



ESPAÑA

18	ES	11	NUMERO	449949	10	A1
		21				
		22	FECHA DE PRESENTACION			

PATENTE DE INVENCION

50 PRIORIDADES:		
51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
P 25 32 147.5	18-7-75	Alemania Federal
54 FECHA DE PUBLICIDAD	55 CLASIFICACION INTERNACIONAL	56 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	Bols, B41A	
57 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE MICROCAPSULAS QUE CONTIENEN ACEITE".		
58 SOLICITANTE (ES)		
La Compañia alemana: RENKER GMBH		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Kreuzauer Str. 33 516 DOREN (Alemania Occidental).		
59 INVENTOR (ES)		
D. Frank Richard, alemán.		
60 TITULAR (ES)		
61 REPRESENTANTE		
D. Francisco GARCIA CABRERIZO.		

**POOR
QUALITY**

"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE MICROCAPSULAS QUE CONTIENEN ACEITE".

El invento tiene por objeto el procedimiento enunciado, en el que en una solución de mezcla de gelatina y goma arábiga se produce la coacervación.

5. Este procedimiento se describe en algunas patentes americanas antiguas (por ejemplo DT-PS 1 010 822) y en él se producen en una solución de mezcla de aceite + gelatina + goma arábiga pequeñas gotas obtenidas por emulsión, en las que se forma en el transcurso ulterior y durante la coacervación
10. una película líquida, que las encierra en cápsulas. Según el tamaño de las gotas, se distinguen después microcápsulas. En un proceso ulterior se puede proceder, después de una gelatinización, al curado, que en general crea dificultades, ya que no se puede evitar fácilmente la aglomeración de cápsulas --
15. aisladas o de pequeños grupos de cápsulas para formar racimos más o menos grandes, que llegan desde un centenar hasta la formación de una pasta. Estas irregularidades crean dificultades en la producción de microcápsulas que tienen que ser eliminadas
20. de distintas formas químicas o mecánicamente o con una combinación de ambas posibilidades. La condición previa para obtener una buena suspensión de cápsulas para papeles copiadores es el orden de magnitud uniforme de las distintas gotas, aproximadamente 2 a 3 μ o aglomerados aislados entre 12 y 18 μ , -- que debe ser mantenida en cualquier caso para garantizar un
25. grueso uniforme de la capa durante el recubrimiento del papel de base para papeles sensibles a presión. Cuando se forman -- amontonamientos de aglomerados de cápsulas es imposible obtener un recubrimiento uniforme, en especial cuando se trata -- de un papel bruto de no muy buena calidad, lo que da lugar a
30. una nitidez deficiente de los contornos de la escritura.

El objeto del presente invento es una tecnología de procedimiento que excluye el inevitable inconveniente de la -
conservación compleja conocida.

- Hasta ahora se intentó solucionar este problema, con
5. más o menos éxito, por medio de formadores de complejos de -
gelatina, sustancias tensoactivas, polímeros no iónicos etc.,
siendo preciso tener en cuenta, que los productos utilizados
para este fin
10. 1. no deben modificar las propiedades de las micro-
cápsulas,
2. deben ser miscibles y compatibles con gelatina y
con goma arábiga,
3. no deben producir una modificación del color o -
una decoloración de las microcápsulas y del pa-
pel copiator sensible a presión, ni un tñido del
15. compuesto orgánico incoloro,
4. deben ser insolubles en disolventes orgánicos,
5. deben ser solubles en agua fría y caliente, ya -
que las microcápsulas se fabrican en agua,
20. 6. deben poseer un pH constante, según la sucesión
de su utilización, debiendo ser en lo posible -
estables en el margen de pH 3 a pH 11,
7. no deben variar de viscosidad con oscilaciones -
de temperaturas comprendidas entre 8 y 60°C.
25. El procedimiento, según el invento, se caracteriza
por el hecho de que, para evitar la formación de amontonamien-
tos durante la producción de las cápsulas, se agrega un pro-
ducto tixotrópico acuoso antes de la conservación, que perma-
nece en el líquido de reacción durante la totalidad del proce-
30. so de conservación ácido, incluido el curado en la zona alcalina.

lina.

- Como productos tixotrópicos especialmente eficaces, que satisfacen las condiciones mencionadas bajo 1 a 7, se recomiendan polisacáridos, derivados de la xanthomona campestris, obtenidos por descomposición bacteriana y que contienen predominantemente d-manosa, ácido d-glucorónico y unidades de exosa. Como productos comerciales se suministran en forma de sales de Na, K o Ca. Están agrupados bajo las denominaciones comerciales Xanthan Gum, Keltrol Kelzan. Estos productos tixotrópicos y de espesamiento también pueden ser utilizados en combinación con otras sustancias polímeras, pero siempre es preciso cuidar, que:
5. a. tiene que existir una estabilización eficaz de las emulsiones,
 10. b. la viscosidad no varíe, cuando se producen oscilaciones de temperatura,
 - c. se obtenga una elevada viscosidad con concentraciones pequeñas,
 - d. exista solubilidad y estabilidad en soluciones ácidas y alcalinas,
 20. e. se garantice la compatibilidad con soluciones salinas.

En la realización del procedimiento, según el invento, no es crítica la cantidad de producto tixotrópico agregada, pero ésta depende del número de revoluciones máximo del agitador. El límite inferior es cuatro partes en cien partes de gelatina.

Los aglomerados de microcápsulas regulares obtenidos con el procedimiento según el invento son independientes entre sí y formán, después de la adición de aglomerantes y de material de carga de polvo de celulosa, un recubrimiento

uniforme sobre el material soporte. Por ello, la escritura producida por la aplicación de presión posee contornos nítidos.

En lo que sigue se describe el procedimiento según el invento por medio de algunos ejemplos, sin que el invento quede limitado a los ejemplos expuestos.

5.

Ejemplo 1

Aproximadamente 3 partes de una mezcla de lactona de violeta cristal y de azul de leucometileno de benzilo se disolvieron en 100 partes de terfenilo hidratado y se emulsio-
10. naron en una solución acuosa de 20 partes de gelatina tratada con ácido con un punto isoelectrico en pH 8 hasta obtener gotas con un tamaño de 2 a 4 μ . Después de la adición de 20 partes de goma arábica y de 1 parte de polisacárido (disuelto de agua) se provocó, por acidulación con ácido sulfúrico diluido
15. hasta un pH 4,4, la floculación a 50°C aproximadamente. Sobre las gotas de aceite se depositó una película líquida de gelatina y de goma arábica. Después de agregar a la solución 8 partes de aldehído fórmico al 37% se enfrió hasta 10°C para obtener una gelatinización del coacervado. Después de llevar el
20. valor pH de la solución a un pH 10,5, agitando continuamente y agregando una solución acuosa de NaOH, se calentó la mezcla hasta 40°C y se mantuvo a esta temperatura durante una hora para curar las paredes de las cápsulas.

Finalmente, se mezcló la suspensión de cápsulas con
25. un aglomerante y con polvo de amianto fino con el fin de obtener una masa de recubrimiento extensible.

La pintura extensible que contiene cápsulas, así obtenida, se extendió sobre un papel de bases oscilando el peso seco del recubrimiento entre 5 y 6 g/m^2 . Sobre una segunda
30. hoja de papel se aplicó una capa de arcilla activada. Estos -

dos pliegos de papel se superpusieron de tal forma, que la capa que contenia las microcápsulas, entraba en contacto con la capa de arcilla activada. Al ejercer localmente una presión sobre este papel por medio de una punta o de una máquina de escribir se obtuvo una escritura nítida.

Ejemplo 2

Una parte de azul de leucometileno de benzolito y 2 partes de lactona de violeta cristal se disolvieron en 100 partes de difenilo clorado y se emulsionaron en 16 partes de gelatina tratada con ácido y disuelta en agua con un punto isoeléctrico de pH 8 hasta obtener gotas con un tamaño de 1 a 3 μ . Después de agregar 16 partes de goma arábica en solución acuosa se diluyó la solución de mezcla con otras 400 partes de agua en las que se habían disuelto 0,8 partes de un polisacárido. La mezcla se aciduló a 50°C aproximadamente y con ácido acético diluido hasta un pH 4,2 con el fin de provocar la coacervación.

La preparación ulterior se realizó como en el ejemplo 1.

20. Ejemplo 3

3 partes de lactona de verde de malaquita se disolvieron en 100 partes de derivado de diarilietano y se emulsionaron en 400 partes de una solución acuosa al 6% de una gelatina tratada con ácido. Después se agregó la emulsión a 400 partes de una solución acuosa al 6% de goma arábica y se mezcló con 300 partes de una solución acuosa de polisacárido. La mezcla se aciduló a 50°C y con ácido acético diluido hasta un pH 4,2 mezclándola inmediatamente después con 9 partes de una solución acuosa de aldehído fórmico. Después del enfriamiento por debajo de 10°C se llevó el valor pH a pH 10 con NaOH di-

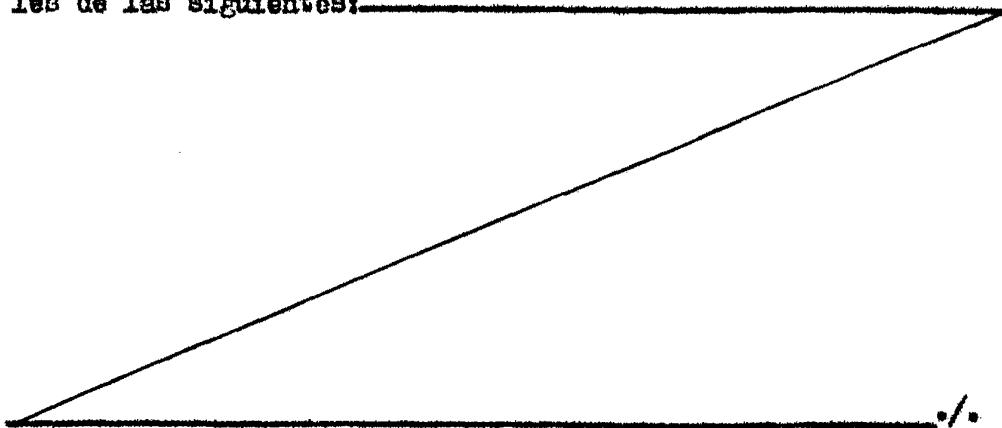
- luido. La mezcla se agitó continuamente durante 10 horas, para curar el coacervado gelatinizado. A continuación se agregaron 8 partes de una solución al 20% de polivinilalcohol, 10 partes de una solución de almidón al 20% de baja viscosidad y 20 partes de un polvo de celulosa finamente molido, con el fin de obtener una pasta extensible en la que no existieran aglomeramientos de cápsulas. La tinta extensible que contiene cápsulas, así obtenida, se extendió sobre un papel de base, -- siendo el peso seco del recubrimiento 5 a 6 g/m². Sobre una --
5. segunda hoja de papel se aplicó una capa de arcilla activada. Estos dos pliegos de papel recubiertos se sobrepusieron de tal modo, que la capa que contenía microcápsulas entró en contacto con la capa de arcilla activada. Ejerciendo una presión local sobre este papel por medio de una punta o de una máquina de --
10. escribir se obtuvo una escritura nítida.
- 15.

N O T A

- La Patente de Invención que se solicita por veinte años para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE MICROCAPSULAS QUE CONTIENEN ACEITE", con Prioridad de la solicitud de Patente en Alemania Federal núm. P 25 32 147.5, de fecha 18 de Julio de 1975, según las características esenciales de las siguientes:
- 20.

25.

30.



REIVINDICACIONES

1ª.- Procedimiento para la fabricación de microcápsulas que contienen aceite, en el que la formación de copos -- (coacervación) tiene lugar en una solución de mezcla de gela
5. tina y de goma arábiga, caracterizado por el hecho de que an
tes de la coacervación se agrega un producto tixotrópico, --
que está presente durante todo el desarrollo de la fabrica--
ción, incluido el curado de las microcápsulas.

2ª.- Procedimiento para la fabricación de microcápsu-
10. las que contienen aceite, según reivindicación 1ª, en el que
aproximadamente 3 partes de una mezcla de lactona de violeta
cristal y de azul de leucometileno de benzoilo se disuelven
en 100 partes de terfenilo hidratado y se emulsionan en una -
solución acuosa de 20 partes de gelatina tratada con ácido -
15. con un punto isoeléctrico en pH 8 hasta obtener gotas con un
tamaño de 2 a 4 μ ; después de la adición de 20 partes de go-
ma arábiga y de 1 parte de polisacárido (disuelto de agua) -
se provoca, por acidulación con ácido sulfúrico diluído has-
ta un pH 4,4, la floculación a 50°C aproximadamente; sobre -
20. las gotas de aceite se deposita una película líquida de gela
tina y de goma arábiga; después de agregar a la solución 8 -
partes de aldehído fórmico al 37% se enfría hasta 10°C para
obtener una gelatinización del coacervado; después de llevar
el valor pH de la solución a un pH 10,5, agitando continua--
25. mente y agregando una solución acuosa de NaOH, se calienta -
la mezcla hasta 40°C y se mantiene a esta temperatura duran-
te una hora para curar las paredes de las cápsulas; por últi
mo se mezcla la suspensión de cápsulas con un aglomerante y
con polvo de amianto fino con el fin de obtener una masa de
30. recubrimiento extensible.

3^a.- Procedimiento para la fabricación de microcápsulas que contienen aceite, según reivindicación 1^a, en el -- que una parte de azul de leucometileno de benzoilo y 2 partes de lactona de violeta cristal se disuelven en 100 partes de difenilo clorado y se emulsionan en 16 partes de gelatina tratada con ácido y disuelta en agua con un punto isoelectrónico de pH 8 hasta obtener gotas con un tamaño de 1 a 3 μ ; después de agregar 16 partes de goma arábiga en solución acuosa se diluye la solución de mezcla con otras 400 partes de agua en las que se ha disuelto 0,8 partes de un polisacárido; la mezcla se acidula a 50°C aproximadamente y con ácido acético diluido hasta un pH 4,2 con el fin de provocar la coacervación.

4^a.- Procedimiento para la fabricación de microcápsulas que contienen aceite, según reivindicación 1^a, en el -- que 3 partes de lactona de verde de malaquita se disuelven en 100 partes de derivado de diariletano y se emulsionan en 400 partes de una solución acuosa al 6% de una gelatina tratada con ácido; posteriormente se agrega la emulsión a 400 partes de una solución acuosa al 6% de goma arábiga y se mezcla con 300 partes de una solución acuosa de polisacárido; la mezcla se acidula a 50°C y con ácido acético diluido hasta un pH 4,2 mezclándola inmediatamente después con 9 partes de una solución acuosa de aldehído fórmico; después del enfriamiento por debajo de 10°C se lleva el valor pH a pH 10 con NaOH diluido, la mezcla se agita continuamente durante 10 horas, para curar el coacervado gelatinizado; a continuación se agregan 8 partes de una solución al 20% de polivinil alcohol, 10 partes de una solución de almidón al 20% de baja viscosidad y 20 partes de un polvo de celulosa finamente mo-

lido, con el fin de obtener una pasta extensible en la que --
no existan amontonamientos de cápsulas.

5a.- "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE MICROCAP-
SULAS QUE CONTIENEN ACEITE".

5. Según queda sustancialmente descrito en la presente Me-
moria que consta de nueve hojas, escritas a máquina por una -
sola cara.

Madrid,

RENKER GMBH

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P. P.

Firmada: M.ª Dolores Jerquera

10.