grupos carboxilo están parcial o totalmente neutralizados, en una cantidad de 0,01 a 3% en peso, referido al peso total de la dispersión.

20. 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como polímero parcialmente reticulado, que contiene grupos carboxilo, se disuelve un homo- o copolímero reticulado de un ácido mono- o dicarboxílico α, β - insaturado.

25. 3º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como polímero parcialmente reticulado, que contiene grupos carboxilo, se disuelve un homo- o copolímero reticulado del ácido acrílico y/o metacrílico.

30. 4º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3,

M.C.



caracterizado porque como polímero parcialmente reticulado, que contiene grupos carboxilo, se disuelve un copolímero de ácido acrílico y divinildioxano.

5. 5a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque como polímero parcialmente reticulado, que contiene grupos carboxilo, se disuelve un copolímero de ácido acrílico y sucrosa polialfílica.

10. 6a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque como polímero parcialmente reticulado, que contiene grupos carboxilo, se disuelve un copolímero de acrilamida, ácido metacrílico, ácido acrílico, ácido vinilsulfónico, y ftalato de dialilo.

15. 7a.- "Procedimiento para estabilizar dispersiones de microcápsulas contra la separación, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, 17 JUL. 1973

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT.

L. GOMEZ ACEBO Y NUÑEZ
E.º, Elmadri L. Goeta Fernández

ME